

Application News

No. A542

光吸収分析

KBr 錠剤成形用の簡易 KBr プレート KBr Cuttings を用いた自動車異物の分析

KBr 錠剤法は主に固体試料を測定するための手法です。この手法はハロゲン化アルカリが可塑性を持ち、圧力を受けると透明な板になるという性質を利用しています。錠剤成形に用いられるハロゲン化アルカリとしては臭化カリウム (KBr) が最も一般的ですが、塩化カリウム (KCl) やヨウ化セシウム (CsI) が用いられることもあります。従来この手法では、KBr と測定試料をメノウ製乳鉢でそれぞれ粉碎した後、適切な濃度になるよう混合して加圧し錠剤成形を行っていました。しかしながら、粉碎した KBr は結晶状態と比較して吸湿しやすく、また乳鉢からのコンタミの恐れもありました。さらに加圧成形は分析者の負担になる作業であり、濃度調整にも時間を要していました。

KBr Cuttings を使用する場合、面倒であった KBr をすり潰す手間やメノウ製乳鉢を用いた試料との混合作業は不要です。KBr Cuttings は KBr の結晶をカットしたプレートです。2枚の KBr プレートの間に測定したい試料を挟んで錠剤成形器にセットして加圧するだけで、良好な KBr ディスクが作製できます。KBr Cuttings を使用する場合、FTIR の測定手法は透過法を選択します。透過法には、反射法や ATR 法と比較して検出器が受ける光量が多く、感度の良い測定ができるという利点があります。

Application News No.A536 では、KBr Cuttings の使用手順および医薬品の確認試験を行った分析例をご紹介しました¹⁾。ここでは、KBr Cuttings を用いた自動車異物の分析例をご紹介します。

R. Fuji

■ 使用した KBr Cuttings

材質：KBr

形状：3×3×0.75 mm



図1 KBr Cuttings

図1に、KBr Cuttings の製品写真を示します。KBr Cuttings の形状は、3×3×0.75 mm あるいは 5×5×1 mm のいずれかです。

■ 自動車異物の分析

車体の製造ラインから発見された黒色の異物を KBr Cuttings を用いて測定しました。異物の実体顕微鏡画像を図2に示します。使用した装置は、図3に示すフーリエ変換赤外分光光度計 IRAffinity-1S です。

