

Application News

No. A488

光吸収分析
Spectrophotometric Analysis

赤外分光光度計 (FTIR) と蛍光 X 線分析装置 (EDX) の組み合わせによる樹脂中の無機系添加剤の分析

Analysis of Inorganic Additives in Resin by FTIR and EDX

添加剤は、材料に機能性、加工性、安定性などを付与して製品の品質を向上させるものです。電子機器、食品、医薬品、化粧品、プラスチックなど幅広い製品に利用され、付加価値を高める重要な役割を担っています。

添加剤の分析においては、有機系添加剤か無機系添加剤かによって、分析のアプローチ方法が異なります。有機系添加剤の場合には、前処理で添加剤を抽出し、抽出したのについてクロマトグラフィーにより各成分に分離後、分離した成分ごとに適した分析機器を用いて定性を行うのが一般的な手法です。一方、無機系添加剤の場合には、元素分析と赤外分光分析あるいは形態観察などの結果から総合的に判断して物質を同定します¹⁾。

ここでは、FTIR によって有益な情報が得られる代表的な無機系添加剤の分析例と、FTIR と EDX による無機系添加剤を含んだ樹脂の分析例をご紹介します。

R. Fuji

■ FTIR による無機系添加剤の分析

Analysis of Inorganic Additives by FTIR

FTIR は主に有機分析に用いられますが、無機系添加剤の中にも FTIR による分析で有益な情報を得られるものがあります。

今回はダイヤモンドプリズムを用いた一回反射 ATR 測定を行いました。FTIR による分析の条件を Table 1、添加剤として用いられる四種類の物質 (ケイ酸アルミニウム、水酸化アルミニウム、ケイ酸マグネシウム、炭酸カルシウム) の赤外スペクトルと注目すべきピーク位置を Fig. 1 ~ 4 に示します。

無機系添加剤のスペクトルの特徴は、低波数側に比較的幅広い形状をしたピークが現れることです。さらに、Fig. 1 ~ 3 のように、高波数側にも特徴的なピークをもつ場合があります。この場合は、FTIR の結果だけで定性することも可能です。

Table 1 FTIR 分析条件
Analytical Conditions

Instruments	: IR Tracer-100, Quest, Diamond
Resolution	: 4.0 cm ⁻¹
Accumulation	: 40
Apodization	: Happ-Genzel
Detector	: DLATGS

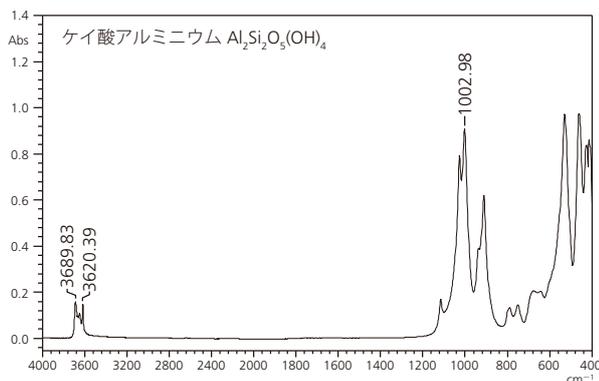


Fig. 1 ケイ酸アルミニウム (カオリン) の赤外スペクトルとピーク位置
IR Spectrum and Peak Position of Al₂Si₂O₅(OH)₄

