

TECHNORIDGE

2025 339

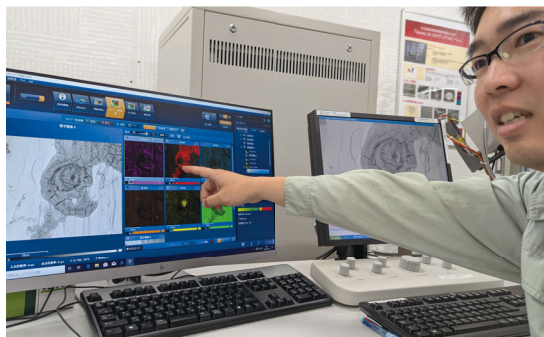


特集

受託試験ご依頼のポイント

TECHNORIDGE

2025 339



目次

巻頭言	2
金属材料の腐食トラブルの相談にあたって	3
食品の微生物試験に関して	4
超伝導核磁気共鳴装置 (NMR) の使用にあたって	5
振動試験、産業用 X 線 CT による非破壊試験について	6
医薬品等に関連する試験依頼時の注意点	7
新人紹介・機器紹介	8

受託試験が失敗に終わらないようにするために

編集担当
内山 真明

当センターでは、製品開発や品質管理を行う上でのお困りごとについて、企業の皆様から日々ご相談をいただいております。こうしたご相談に対し、当センターでは必要に応じて受託試験や設備機器貸付をご提案し、課題解決に向けたお手伝いをしております。

これらの制度を活用することで、技術的課題の解決の糸口となる有用な結果が得られる可能性がある一方で、実施する試験の意味合いや要点を十分理解しておかないと、データの解釈を誤ってしまう場合があります。また、一步間違えると目的に沿った結果が得られず、試験をすべてやり直すことになる場合もあります。再試験を行うとなると時間的、金銭的ロスも大きいですし、少量のサンプルしか得られない場合は、試験のやり直しができないこともあるかと思えます。

このような事態を防ぐために、当センターでは事前に入念な打ち合わせを行い、使用する分析機器の特性等も事前にご説明させていただいた上で具体的な試験方法をご提案させていただいております。センターにお持ちいただくサンプルの取扱いも重要です。異物が混入することにより分析結果に影響が出る場合は、混入防止対策が必要となりますし、分析機器に導入できるよう前処理が必要な場合もあります。サンプルの準備を行う段階から、何に注意しておくべきかご理解いただくことが重要です。

本号では、ご相談いただいた企業の方に日頃お伝えしている重要なポイントについて、具体例を挙げて紹介いたします。事前に重要なポイントについてご理解いただくことで、有用なデータが得られる可能性が高くなると考えます。

本号の紹介記事がご参考になれば幸いです。



DO NOT TOUCH

サンプル表面に指紋が付着すると
分析結果に影響が出るのでご注意ください！



医薬品等の規格基準書
各基準書ごとに試験方法が異なります

金属材料の腐食トラブルの相談にあたって

ものづくり支援部 内山 真明

はじめに

金属材料の腐食トラブルは、機械金属産業のみならず化学産業や食品産業等、あらゆる産業で発生することから、当センターへの相談も数多く寄せられております。腐食トラブルへの対策として、まず腐食を促進させる因子を把握する必要があります。必要に応じて各種分析装置を用いながら腐食因子の調査を行います。適切にサンプルを取り扱わないと、実態に即した結果が得られず、誤った腐食対策になる可能性があります。また、降雨などにより腐食因子が洗い流された場合、分析を行っても腐食が起こった原因がわからない場合もあります。その場合は、依頼者の方から得た情報のみを頼りに腐食対策を検討していくことになります。

