

赤外顕微鏡による電極液中異物の分析

液体中に見つかった異物をFTIRで分析する場合、液体中からサンプリングする必要があります。サンプリングの方法にはピンセットやスポイトで採取する方法やメンブランフィルタなどでろ過する方法がありますが、比較的大きく目視確認できる異物の場合は前者が用いられます。サンプリングした異物は液体成分やその液体に溶解している成分が付着しているため、洗浄と乾燥を行った後、測定を行ないます。この際、洗浄に用いた溶媒によっては異物を溶解させてしまう可能性もあるので注意が必要です。微小異物の赤外スペクトル測定には赤外顕微鏡が用いられますが、透過法で測定する場合にはKBrやダイヤモンドセルなどの赤外透過材上に、正反射法で測定する場合には金属板上に異物を移します。洗浄や乾燥をこれらの上で行なうことも可能です。フィルタで採取した異物の場合はATR法で直接測定することができます。

今回は液体中異物の分析例として電極液中異物の分析結果をご紹介します。

図1は比較電極液に見つかった褐色異物のサンプリング工程を示した模式図です。スポイトを用いて電極液中から褐色異物を取り出し、純水中に入れて洗浄した後、金属板上に移して室温乾燥しました。

図2は乾燥後金属板上に見つかった結晶の顕微鏡写真です。また、図3はその測定結果とスペクトル検索結果です。測定は赤外顕微鏡による正反射法にて行ないました。これらの結果より、この結晶はアンモニウム塩であり電極液に含まれる成分が洗浄しきれずに残ったものと考えられます。

図4、図5は金属板上に移した褐色異物の顕微鏡写真とその測定結果および検索結果です。これらの結果より、褐色異物はリン酸鉄系の物質と考えられます。

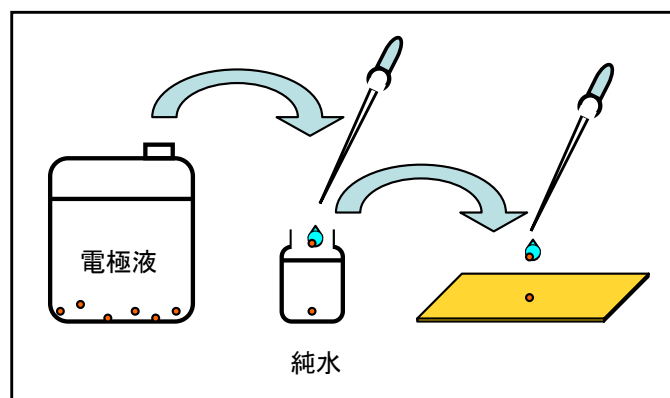


図1 接点上異物の顕微鏡写真

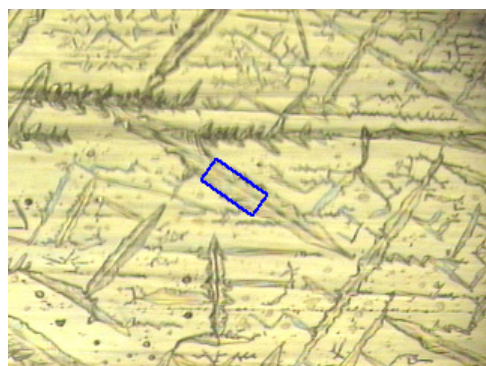


図2 結晶の顕微鏡写真
青枠: 60 × 25 μm

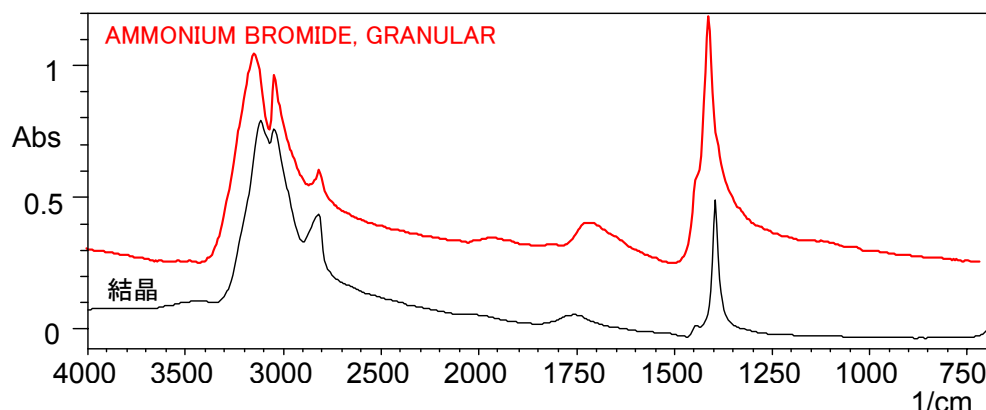


図3 結晶の測定結果とスペクトル検索結果

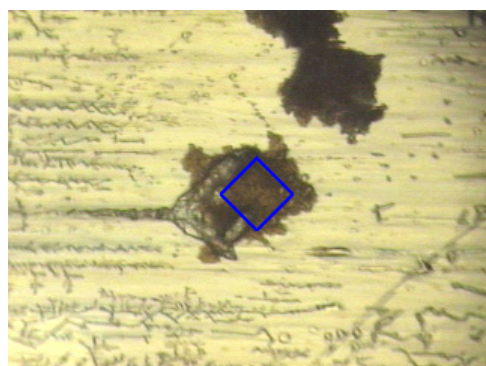


図4 異物の顕微鏡写真
青枠: 50 × 50 μm

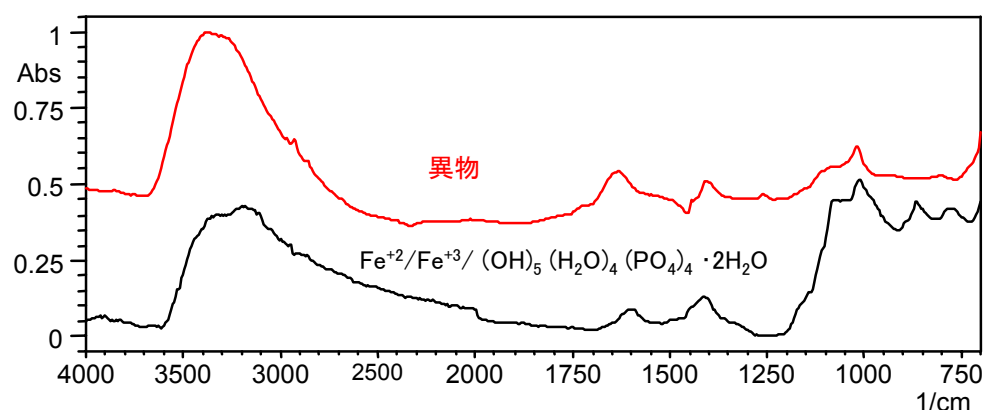


図5 異物の測定結果とスペクトル検索結果