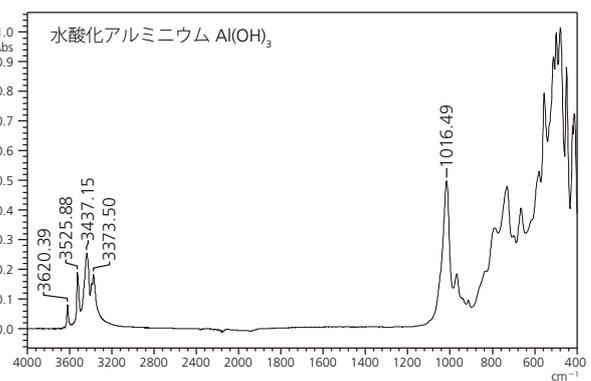


Fig. 2 水酸化アルミニウムの赤外スペクトルとピーク位置
IR Spectrum and Peak Position of Al(OH)₃

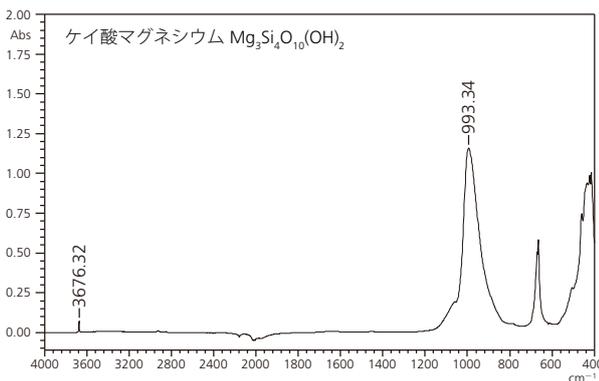


Fig. 3 ケイ酸マグネシウム (タルク) の赤外スペクトルとピーク位置
IR Spectrum and Peak Position of Mg₃Si₄O₁₀(OH)₂

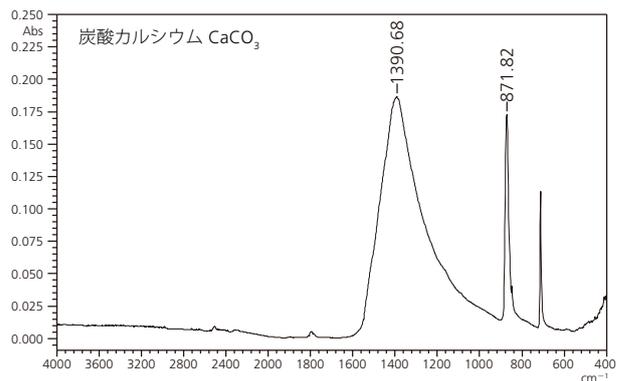


Fig. 4 炭酸カルシウムの赤外スペクトルとピーク位置
IR Spectrum and Peak Position of CaCO₃

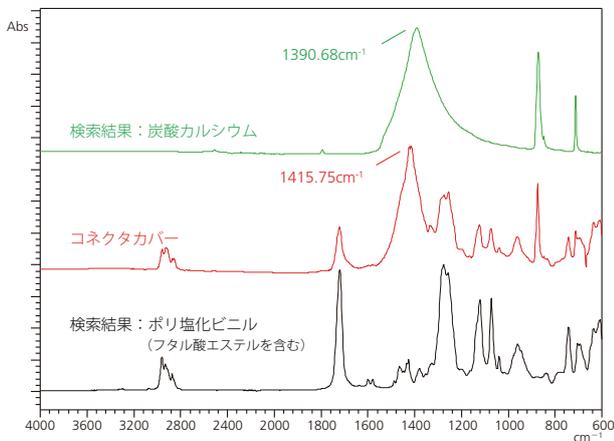
樹脂に含まれる無機系添加剤の分析

Inorganic Additives in Resin

無機系添加剤が含まれる試料として、コネクタカバーの分析を行いました。Fig. 5 に試料写真、Fig. 6 に FTIR による分析結果を示します。



Fig. 5 コネクタカバー
Connector Cover



島津標準ライブラリによる検索結果
 ・ Polyvinylchloride with Phthalate / ポリ塩化ビニル (フタル酸エステルを含む)
 ・ Calcium Carbonate / 炭酸カルシウム