本稿では、腐食トラブルに直面した皆様が当センターに技術相談される際、どのような点に注意いただく必要があるかについてご紹介します。

腐食トラブル相談時の注意事項

①情報提供

金属材料の腐食は、水と酸素の存在下で進行することが知られていますが、表 1 に示すように、その他にも多数の腐食因子が存在します。

表 1 腐食に影響を及ぼす因子の一例

カテゴリ	腐食に影響を及ぼす因子
材料	・材料の種類 ・金属組織 ・製造履歴 ・溶接や熱処理の有無 ・形状や構造（すきまの有無、水のたまりやすい形状、異種金属との接合有無など）
環境	・温湿度 ・pH ・付着物（塩分、油、鉄粉等） ・腐食性の高い薬剤（酸、アルカリ、塩素系洗浄剤など） ・汚れ ・腐食性ガス（硫化水素、硫酸酸化物、窒素酸化物など）

腐食トラブルが発生した際は、これらの腐食因子のうち、何が関連して今回のトラブルに至ったのか確認を行うため、必要に応じて各種分析を行います。その際、下記に示すような情報を皆様から聞き取りします。

- ・使用している材料の種類、形状、構造等
- ・使用期間
- ・腐食発生場所、頻度、時期
- ・どのような環境に置かれていたか など

（保管状況、梱包方法、周囲の腐食因子等）

腐食した材料に関する情報も重要ですが、材料が置かれていた周囲の状況も重要な情報です。これら情報についても可能な限り事前に確認しておいてください。

②サンプルの取扱いについて

腐食した金属材料の分析を依頼される際、サンプルは素手で触らないようにしてください。素手で触ると、皮脂や微量の塩分等がサンプル表面に付着してしまうため、腐食因子の分析を行った際に、それが元々サンプル表面に付着していたものか、あるいは素手で触れたために付着したものか区別がつかなくなるためです。サンプルの腐食状況を確認するため、社内で複数の方がサンプルを手にとって観察することがよくあると思います。そのため、サンプルを手にとるときはゴム手袋等を着用する、あるいはあらかじめチャック付きの袋等に保管するなどの対処を行ってください。（図1参照）



図 1 サンプル保管方法の一例

また、サンプルの一部を切断する際は、付着物の流出防止のため冷却水等はかけないでください。さらに、切断時に発生する切粉等がサンプル表面に付着しないよう、腐食箇所をアルミホイル等で覆い、マスキングテープ等で固定してから切断を行ってください。

なんらかの液体を貯蔵していた金属容器が腐食した場合は、貯蔵していた液体を回収し分析を行うことで、有用な情報が得られる場合があります。その場合は、適切な容器に液体を入れ、空気が入らないようにして保管しておいてください。

おわりに

本稿では、金属材料の腐食トラブルについてご相談いただく際の注意事項についてご紹介しました。お電話や対面での技術相談だけでなく、実際に職員が現場を訪問し、腐食原因の調査を行うことも可能です。ご不明な点等ありましたら、まずはお気軽に当センターまでご相談いただけたら幸いです。

食品の微生物試験に関して

食品開発部 東裏 典枝

はじめに

微生物試験は、食品中の微生物（細菌、カビ、酵母など）の有無や種類、量を調べる試験です。品質管理や賞味期限設定の根拠になる試験であるため、新しく開発した加工食品を販売する時に必要となります。加工食品にとって「味や見た目」は重要なファクターですが、それらを優先した結果安全性を失えば、最悪の場合人の命に係わる重大な事件を引き起こしてしまいます。当センターでは、微生物試験により食品の「衛生管理」を確認するお手伝いをさせていただいています。

微生物試験を始める前に

空気中にも私たちの手にも、微生物は潜んでいます。このため、微生物試験を実施するサンプルは未開封のものでなくてはなりません。また、新製品等の賞味期限を設定する場合は、原則、材料・加工工程（レシピ）・包装形態等が決定してからの試験となります。加熱温度を1℃変えるだけで殺菌効果が著しく変化してしまいますし、包装容器の素材によって空気透過性や気密性が異なるため、微生物の増殖に影響を与えるからです。

