

Application News

No.A456

光吸収分析
Spectrophotometric Analysis

複数成分を含んだ異物分析に最適な異物解析プログラムのご紹介

Introduction of Contaminant Analysis Program Suitable for Identification of Contaminant Composed by Plural Components

異物分析を行なう際、異物が混合物であることが多々あります。混合物のスペクトルを検索する場合、第一成分(主成分)以外を定性するには、検索の条件を変更したり、スペクトルを読むための知識が必要となります。島津製作所で独自開発した異物解析プログラムは、このような場合に有効であることをすでにアプリケーションニュース No.A400 でご紹介しました。今回、新しいソフトウェア LabSolutions IR に搭載されている異物解析プログラムをご紹介します。

S. Murakami

■バージョンアップした異物解析プログラム Upgraded Contaminant Analysis Program

LabSolutions IR には、大幅に機能を改善した異物解析プログラムが組み込まれています。以前の異物解析プログラムと異なっている点は以下の2点です。

- ① 登録されているデータ数が約2倍の553スペクトルに増加
異物として検出されやすい成分数を追加登録したことにより、今まで「該当なし」と判断されていた成分も定性が可能となりました。
- ② 精度向上のために新規アルゴリズムを採用
無機物質については、含有されていない成分がヒットする場合がありますが、新規アルゴリズムを採用したことにより、特に無機物質の定性精度が向上しました。

上記の特長を兼ね備えた異物解析プログラムを実行する際の画面を示します。

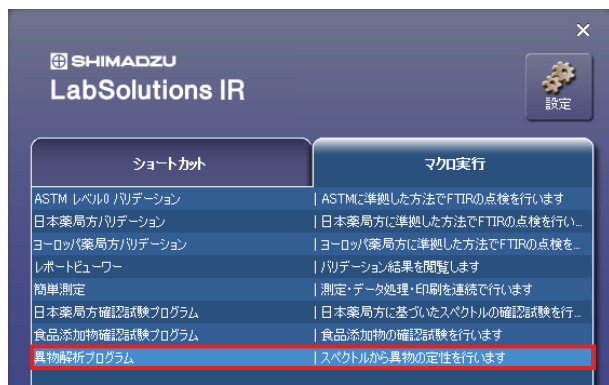


Fig. 1 異物解析プログラムの実行画面
Screen to Execute Contaminant Analysis Program

Fig. 1 の「異物解析プログラム」ボタンをクリックすることにより、解析ソフトが立ち上がります。その後、Fig. 2 に示す測定手法選択画面より、測定手法を選択します。

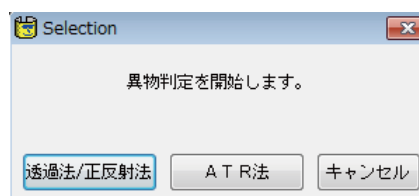


Fig. 2 測定手法の選択画面
Screen to Select Measurement Method

従来の手動による検索では、解析に費やす時間が、試料によっては数十分程度必要でした。一方、本プログラムを用いて解析を行なう場合には、測定手法を選択する以外の操作はなく、解析結果は数秒程度と格段に速く得ることができます。

■樹脂の解析例

Analytical Results of Resin

樹脂材料には、その材質特性を高める目的で、様々な添加剤を含むものがあります。添加剤が含まれていると、それらのピークが樹脂由来のピークと重なることもあり、解析が容易ではありません。ここでは、塩化ビニル樹脂 (PVC) を解析した結果をご紹介します。測定は1回反射 ATR 法で行ないました。測定条件を Table 1 に、得られた ATR スペクトルを Fig. 3 に示します。

Table 1 装置および分析条件
Instruments and Analytical Conditions

Instruments	: IRPrestige-21, DuraSampIR-II
Resolution	: 4 cm ⁻¹
Accumulation	: 45
Apodization	: Happ-Genzel
Detector	: DLATGS

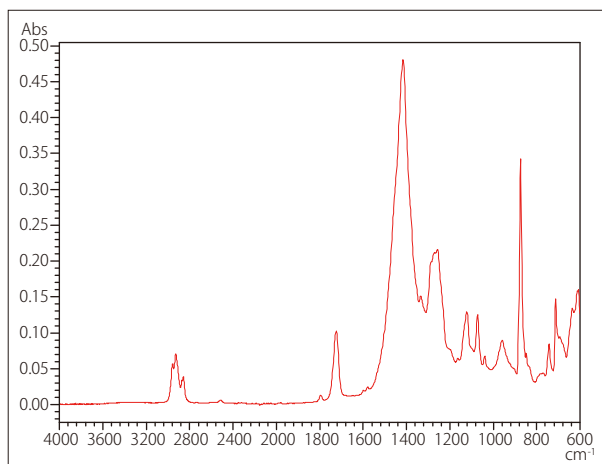


Fig. 3 PVC 樹脂の ATR スペクトル
ATR Spectrum of PVC Resin

Fig. 3 の ATR スペクトルについて、異物解析プログラムを用いた解析結果を Fig. 4 および Fig. 5 に示します。

主成分	
(+++)	CaCO ₃ 2
(++)	フタル酸エステル (フタル酸オクチル)
(+)	フタル酸エステル (フタル酸ブチル)
(+)	ポリ塩化ビニル(フタル酸エステル含有) 1
副成分	
(+++)	BaCO ₃

