

# 分析機器の組み合わせによる有機物の推定

企業の方から「加工工程で製品に汚れが付いてしまったが、原因がわからなくて困っている」という相談を受けることがあります。こうしたときには、汚れの成分を分析して、既存データの中から合致する物質を探しますが、一つの検査だけでは分からない場合があります。今回は、分析機器を組み合わせ、汚れ(有機物)を推定する方法を紹介します。

## 赤外分光による方法

汚れ(有機物)の主な構成物質を調べるために、一般的に行うのがフーリエ変換赤外分光光度計(FT-IR)を用いたIRスペクトル測定です。これは、物質に赤外光を照射し、透過または反射した光を測定することで、試料の構造解析を行うもので、そのデータをライブラリ検索によって既存データと照合し、一致する物質が何かを調べます。

(このとき、試料に含有される可能性のある物質が生成された条件(使用環境や製造工程等)が把握できていると予測しやすくなります。)

FT-IRにより得られたIRスペクトルは、基本的に測定した試料の全ての構成物質のスペクトルの重ね合わせで出力されるため、必ずしもIRスペクトルだけで見当がつくものばかりでは限りません。例えば、図1に示す有機物試料のIRスペクトル測定結果では、ライブラリによる検索結果でポリエチレンテレフタレート(PET)がいちばん一致度の高いものであるとの結果になっていますが、ライブラリでは $2700\sim 3000\text{cm}^{-1}$ の部分には大きなピークが検出されていない一方で、試料では2本のピークが顕著に表れています。この結果は、未知の物質の可能性も勿論あるのですが、測定に用いた試料が単一物質で構成されたものなのか、複数の物質が混在したものなのか不明な場合、これ以上のことはわかりません。

## 熱分析による方法

この試料が単一物質で構成されているのかどうかを調べるには、様々な方法がありますが、比較的簡便な方法の1つが熱分析です。熱分析には、示差走査熱量測定(DSC)、示差熱・熱重量同時測定(TG-DTA)等があり、DSC及びDTAでは試料を構成する物質の融点を、TGでは熱分解挙動を調べることが可能です。

図2は、同じ試料のDSC測定により得られたサーモグラムです。サーモグラムとは、測定試料への熱の出入りの温度依存性を示す曲線です。単一物質で構成されている場合、サーモグラム上で観測される融点に起因する吸熱ピークは1つだけになるのですが、このサーモグラムでは2本の吸熱ピークが観測されています。この結果から、この試料が融点の異なる2種類の物質により構成されていることがわ

かりました。

そこで、DSCによって測定された融点と、図1のIRスペクトルの検索結果とを照らし合わせると、図2において $250^{\circ}\text{C}$ 付近に検出されている吸熱ピークは、ライブラリ検索において一致度の高かったPETに起因するものであることが推定されます。一方、 $125^{\circ}\text{C}$ 付近に検出されている吸熱ピークは、FT-IRにおいて $2700\sim 3000\text{cm}^{-1}$ の部分のスペクトル形状の差異をもたらしているものと考えられるため、パラフィン系化合物の可能性があり、その中でも $125^{\circ}\text{C}$ 付近に融点を示すのは直鎖型低密度ポリエチレン(LLDPE)であることから、この可能性が高いことが推定されます。

このように、熱分析により融解挙動の他、熱分解挙動を評価することでも構成物質の混在状況を把握し、FT-IRによる測定試料の構成物質の推定の精度を向上させることができます。

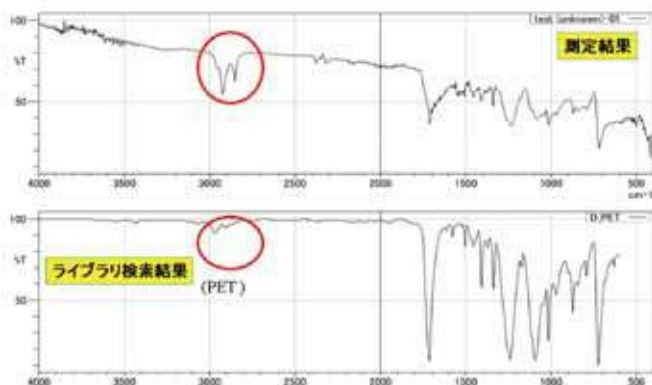


図1 有機物試料のIRスペクトルとライブラリ検索結果

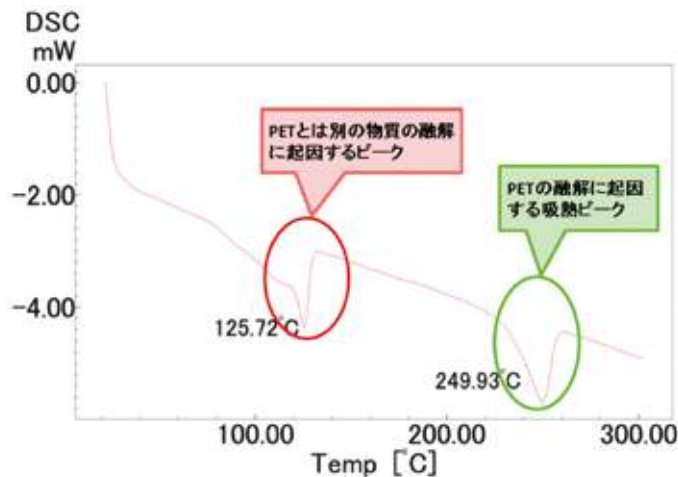


図2 図1の有機物試料のDSCサーモグラム

お問い合わせ先

京都府中小企業技術センター 基盤技術課 化学・環境担当 TEL:075-315-8633 FAX:075-315-9497 E-mail:kankyo@kptc.jp