では、残念なことに新製品にたくさん菌が出ってしまった場合はどうすればいいでしょうか。商品化を断念するのも選択肢の1つではありますが、下記の点を改めることで微生物数を制御することができるかもしれません。

- ・製造工程を含む殺菌の方法
- ・製造環境
- ・保管方法
- ・輸送方法 等…

これらの情報は、製品の衛生管理上、製造者が把握しておくべき情報になります。そのため、当センターにご相談をいただく際には、上記の情報も併せてお持ちいただけますと幸いです。

賞味期限の設定

賞味期限は、「客観的な指標」として、理化学試験、微生物試験、官能検査などを指標にして期限を決めることとなっています。¹⁾ このうち本稿では微生物試験について留意点を紹介します。

微生物試験で賞味期限を設定する際は、設定したい期間よりも長く保存し、その日数に1未満の「安全係数」をかけた期間を設定する必要があります。

例えば、賞味期限を1年に設定したい場合、365日＝安全係数(0.8の場合)×457日となりますので、457日間保存した製品で微生物試験を行い、微生物汚染が基準以下であることを確認します。このとき、457日後のみの試験に頼ってしまうと、万が一悪い結果が出た際に、試

験のやり直しにかかる期間が長くなってしまいます。特に、製造直後の段階で既に微生物が繁殖していると、その時点で全行程を見直さなければならなくなるので、製造直後の製品は必ず試験していただければと思います。効率よく微生物試験を行うためには、図1に示すように、設定したい期間の間に数回試験することをおすすめします。このため賞味期限を設定する際には、製造直後の製品を試験用として複数個保管しておいてください。

【賞味期限1年の場合】

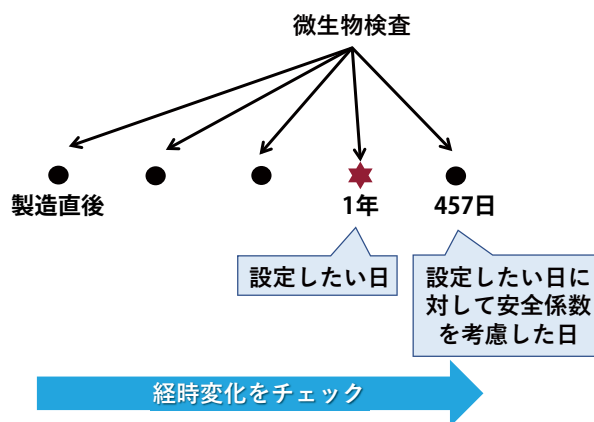


図1 賞味期限設定と微生物試験

おわりに

微生物は、私たちの暮らしの中から切り離せるものではありません。完全に無菌の食品を製造しようとすれば、味や見た目が損なわれる場合が多くあります。安全においしく食べられる製品を作るには、それらのバランスを調整する必要があります。食品として問題ない程度の微生物量であることはもちろん重要ですが、味や見た目、食感などの劣化がないか、ご自身で確認いただくことも重要です。

当センターで実施している微生物試験は、月・火・水（午前中）に限らせていただいております。試験方法にもよりますが、液体の場合 60ml、個体の場合 20g 以上が必要量となります（少量のサンプル量しかご準備できない場合はご相談ください）。製品によって、微生物試験の種類や試験にかかる期間、保管方法など注意点がございますので、まずはお電話にてお気軽にご相談ください。

[参考文献]

- 1) 消費者庁ホームページ
食品期限表示の設定のためのガイドライン
https://www.caa.go.jp/policies/policy/food_labeling/food_labeling_act/assets/food_labeling_cms201_250328_1029.pdf

超伝導核磁気共鳴装置 (NMR) の使用にあたって

化学技術部 馬場 竜希

はじめに

超伝導核磁気共鳴装置 (NMR) は、有機化合物の構造分析に活用される最も代表的な装置の1つです。当センターでは、AVANCE III HD 400 (Bruker 社製) を保有しています。テクノリッジ 337 号では NMR の基本的な測定方法等をご紹介しましたが、今回は受託試験ご利用時における注意点をご紹介いたします。