Fig. 6 コネクタカバーの赤外スペクトルと検索結果
IR Spectra and the Search Results of FTIR

Fig. 6 の赤外スペクトルと検索結果から、コネクタカバーは主にフタル酸エステルを含むポリ塩化ビニル (polyvinylchloride, PVC) であることがわかります。さらに、得られた赤外スペクトルには 1415 cm⁻¹ 付近のピークがあり、そのピーク位置から添加剤として炭酸カルシウム (CaCO₃) が含まれていることが示唆されます。

しかし、コネクタカバーの 1415 cm⁻¹ のピークは、単体の炭酸カルシウムの 1390 cm⁻¹ のピークと比較して、ピーク位置が 25 cm⁻¹ ずれています。したがって、赤外スペクトルだけでは、添加剤として炭酸カルシウムが含まれていることを認めるための根拠が十分とは言えません。

そこで、EDX による元素分析を行いました。Table 2 に EDX の分析条件、Fig. 7 に定性分析結果、Table 3-1、Table 3-2 に FP 法²⁾ による定量分析結果を示します。

Table 2 EDX 分析条件
Analytical Conditions

Instrument	: EDX-7000
X-ray Tube	: Rh target
Voltage / Current	: 15 kV(Na-Sc), 50 kV(Ti-U) / Auto
Atmosphere	: Vacuum
Measurement Diameter	: 10 mmφ
Integration Time	: 100 sec

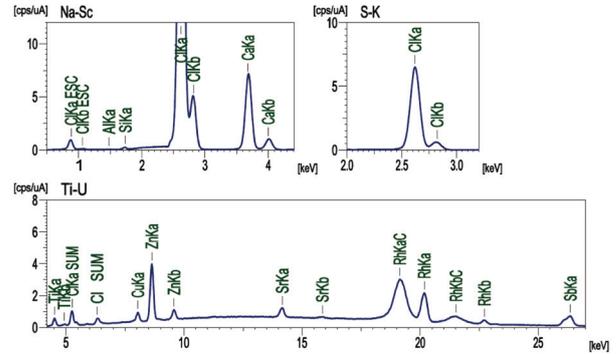


Fig. 7 EDX によるコネクタカバーの定性分析結果
Results of Qualitative Analysis by EDX

Table 3-1 EDX によるコネクタカバーの定量分析結果 A
Results of Quantitative Analysis by EDX

元素	Cl	Ca	Sb	Zn	Ti	Si	Al	Cu	Sr
定量値	72.56	26.11	0.40	0.31	0.23	0.21	0.096	0.054	0.030

Table 3-2 EDX によるコネクタカバーの定量分析結果 B
Results of Quantitative Analysis by EDX

元素	C ₂ H ₃ Cl	CaCO ₃	SiO ₂	Sb ₂ O ₃	TiO ₂	ZnO	Al ₂ O ₃	CuO	SrO
定量値	73.14	25.55	0.31	0.30	0.25	0.25	0.13	0.046	0.024

Table 3-1 より、塩素 (Cl) とカルシウム (Ca) が主な構成元素であることがわかります。これは FTIR の結果のポリ塩化ビニルと符合し、炭酸カルシウムを裏付けるものです。

Table 3-2 は、FTIR と EDX 両方の結果から特定した化合物での定量分析結果です。なおその他の検出元素は酸化物と仮定しました³⁾。

このように、FTIR と EDX を組み合わせることで、添加剤として炭酸カルシウムが含まれていることを示す十分な根拠が得られました。

まとめ

Conclusion

FTIR と EDX を用いた複合的な解析により、実試料に含まれる添加剤をより正確に同定することができました。このような解析は、異物分析や確認試験にも活用でき、電気電子、化学、医薬、食品など幅広い分野で有効な手段となります。

- 1) 西岡利勝, 實崎達也 (2011) 『プラスチック分析入門』丸善出版
- 2) 越智寛友, 岡下英男; 島津評論, 45 (1-2), 51 (1988)
- 3) 村上幸雄 他; 島津評論, 69 (1-2), 133 (2012)