

顕微赤外分光と試薬による微小物質の分析 No. 98040

キーワード：迅速・簡便な分析、顕微鏡観察、官能基、繊維鑑別用試薬、アジ化ナトリウム

はじめに

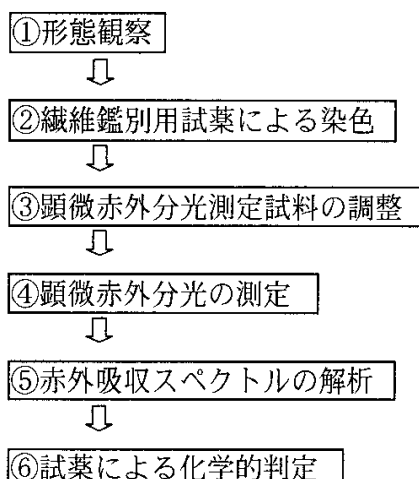
製品欠陥には、たとえば、ラミネートフィルムの部分的剥離などのように、その欠陥の現象が非常に微小な範囲で起こっていたり、また、微量な異物混入等のように、原因物質が微小微量であるケースが多い。

これらの分析においては、顕微鏡による現象の観察や、有機化学構造分析に大変威力を発揮するFT-IR顕微分光分析（顕微赤外分光）を行う。しかし、これらの分析操作に試薬分析を併用したり、染色によって分析試料の前処理を行うと、分析をより迅速に進めることができ、よりの確で説得力のある情報が得られるようになることが多い。ここでは顕微赤外分光と併用して試薬分析や染色を行ういくつかの方法について述べる。

分析プロセス

分析対象が微小であるため、すべての作業を終始顕微鏡観察のことで行う。分析手順の概略を図1に示す。図1の各プロセスにつき簡単に解説する。

図1 分析プロセスフローチャート



①形態観察

試料の大きさや形状、表面状態、色の分布などを観察し、その異物が有機物か無機物か、何処で混入したかを推測し、必要ならその状態を写真撮影する。

②繊維鑑別用試薬による染色

試料をプレパラート上に乗せて染液でマウントし、湯浴上で蒸し状態にして、約5分程度染色する。

③顕微赤外分光測定試料の調整

②で染色した試料をナイフあるいは針の先で色の違いを利用してなるべく一成分ずつに分ける。光が透過する試料の場合は透過法を用いる。

透過法が採用できない場合は反射法を用いるので、アルミ板上に押しえ込んで薄い層にする。この作業は非常に細かくテクニックを必要とするが、これがスペクトル測定の重要なポイントになるので工夫が必要である。

④顕微赤外分光の測定

③で作製した試料の薄いところを探し、その部分以外はスリットでマスクをして赤外線照射して測定する。

⑤赤外吸収スペクトルの解析

測定で得られた赤外吸収スペクトルから物質の同定をするとき、既知物質の赤外吸収スペクトルの特性吸収波長と一致していれば同種の物質と判断することができる。もし、測定試料が混合物質であれば赤外吸収ピークが複雑になり解析が困難になるので、試料調整を検討し直すか、得られたスペクトルの吸収波長と試薬分析とで分子構造を推察することになる。

⑥試薬による化学的判定

最後に試薬での染色や呈色反応によって、色分けや物質の末端官能基の状態などを定性

的に判断する。

分析例

1. 医薬カプセルに混入した異物の分析

薬剤封入用の白いカプセルに黄色異物が混入している。この異物を取り出しアルミ板に押しつけ顕微赤外分光の反射法で測定した。

得られたスペクトルから蛋白質物質と考えられ、カプセルに使用されている物質も同時に測定したところ同じスペクトルが得られた。また、この異物とカプセルの物質をアジ化ナトリウム試薬に浸けると発泡して還元性イオウの存在が確認できた。

このことから、黄色異物はカプセルに使用されているゼラチンとわかり、製造機の改良で解決した。

2. 毛織物生地表面のシミ原因の解析

加工工程での検反で赤色の生地に黒いシミが全体に点在しているのを発見したが、このシミはシミ抜き剤でも取れない。このシミを顕微鏡で観察すると濃赤色異物の付着であることがわかり、顕微赤外分光の反射法でアルミ板に押しつけて試料を作製して測定した。

次に、アジ化ナトリウム試薬による発泡の確認、キサントプロテイン反応による蛋白質

の確認をした結果、この固形物は羊毛繊維が機械的摩擦により粉碎されて粉状になり、蓄積して固化化したものと判断した。その原因は紡績工程に不備があったものと考えられる。

3. プラスチック眼鏡レンズ中の異物の同定

異物の混入している部分を切り落とし、異物部分に繊維鑑別用試薬が浸透しやすいようにして、異物を染色し色相とその表面形態で同定した。原因はクリーンルームでの作業者の衣類から出た繊維屑であり、作業管理を見直すことで解決した。

4. プラスチック製品の転写印刷の剥離原因の解析

この転写箔は5層の積層フィルムから成っており、各層の成分はわかっている。各層を染め分け、顕微鏡観察を行った結果、どの層から剥離しているのか判った。

このように、染色と顕微鏡観察だけでも事故現象を把握できることも多い。

まとめ

以上のように顕微赤外分光と染色等の方法を組み合わせて、微小異物やシミ等の原因解析に役立てている。

表1 試薬の特性と検出対象

試薬	試薬の特性	検出される物質
メチレンブルー	カチオン性の青色水溶性染料 アニオン性の個体物質にイオン染色する	個体中のカルボキシル基やスルホン酸基、ニトロ基など、アニオン性の官能基を持つ物質
キトンレッドG	アニオン性の赤色水溶性染料 カチオン性の個体物質にイオン染色する	アミノ基を有する有機固体物質や炭酸カルシウムなど塩基性無機固体物質
スーダンレッド ワキソリンレッド	赤色の油溶性染料	着色物質をオイル、ワックスなどの油性物質と判断する
アジ化ナトリウム 発泡試薬	還元性イオウに接触してその触媒作用により、窒素ガスの気泡を発する	シスチン結合やザントゲン酸ソーダを含む物質や硫化物
ニンヒドリン試薬	アミノ基やアミド基が青色から紫色に呈色する	蛋白質、アミノ酸、アミン系・アミド系物質
繊維鑑別用試薬	繊維染色用染料でアニオン、カチオン、油性の各染料を混合したもの	物質の染色機構の差によって生じる色相（青、赤、黄）で物質の官能基を判別する

本件のお問い合わせがありましたら、化学環境部繊維応用系 浅沢秀夫まで。

Phone:0725-51-2732

(作成者 三嶋洋介/1998年12月15日発行)