測定できること

NMR では、溶液状態ならびに固体状態での測定が可能です。溶液 NMR では、一般的な ^1H 、 ^{13}C の 1D 測定をはじめ、2D 測定や多核測定が可能です。

試料調製

試料調製での注意点は、重溶媒の種類、サンプル量と溶解性を確認することです。溶液 NMR では不溶成分を含む懸濁したサンプルを用いると、正確なスペクトルが得られません。予めサンプルが均一に溶ける条件のご確認をお願いいたします。

また良好なスペクトルデータを得るには、適切な濃度で試料を調製する必要があります。図1のように、希薄な溶液では十分な強度が得られません。一方、高濃度な試料では明瞭なスペクトルデータが得られない上に、分子間の相互作用によりピークの位置 (ケミカルシフト) が変化する場合もあります。

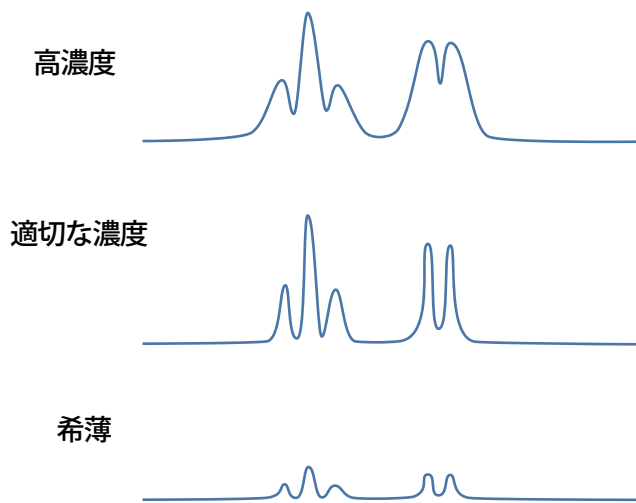


図1 電子線照射により試料から発生する信号

適切なサンプル量は、小分子かポリマーかで異なります。一般的な小分子の場合、 ^1H NMR 測定で 10mg/0.5mL 程度の濃度があれば十分です。 ^{13}C

NMR 測定では、 ^{13}C が ^{12}C と比べて天然含有量が少ないため、 ^1H NMR よりも多くのサンプル量が必要となり、50mg/0.5mL の濃度であれば良好なスペクトルが得られる場合が多いです。一方、ポリマーは分子量が大きいため、小分子よりも必要なサンプル重量が増えます。

データ解析

同じ化合物を測定する場合でも、重溶媒の種類によってサンプルの溶媒和の状況が異なるため、ケミカルシフトが異なります。反応前後での確認や文献データとの比較においては、同じ重溶媒を使用して測定する必要があります。

^1H NMR であればピーク面積 (積分値) から、各プロトンの比率を算出できます。ただし、異なる性質の炭素 (芳香族炭素や脂肪族炭素など) に結合しているプロトン間では、その比率に多少のずれが生じます (例えば、理論値では 1:2 であっても、実測値では 1:1.8 で検出されるなど)。また、ベースラインの歪みによっても積分値にバラつきが生じることを念頭に置くほうがよいでしょう (図2、エチルベンゼン)。

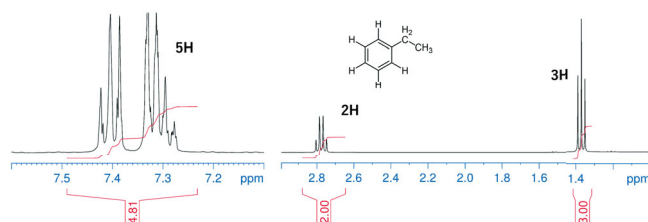


図2 エチルベンゼンのプロトン比

通常の ^{13}C NMR では、ピークの積分値に定量性はありませんが、「定量 ^{13}C NMR」の測定によって積分値の議論が可能になります。一方で、十分なピーク面積を得るために多量のサンプル (200 ~ 500mg/0.5mL) が必要になります。

