



(財)神奈川科学技術アカデミー

Kanagawa Academy of Science and Technology

高度計測センター

NEWS

第7号

2011年4月1日

技術の解説、技術支援の事例

異物・付着物分析の紹介

異物・付着物は多種多様な業種や製品で多く発生するトラブルであり、ものづくりの現場では、発生源の特定、対策に多大な労力がかかっています。

このトラブルを解決するための簡単な流れと事例をご紹介します。

まずは顕微鏡による拡大観察です。異物・付着物の大きさや色などを確認し、発生した周辺環境や状況を基に材質を推測し、分析方法を決定します。

例えば、目視で黒い異物であっても、顕微鏡で観察を行うと金属光沢を有していることがあり、その場合は元素分析で材質の判断ができます。

また、使用環境から樹脂のバリが発生しやすいと事前情報があれば、有機分析を主体に分析方法を決定します。

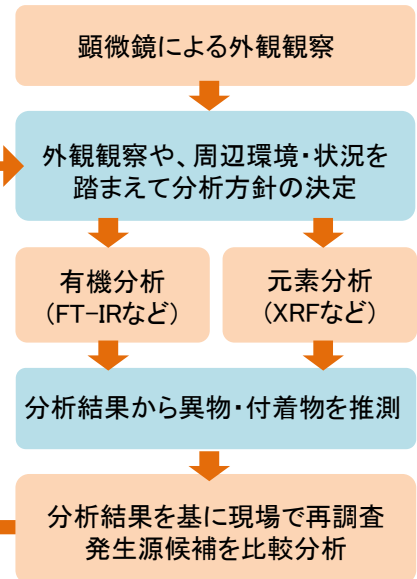
有機分析は主にフーリエ変換赤外分光光度計(FT-IR)で分析して、どのような構造の有機物であるか絞り込んでいきます。

元素分析は試料へのダメージや異物の大きさ等を考慮して、分析装置を決めます。一般的には非破壊分析が可能な微小部蛍光X線分析装置(XRF)か、局所分析(1μm~)が可能な電界放出型走査電子顕微鏡(FE-SEM)付属のエネルギー分散型X線分析装置(EDS)で分析を開始する事が多いです。また観察時点で薄いシミや変色と判断できたならば、走査型X線光電子分光分析装置(XPS)や走査型オージェ電子分光分析装置(SAM)で表面分析を行います。

それぞれの分析で得られた結果から、異物・付着物の材質を推定します。単純な分析結果であれば材質の特定ができますが、混合物や変質などで特定が困難な場合も多々あります。

分析で得られた情報を基に異物・付着物の発生現場や工場の生産ラインなどを調査し、該当する物を探し出します。それを比較分析し、一致した場合、発生源の特定となります。

異物・付着物分析の流れ



主な分析装置の特徴

装置名	FT-IR	XRF	FE-SEM/EDS	XPS	SAM
対象物	有機物 (樹脂・油など)	無機物 Na~U	無機物 B~U	無機物(結合状態) Li~U	無機物 Li~U
分析領域	バルク 数10μm~	バルク 200μm~	局所 1μm~	極表面 9μm~	極表面(局所) 1μm~
分析状態	大気・非破壊	大気・非破壊	真空	真空・非破壊	真空

1. 内容

県内の電気機器製造業の企業から異物発生(写真1)のトラブルで困っていると相談を受けました。

大きさが1.5mm位で軟らかく、鮮やかな黄色なので、樹脂片と想定し、有機分析の入り口であるフーリエ変換赤外分光光度計(FT-IR)で分析を行う事にしました。

2. 分析

図1は、異物を1回反射ATR法で測定した分析結果をデータベースの情報と比較したものです。異物の赤外線吸収スペクトルはフタル酸エステルと炭酸塩で構成されている可能性が高い結果になりました。フタル酸エステルは可塑剤、炭酸塩は充填剤と両成分とも樹脂の添加剤であり、樹脂に由来する情報は得られませんでした。

樹脂の情報よりも可塑剤の吸収が強く見られるのは軟質ポリ塩化ビニルの可能性が高く、これが本当に軟質ポリ塩化ビニルであるかを調べるには、試料前処理を施し別の測定手法で $600\sim 700\text{cm}^{-1}$ にあるC-Cl結合を確認するか、または短時間で元素分析が可能な微小部蛍光X線分析装置(XRF)で塩素(Cl)元素の存在を確認するになります。

XRFは試料前処理の必要が無く、短時間で非破壊で元素の同定を行うことができます。図2の測定結果をみると、想定される塩素(Cl)や炭酸塩に由来するカルシウム(Ca)が検出されています。また鉛(Pb)が検出されていますが、これは安定剤のステアリン酸鉛や黄色顔料のクロム酸鉛(PbCrO_4)が使われている可能性があると思われます。

3. 結果

両分析結果から、異物は軟質ポリ塩化ビニルを主成分に、フタル酸エステルと炭酸カルシウムが添加されていると判断できました。また、最近では環境規制物質として使用が減った鉛(Pb)が1%近く含まれていますので、古いケーブルの被覆材やビニールテープなどが製品内や製造工程、使用していた周辺環境に存在するかを確認して、もし該当する物があれば比較分析することで、発生源の特定ができると思われます。

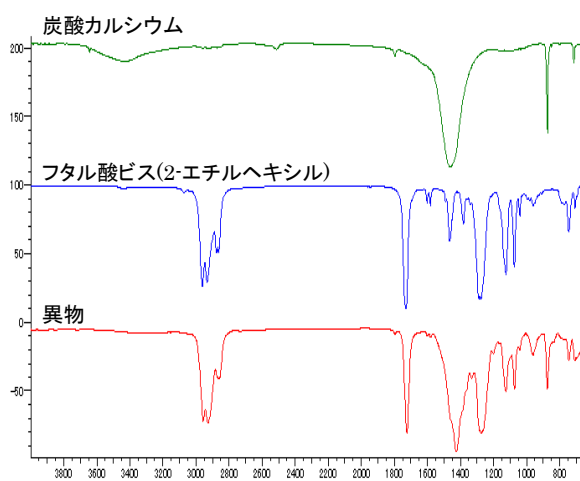


図1 FT-IRの測定結果

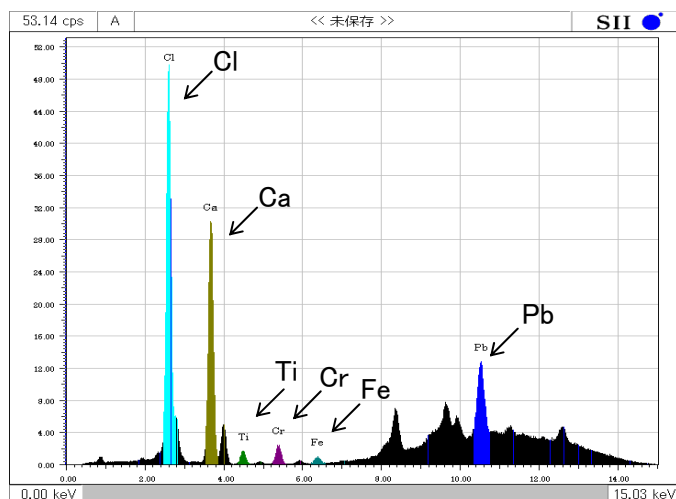


図2 XRFの測定結果

問合せ先
材料解析グループ
雪岡 良彰(ゆきおか よしあき)
(E-mail:yukioka@newkast.or.jp)