図4に示すように、作製した KBr ディスクはユニバーサルクリップホルダで固定し、カセットに設置しました。測定条件を表1に、測定結果を図5に示します。

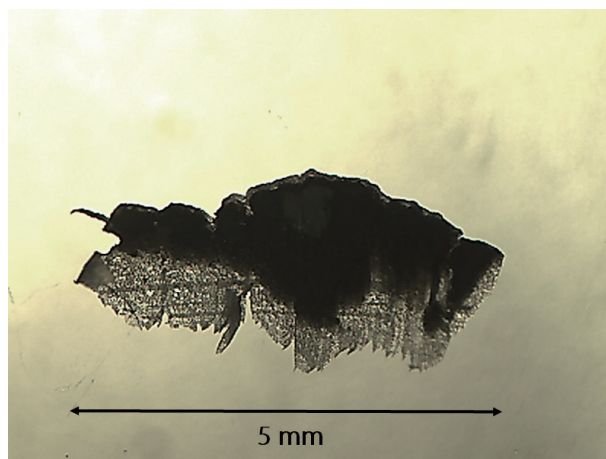


図2 異物の実体顕微鏡画像



図3 フーリエ変換赤外分光光度計 IRAffinity-1S

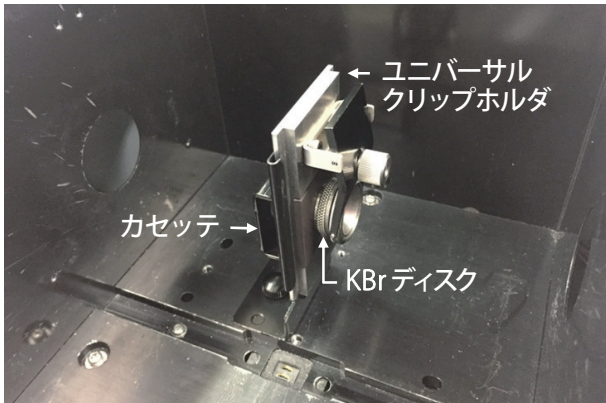


図4 KBrディスクを設置した様子

表1 測定条件

装置	: IRAffinity-15
分解	: 4 cm ⁻¹
積算回数	: 40回
アポダイズ関数	: Happ-Genzel
検出器	: DLATGS

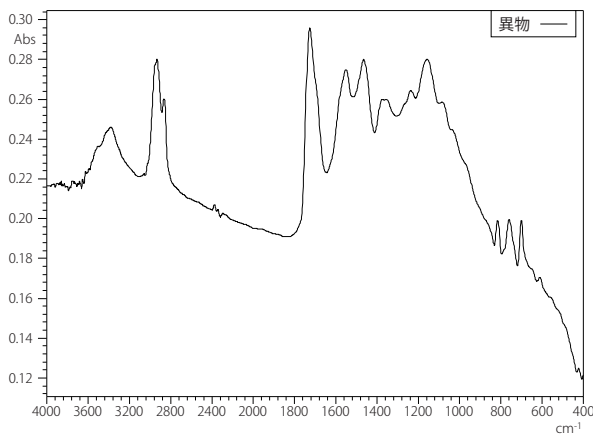


図5 測定結果

図5の測定結果において、1750 cm⁻¹付近にはC=O結合に由来するピークが大きく出ています。その他に、2800 cm⁻¹付近のC-H結合、1500 cm⁻¹付近のアミド結合のピークなどが検出されました。

測定結果の解析

標準で搭載されている12,000点のライブラリを用いて、異物の解析を行いました。解析結果を図6に示します。

検索の結果、異物はアクリル系粘着剤とメラミンの混合物であることがわかりました。メラミンは、樹脂塗料に含まれる成分と考えられ、異物は車体の塗膜片と推測されます。

KBr Cuttingsを用いた測定では、従来のKBr錠剤法のようにKBrと測定試料をメノウ製乳鉢でそれぞれ粉碎した後、適切な濃度になるよう混合するという作業は必要ありません。KBr Cuttingsを用いた本体FTIRによる透過法により、ATR法と同様の手軽さで異物分析を行うことができました。

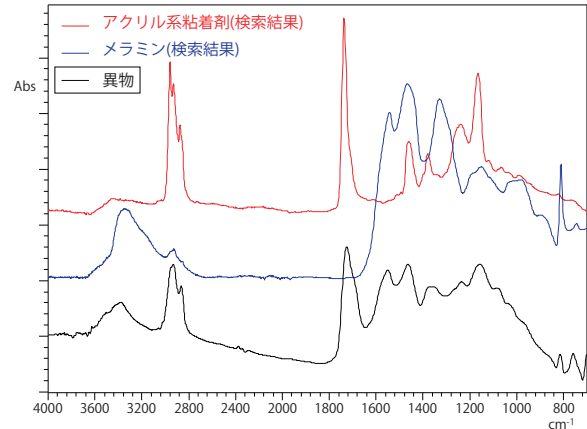


図6 解析結果

まとめ

KBr Cuttingsを用いた自動車異物の分析例をご紹介しました。従来のKBr錠剤法とは異なり、手間なく簡単に測定を行っていただくことが可能です。また、KBrディスクは、本体FTIRだけではなく、赤外線顕微鏡のステージにも設置していただけるようになっています。異物分析の測定手法として、ぜひ活用ください。

参考文献:

- 1) Application News No.A536 「KBr錠剤成形用の簡易KBrプレート KBr Cuttingsのご紹介」