データ解析にあたっては推定でもよいので、主生成物の化学構造、副生成物の有無など、詳細情報のご提供とともに、ご希望があれば積分値の基準としたい構造部位をご指定ください。

おわりに

本稿では、NMR の受託試験・設備機器貸付での注意点についてご紹介しました。ご不明な点等ございましたら、化学技術部までご連絡ください。

振動試験、産業用X線CTによる非破壊試験について

ものづくり支援部 小石 英之 花坂 寿章

はじめに

機械等の品質管理や故障分析に活用できる試験として、振動試験や産業用 X 線 CT による非破壊試験があります。本稿ではものづくり支援部で依頼の多いこの2つの試験について、これらの試験内容とご依頼の際に確認いただきたい点について紹介します。

振動試験について

(担当：小石)

振動試験は、製品が振動にどれだけ耐えられるか、壊れずに性能を保てるかを確認するための試験です。この試験は、輸送や使用中の環境を想定して、製品や部品がどのような振動に耐えられるのかを確認できます。例えば、製品が輸送中に受けるランダムな振動に対する破損や機能の低下、一定の振動が続く環境における金属疲労による部品の寿命推定、共振周波数の探索等を行うことができます。試験中に試験品にセンサを取り付けて、実際にかかっている振動の測定を行うこともできます。

振動試験の結果を分析することで、製品のどの部分が弱点となっているか、どのような改善が必要かを明確にすることができます。例えば、振動に弱い部分が見つかった場合、その部分を強化したり、製造過程を見直したりすることができます。これにより、より高品質で耐久性のある製品づくりに貢献できます。

振動試験の実施にあたって

振動試験を実施する際には、試験品の設置方法が重要です。模擬したい環境に応じ、バンドやボルト等の固定方法の選択や治具の使用を、試験を依頼される方からご指定いただけます。その他、振動条件として下記情報または規格試験の番号等をご連絡ください。

- ・振動加速度 ・周波数
- ・変位量 ・振動時間
- ・試験品の寸法及び重量 等…

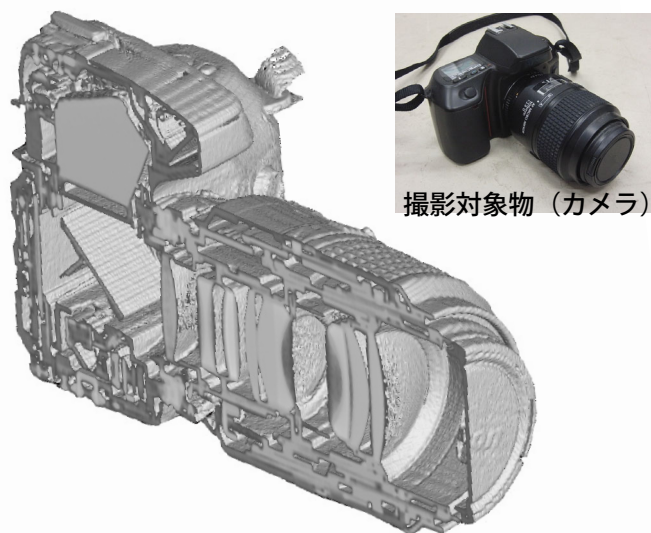
なお、当センターには各専門分野の職員が在籍しており、振動試験で明らかになった課題についても、技術的な検討や対策を一緒に進めることが可能です。

産業用X線CTによる非破壊試験について

(担当：花坂)

