

材料解析のためのアドバンストキャラクタリゼーションに関する研究 (第3報)

— 赤外分光分析による無機化合物の解析と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 菊池圭祐

Study on Advanced Characterization for Analysis of Industrial Materials (3rd Report)

-The Analysis and Construction of Database for Inorganic Compounds by Infrared Spectroscopy -

Masayuki Yoshioka, Toshiaki Uematsu and Keisuke Kikuchi

1. はじめに

前報では赤外分光分析 (Infrared Spectroscopy ; 以下 I R と表記) の従来の使用目的である有機・高分子化合物の同定のための検索機能の実用性・有用性を高めるため、企業で使用している有機系材料の赤外吸収スペクトルデータを装置付属のユーザーデータベースに登録した (13社・279試料・409データ)。それらは現在、異物・未知試料の同定に関する依頼分析・指導業務に極めて効果的に機能している。

一方で、異物・未知試料の中には有意な量 (割合) の無機化合物を含むものや、主成分が無機化合物であるものも多く存在するが、それらの無機化合物がどのような化合物であるかを“簡便・迅速”に知るための装置や手法は少なく、さらに試料量が微量であると困難を極める。例えば微小異物の元素分析の結果 Ca、C、O が検出された場合、「炭酸カルシウムが含まれている可能性」、「C は有機物由来で、無機物は水酸化カルシウム」といった推測しかできなかった。

そこで本報では無機化合物の解析に I R を利用することを試みた。数少ない文献・資料から、無機化合物の赤外吸収スペクトルはピーク本数が少なくブロードで、また酸化物のように、I R で扱う中赤外域 (λ : 2.5~25 μ m 程度) に吸収自体を持たない化合物も多いことなどがわかっており、実施には困難が予想されるが、新しい試みとしての意義・効果は大きいと考える。

実際の応用としては、オートバイ・自動車等の輸

送用機器のスイッチ類に生じた導通不良・動作不良の際に多く認められる、接点・端子部品表面の生成物やパッケージ内に存在する化合物から得られる情報から、不具合原因を知るという場面に応用できる。

今回はまず、I R による無機化合物の解析とその有効性について検討したので報告する。

2. 方法

2.1 試料

まず純度の高い試薬を分析することで無機化合物の赤外吸収スペクトルについて整理するため、身近な元素である Si、Ca、Mg、Na、Al、Zn、Cu、Ni、Fe 等からなる各種化合物の中から、任意に 47 試料を入手し、合計 48 データを取得した。

2.2 分析・登録

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

全ての試薬は分析直前に乳鉢ですりつぶし、そこから微量を取り出し、KBr 錠剤で成膜保持して透過モード測定を行った。全ての試薬が未開封のものというわけではないので、データベースの備考欄にはその旨を記載した。

3. 結果

図 1 に、スーパーエンプラ試料の赤外吸収スペクトル (図中(a)) と、それについてサーチ機能で検索

【ノート】

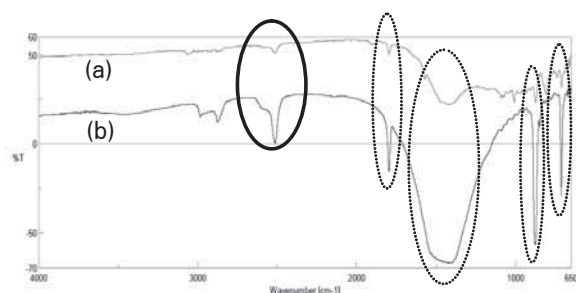


図1 IRサーチによる同定・定性結果の例①

結果の信憑性を表す「HQI値（最高999）」が高いと判定された、炭酸カルシウムを測定して得られたスペクトル(図中(b))を示す。

炭酸カルシウムはゴムや樹脂への充填剤・添加剤や化粧品原料、食品添加物等として広く使用されている無機化合物である。そのIRスペクトルは特徴的な吸収波形を示す。図中、楕円で囲んだピークの類似性から、この樹脂には炭酸カルシウムが含まれていることがわかる。また蛍光X線による元素分析からもCaの存在は確認している。特に太線で囲んだ、高波数側にショルダーを持つピークの存在は、有機化合物ではその波数位置に吸収ピークをもつものが無く、炭酸カルシウムの存在を強く示唆している。

図2(a)は、加工食品中に発見された異物の赤外吸収スペクトルであり、(b)は比較として「砂」の中から選んだ、(a)と色相や外観的特徴の良く似た粒子のスペクトルである。蛍光X線分析によって両者とも主成分元素はSiであることを確認している。

波形全体が似ていることと、特に楕円で囲んだ部分の特徴的な波形が酷似していることから、両者の分子構造は極めて似ていることが示唆される。

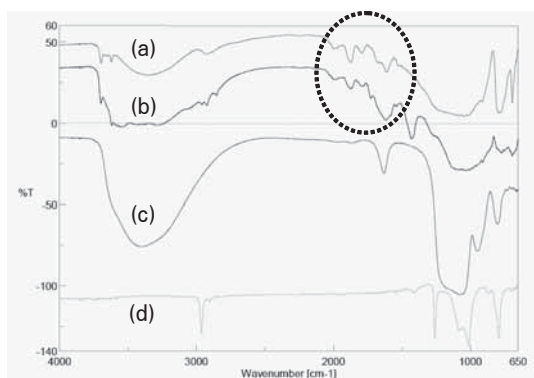


図2 IRサーチによる同定・定性結果の例②

参考までに、Siを主成分元素とする代表的な材料として、図中(c)は乾燥剤のシリカゲルのデータ、そして(d)はシリコングリスのデータであるが、両者

のスペクトルは異物のものとはあまり似ていないことがわかる。

土・砂成分が異物として不具合にかかわった事例は多くあると考えられるが、その時の見解は、元素分析でSi、Ca、Al、Fe、K、Mg等が検出され、また、硬く脆い等の理由で「土・砂の可能性はある」というところまでだったのではないかと思われる。

今回、異物と土・砂に含まれる成分の赤外吸収スペクトルが似ていることがわかったという例は、技術相談等の実務で極めて有効に活用できると考えられる。それは、学術的・地質学的な「土・砂」に関する知識や理解（粘土・長石・珪石等の構成元素・結晶構造・化学量論組成、非晶質成分の問題、地域的特徴、etc.）は必要なく、酷似するデータがあって、それが土・砂であるという情報は、早急な報告・対策に着手しなければならない企業の技術者・品質管理者にとって極めて重要であるからである。

このことは前報でも報告した、ある異物が人体老廃物（フケ・アカ、etc.）であることを理解するためにケラチン、セラミド、コラーゲンといった皮膚を構成するタンパク質について、必ずしも正確で詳しい知識が必要で無いことと同じである。

4. まとめ

これまで、無機化合物からなる微小異物の分析は元素分析まででとどまることが多かったが、今回、IR分析による無機化合物データ・情報の取得により、同定・解析力が飛躍的に向上し、既に実際の依頼試験・技術相談で有効に活用されている。

次年度にはスイッチ部品、接点・端子部品をモデル化したものを種々の腐食環境に晒し、発生させた生成物のIRデータの取得と、それに微小部X線回折測定による結晶構造解析とを組み合わせた複合解析にも着手し、より多くの不良・不具合原因の解明に役立てていく。

謝辞

本研究の実施にあたり、貴重な情報をご提供いただいた日本分光(株)・ジャスコエンジニアリング(株)のご担当者様に深く感謝申し上げます。