

樹脂中異物分析へのアプローチ

- 顕微FT-IR, DI-MS, SEM-EDX, 顕微ラマン -

東レリサーチセンターは異物分析について実績が豊富であり、サンプリングから測定までご要望に応じた各種対応が可能である。マイクロサンプリングおよび複数の測定手法を駆使することにより、樹脂中の様々な異物を同定することができる。

異物分析に用いる主な手法

手法名	得られる情報	試料サイズと適用手法との関係
直接導入-質量分析法(DI-MS)	・質量や部分構造情報、有機元素組成	1pg ~ 1μg (DI-MS)
顕微赤外分光法(FT-IR)	・官能基、結合など原子団に関する情報	100pg ~ 10ng (顕微FT-IR)
顕微ラマン分光法	・分子骨格、結合など原子団に関する情報	100pg ~ 10ng (顕微ラマン)
走査型電子顕微鏡-エネルギー分散型X線分光法(SEM-EDX)	・B~Uまでの元素の定性	1×1μm ~ 100×100×1μm (SEM-EDX)

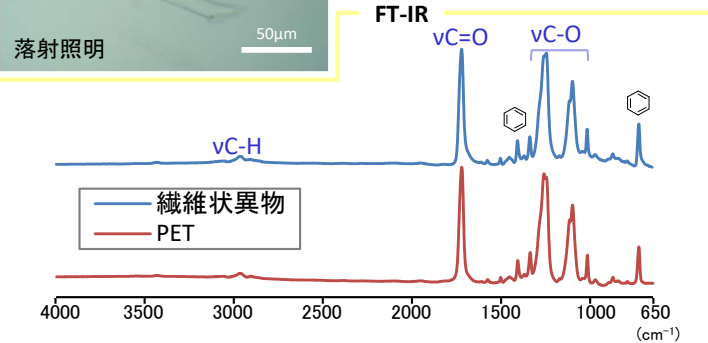
分析事例1: 混入物

製造工程における異物の混入は収率低下に繋がるため、混入原因を早期に突き止めることが重要である。アクリルフィルム中に混入した繊維状異物について、顕微FT-IRとDI-MSにより定性を行った。

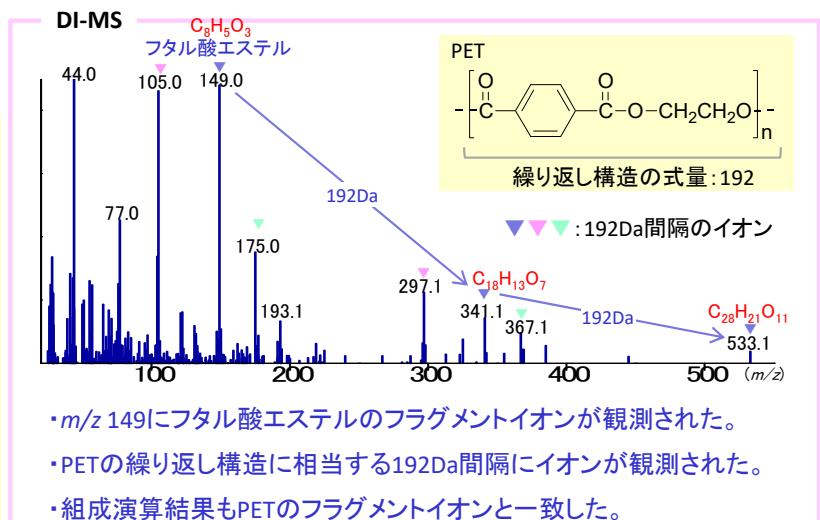
繊維状異物



フィルムから異物を
⇒ マイクロサンプリングして
測定に供した



- ・フィルムから異物のみを単離することができた。
- ・異物のスペクトルはPETの標準スペクトルと一致した。

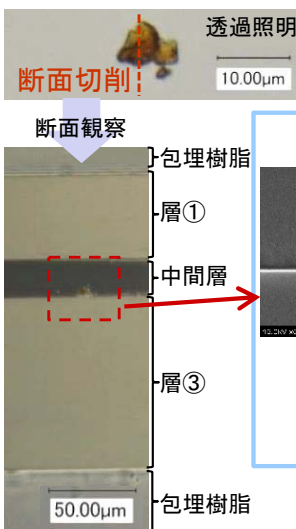


- ・m/z 149にフタル酸エステルのフラグメントイオンが観測された。
- ・PETの繰り返し構造に相当する192Da間隔にイオンが観測された。
- ・組成演算結果もPETのフラグメントイオンと一致した。

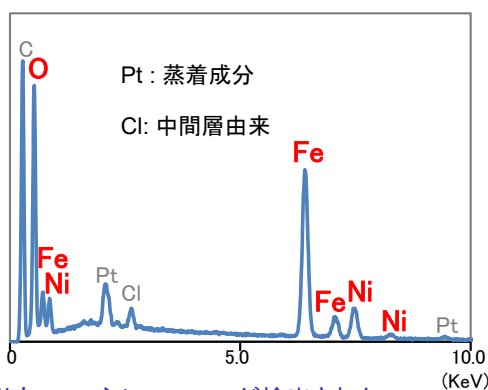
⇒ 定性の結果、繊維状異物はPETと推定され、ポリエステル繊維の混入の可能性が考えられた。IRとMSとのクロスチェックにより、より確度の高い定性結果を得ることができる。

分析事例2: 無機物

異物が無機物の場合は、IRやMSでは有効なスペクトルが得られない場合も多い。3層フィルムの中間層に存在する異物について、SEM-EDXおよび顕微ラマン測定を行った。

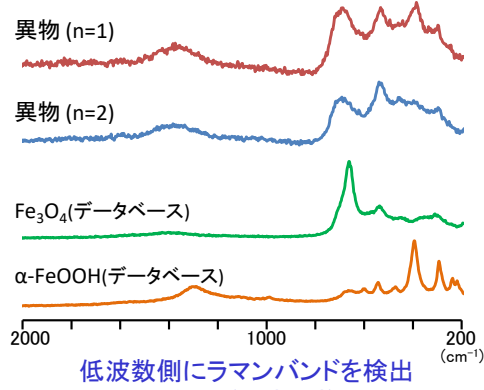


SEM-EDX



異物箇所を測定 → 主にO, Fe, Niが検出された

顕微ラマン



低波数側にラマンバンドを検出
→ 金属酸化物と推定

⇒ 異物はFe, Niを含む金属酸化物であり、金属腐食物(錆)が混入したものと推定された。無機物であれば、異物が1μmφ程度でもSEM-EDXにより元素の定性が可能である。