X 線を使用した非破壊試験は、X 線を対象物に照射し検出器で画像化することで、モノを壊さずに内部の構造や欠陥を観察することができます。さらにX線CTで

は、物体をスライスしたような断層撮影が可能で、撮影した画像をコンピューター処理することで、3次元画像を得ることができます。(図1)



撮影対象物 (カメラ)

図1 産業用 X 線 CT による撮影例

産業用X線CTによる非破壊試験の実施にあたって

当センターの産業用 X 線 CT (東芝 IT コンロールシステム株式会社製 TOSCANER-24500twin) は、X 線透過能力が鉄で 100 mm、アルミで 300 mmあり、撮影エリアもφ600 mm ×H600 mmと大きな試験品に対応しています。主に、アルミダイカストや鋳物などの製品観察に適しています。ただ、この X 線撮影では X 線が対象物を透過しないと内部の画像を得ることができないため、試験品が撮影エリアに納まっても観察できないモノもあります。また、装置の空間分解能により、求められている画像が得られるとも限りません。当センターで非破壊試験をご検討される場合は、試験品の大きさ、材質、どの部分を観察したいかなどの情報をご提示ください。撮影に関しては、当センター YouTube 動画でも紹介していますので、参考にいただければと思います。



おわりに

どちらの試験も実施する前に、担当者との事前相談が必要です。技術相談については無料で承っておりますので、ものづくり支援部までお気軽にお問合せください。

医薬品等に関連する試験依頼時の注意点

薬業振興部 辻 昌吾

はじめに

薬業振興部には、医薬品等の関連企業から、「ある化合物の試験をしてほしい」といった相談が寄せられます。実際に依頼された試験を実施するためには、様々なことを確認する必要があります。

本稿では、お問合せの前にご確認いただきたい点、ご準備いただきたいものなどについてご説明します。

試験方法について

表1に示すように医薬品等に使用される成分に適用する規格は様々な規格基準書に記載されています。まず、対象の化合物をどの基準書に基づいて試験するかをあらかじめご確認ください。

例えば、アスコルビン酸の試験をする場合、アスコルビン酸は、日局、外原規、食添（表1の略名参照）に記載されています。従って、どの基準書に基づいて試験をするかにより、試験方法や規格幅が変わります。乾燥減量を例にすると、日局では、0.20%以下（1g, シリカゲル, 24時間）、外原規では、0.5%以下（1g, 減圧, シリカゲル, 4時間）、食添では、0.4%以下（減圧, 3時間）といったように試験方法と規格幅が異なります。外原規の試験方法で実施すべきところ、日局の試験方法で実施してしまった場合、得られた結果の数値は全く意味のないものになってしまいます。

また、試験方法で紛らわしい一例として、ヒ素試験法が挙げられます。ヒ素試験法は、日局では第1法から第5法まで、外原規では第1法から第4法まで記載されています。日局と外原規では、第1法から第3法は同じ方法ですが、日局第4法は外原規第3法の注意書きの方法に該当し、日局第5法は外原規第4法に該当します。従って、ヒ素試験法第○法というだけでなく、どの基準書に従うかを正確にお教えいただく必要があります。

標準品、試薬について

日局の試験において、△△標準品と記載のあるものは、一般的な試薬メーカーで販売されている試薬ではなく、「日本薬局方標準品を製造する者の登録に関する省令（平成19年厚生労働省令第117号）」に基づき、厚生労働大臣の登録を受けた者が製造する日本薬局方標準品を使用しなければなりません。また、定量用□□と記載のある試薬は日本薬局方標準品としては販売されていませんが、試薬・試液の項に記載のある規格に適合したものを使用する必要があります。その他試薬についても同様です。

従って、各基準書に記載されている規格に適合する試薬が入手できない場合には、別途試薬の規格を確認するための試験も必要になります。

当センターでは、一般的な試薬は保有していますが、標準品や特殊試薬はご準備いただく必要がありますので、事前にご相談ください。

その他ご準備いただくもの



液体クロマトグラフィーやガスクロマトグラフィーの試験の場合、カラムが必要です。当センターでも一般的なカラムは保有していますが、特殊なカラムは保有していませんので、カラムについても事前にご相談ください。

