

材料解析のためのアドバンストキャラクターゼーションに関する研究（第1報）

—赤外吸収スペクトルデータベースの構築—

機械材料科 材料スタッフ 吉岡正行 植松俊明 佐藤憲治*

Study on Advanced Characterization for Analysis of Industrial Materials (1st Report)

-The Construction of Infrared Spectrum Database for Industrial Materials-

Masayuki Yoshioka, Toshiaki Uematsu and Kenji Sato

1. はじめに

赤外分光分析（Infrared Spectroscopy；以降IR分析）は、物質（現在の対象は主に有機・高分子化合物）に赤外線（通常、波長で $2.5\mu\text{m}$ ～ $25\mu\text{m}$ 程度）を照射した際、その物質を構成する分子の固有振動の周波数域が吸収されるという原理により、構造に特有のスペクトルを得ることで物質を同定する分析方法である。

当センターには企業からの有機系異物・未知試料の同定に関する依頼・相談が多いが、近年のIR分析装置のデータベース検索機能の充実により、単体のプラスチック、繊維、エラストマー等の固体試料由来であれば、同定は比較的容易である。

しかし現場や市場にはオイル・グリス、接着・粘着剤等の液体・流動性材料が数多く存在し、それらは実際には数種以上の有機物からなる混合物であることの方が多く、またメーカー事情からか分子結合・構造、組成に関する情報も少ないので単体情報を集めた市販のデータベースでの同定は困難である。

さらに異物となる可能性のある人体由来物（フケ、だ液、血液等）、植物・生物、飲食品等に至っては、実用的赤外スペクトルデータ情報は見当たらない。

現実的には、出荷前の製品中に発見された異物は、その製品の製造・流通工程に存在していた材料・物質から混入した可能性が高いはずであるから、極論すれば異物の正確な化合物名や、何と何が混ざっているかわからないままでも、とにかくIRデータ（赤外吸収スペクトル）が“酷似”しているモノがあるか否か、そしてあった場合、どの材料なのかを迅速に判定することが企業にとっては重要である。

そこで予め種々の“現実的な”材料のIRデータをデータベースに登録しておくことで検索・同定作業の効率が顕著にアップすることが期待される。

本報では、所有するIR分析装置に附属するオリジナルデータベース作成・管理機能の有効活用による有機系異物解析の有用性向上について報告する。

2. 方法

2.1 試料収集

前述のとおり、ある異物が製造、梱包、保管等のいずれかの段階で製品に混入した可能性が高い場合には（もちろん購入した資材・原料に既に含まれていたというケースも多いが）、製品自身のバリや研磨粉、添加剤の凝集・析出、防錆剤、切削液、離型剤等の加工剤、ラインの機械オイル・グリス類、天井・床の塗料、壁材、梱包材、従業員の衣類・毛髪や休憩時間に口に入れた飲食品に至るまで、現場に存在する有機系材料・物質全てが対象である。

当センターにIR分析装置の利用のため来所された企業の方に本取り組みの主旨・目的を説明し、データベースの作成に賛同いただいた方にサンプル瓶をお渡しし、登録しておきたい試料とそれについての詳しいデータ（商品名・型式、メーカー名、化合物名、使用目的、etc.）を各社の判断で可能な範囲で提供いただいた。

著者らも独自に身近な材料や物質（飲食品、文房具類、人体構成物、etc.）を採取・入手した。

その結果、本年度末時点で13社209試料329データ、著者らで70試料80データの合計279試料409データを登録することができた。

*) 現 機械材料科長

2.2 分析・登録

フーリエ変換赤外分光光度計として日本分光(株)製 FT/IR-4200&IRT-3000 を用い、附属のデータベース作成・管理ソフト KnowItAll (TM) Infomatics System を使用した。

固体材料はメスで微小片にしてから KBr 錠剤で成膜保持して透過モード測定を、液体・流動性材料はステンレス板の上に少量乗せ反射モード測定を行った。またゴム・エラストマー系の試料については顕微 ATR 法にて測定した。