Fig. 4 解析結果 . 1
Analytical Results. 1

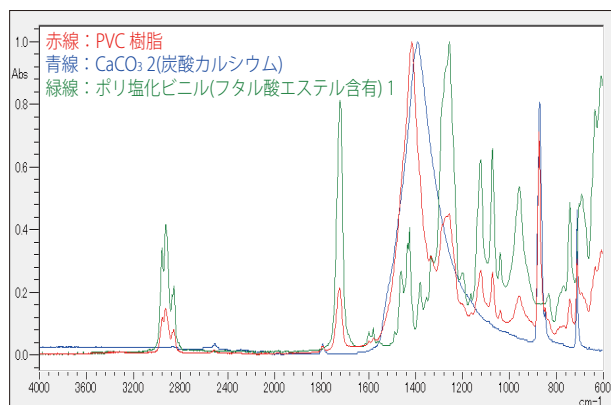


Fig. 5 解析結果 . 2
Analytical Results. 2

解析の結果、フタル酸エステル含有 PVC に加えて、添加剤である炭酸カルシウムがヒットしていることがわかります。なお、フタル酸エステルは可塑剤として、炭酸カルシウムは非補強性充填剤としてよく使用されている添加剤です。

■ ゴムの解析例

Analytical Results of Rubber

樹脂材料同様に、ゴム材料にも様々な添加剤が含まれています。ここでは、エチレンプロピレンジエンゴム (EPDM) の解析結果をご紹介します。測定は 1 回反射 ATR 法で行ない、得られた ATR スペクトルを Fig. 6 に示します。

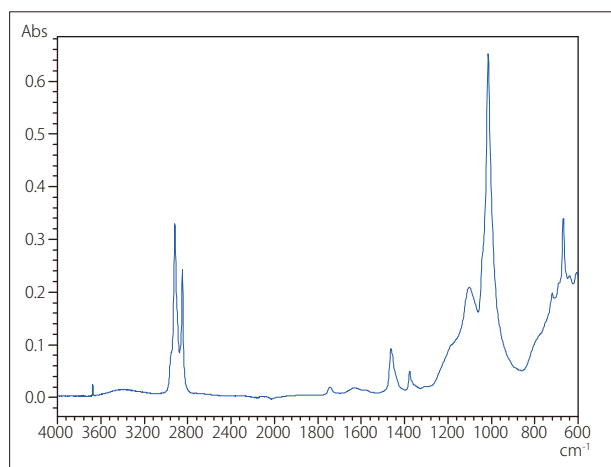


Fig. 6 EPDM の ATR スペクトル
ATR Spectrum of EPDM

得られた ATR スペクトルについて、異物解析プログラムを用いて解析を行なった結果を Fig. 7 および Fig. 8 に示します。

主成分	
(+++)	タルク 2
(+++)	タルク 1
(+++)	タルク 4
(+++)	エチレンプロピレンコポリマー
(+++)	ポリエチレン (PE)
副成分	
(+)	高密度ポリエチレン (HDPE)

Fig. 7 解析結果 . 3
Analytical Results. 3

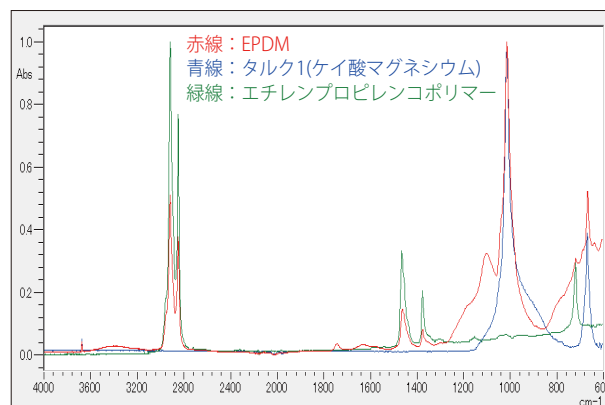


Fig. 8 解析結果 . 4
Analytical Results. 4

解析の結果、ゴム成分としてエチレンプロピレンに加えて、添加剤であるタルクがヒットしていることがわかります。なお、既知成分は EPDM ですが、赤外スペクトルではエチレンプロピレンゴム (EPM) と EPDM の重合体を識別できないと言われています¹⁾。

■ まとめ

Conclusions

今回は、混合物の代表例である樹脂およびゴム材料について、バージョンアップした異物解析ソフトを用いた解析例をご紹介します。

樹脂やゴム材料の添加剤には、無機成分を含むものが多いですが、バージョンアップした異物解析ソフトを用いることで、これらの無機成分を容易に検出することが可能となりました。ただし、無機成分を正確に確認するためには、蛍光 X 線分析装置などの無機分析装置による検証を行なうことをお勧めします。

[参考文献]

1) : JIS K 6230 ゴム - 赤外分光分析法による同定 -