おわりに

医薬品等に関連する試験では、決められた試験方法で実施しなければならない場合が多くあります。そのため、当センターでは、皆様にとって本当に必要となる試験が実施できるよう、ご依頼内容を詳細に確認させていただきます。

また、各規格基準書については、厚生労働省のホームページ等に掲載されていますので（表1の二次元コード参照）、あらかじめ試験方法を十分ご確認ください。

表1 医薬品等の規格基準書等

名称	日本薬局方	日本薬局方外 医薬品規格	日本薬局方外 生薬規格	医薬品添加物 規格	殺虫剤指針	医薬部外品 原料規格	食品添加物 公定書	医薬品等 製造販売承認書
略名	日局	局外規	局外生規	薬添規	—	外原規	食添	—
掲載先								—

薬務課

薬業振興部

氏名(職名): 辻和成(副主査研究員)
 専門分野: 医薬品等分析
 抱負: 県内産業の発展に貢献できるように精一杯努めてまいります。

健康福祉部

薬業振興部

氏名(職名): 樫山貴子(副主査研究員)
 専門分野: 医薬品等分析
 抱負: 県内産業の更なる発展に役立てるよう頑張っております。

農林水産部

食品開発部

氏名(職名): 山崎俊紀(研究員)
 専門分野: 植物生理学
 抱負: 現場での活動経験を活かし、県内食品産業の発展に貢献できるよう尽力いたします。

新規採用

地域資源部

氏名(職名): 山本歩美(研究員)
 専門分野: 機械工学・複合材料
 抱負: 県内産業の発展に貢献できるよう頑張りたいと思います。

新規採用

ものづくり支援部

氏名(職名): 熊野有真(研究員)
 専門分野: 情報処理・画像処理
 抱負: 研究員として力になれるよう頑張っております。

機器紹介

事業名: 2024年度機械振興補助事業(公益財団法人JK A)
 機器名: 自動燃焼装置付イオンクロマトグラフ

●この機器の仕様は?

○製品名(メーカー)

イオンクロマトグラフ Inuvion RFIC (サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社)
 自動燃焼装置 AQF-5000H (日東精工アナリティック株式会社)

○仕様

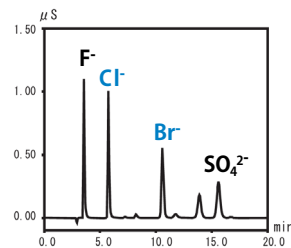
イオンクロマトグラフ

- ・溶離液: KOH (溶離液ジェネレーター)
- ・カラムヒーター温度: 室温+5°C~60°C
- ・検出器: 電気伝導度検出器、UV検出器
- ・注入量: 25~500μL
- ・グラジエント溶出法、マトリックス除去法、濃縮導入法による分析が可能

自動燃焼装置

- ・最高加熱温度: 1100°C
- ・燃焼ガス: アルゴン及び酸素の混合ガス
- ・試料形態: 固体、液体

KEIRIN



●この設備の特徴・用途は?

○特徴

化成品、天然物、高分子、複合材料及び機械・金属材料等に含まれるハロゲン及び硫黄、液体試料中に含まれる陰イオンの定性・定量分析を行うことができます。

○用途

製品・部素材中のハロゲン、硫黄、陰イオン汚染物質、ギ酸、酢酸等の分析

※当センターでは陽イオンの測定も可能です。

技術情報誌
 編集・発行 / テクノリッジ
 和歌山県工業技術センター
 和歌山市小倉60番地

発行日 / 2025年7月18日
 TEL / 073-4477-2880
 FAX / 073-4477-010

印刷 / 御坊市 隆文社印刷所
 TEL / 0738-22-0115