また、同一試料でも厚さによってスペクトルの“見た目”が顕著に変わることがあり、実際に検索精度も低下することがわかっている。

異物試料は提供されたままの状態(厚さを調整できない)で分析することも多いことから、検索精度を上げるために各試料における理想的な厚さの箇所を中心として、それよりも厚い箇所と薄い箇所(任意)を測定し、別のスペクトルデータとして登録した。

登録データの名称は、セキュリティを考慮し「提供機関番号-試料通し番号-分類記号-測定モード(例:00-001-Ho-T)」というような名称にした。

3. 結果

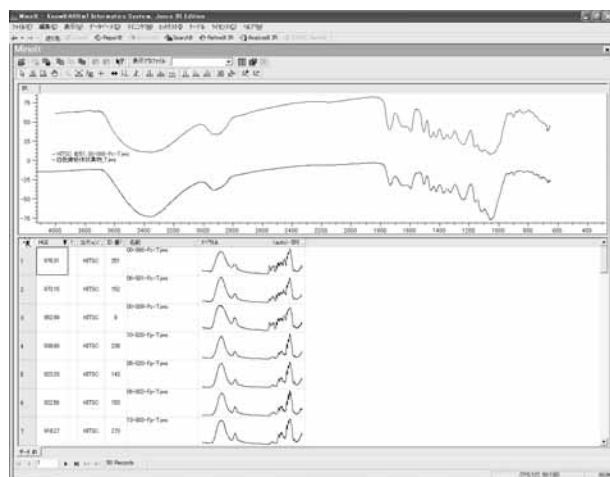


図1 データベースによる検索結果の例

図1に、今回登録したデータを含むデータベースによる検索の例を示す。図中上方に、オフセットで表示されている2つの赤外吸収スペクトル(縦軸は透過率: T [%])。オリジナルデータはそれに対応するABS(吸光度)表示で保存されているのうち、下側はある企業から持ち込まれた白色微粉体状異物の

スペクトルデータ、上側は“似ている度合い”を表す「HQ I 値(最高 999)」が最も高い(978.3)と判定された「木材」のスペクトルデータであり、酷似していることがわかる。2位は「木屑(きくず)」、3位以下は、材料袋、綿軍手、紙と、精製によってピーク形状がセルロース(繊維素)に近づくにつれ順位が下がることが、異物がそれらの原材料である「木材」であることを強く支持する結果となっている。

この例以外にも登録データがサーチヒットリストの上位に現れることが多く、既存の12234データに対してたったの409データではあるが、極めて有用なデータベースとなっている。

4. まとめ

ソフトに附属のデータベース作成機能を活用し、当センターオリジナルのデータベースを作成した。

十数社の企業から提供された材料は各分野における工業的流通の実績があり、具体的には、フォトリソグラフィ関連、表面処理剤、各種繊維、食品、塗料、エラストマー、特殊な潤滑材や接着剤等、著者らでは簡単には入手できないものが多く含まれ、現場に即した物質・材料を揃えることができた。

分析依頼者自身の提供品の登録データ中にその時持ち込んだ異物のスペクトルと酷似するものが無く、代わりに他社登録品がサーチヒットリストの上位に挙げられた際には「お客様の登録したものの中には今回の異物と酷似のデータは無いようですが、〇〇系の×××剤に分子構造は似ているようです」という表現にはなるが、アドバイス可能と考えている。そこまでわかるだけでも、ビジネスの停滞が最小限に抑えられることが期待できるからである。

今後も企業から提供されるデータを随時追加登録し、有効活用を進めていくと同時に、分析をしていく中で得られた知見の蓄積やXRF-EDX(エネルギー分散型蛍光X線)分析による元素情報も組み合わせ、解析精度の向上に努める。

謝辞

本研究の実施にあたり、貴重なサンプルとそれに関連する情報をご提供いただいた企業の皆様及び各種ご指導をいただきました日本分光(株)・ジャスコエンジニアリング(株)のご担当者に感謝申し上げます。