



## Application Note AN M138

# 建築用材料の品質管理

### はじめに

現代の建築材料は、様々な厳しい要求を満たすために最適化された製品です。橋梁、トンネル、路面など、各種建築物に用いられるコンクリートでは、機械的耐久性の向上や建築時間の短縮等を目的に、数多くの混和剤が使用されています。これら混和剤は、最終的なその用途に合わせてコンクリートに添加されますが、有機物質であるケースもしばしばあります。例えばポリカルボキシレートエーテル (PCE) は、コンクリート懸濁液の分散特性を向上させるための超可塑剤として機能します。またシロキサン化合物は、コンクリートの白華現象の抑制と撥水性の向上を目的に使用されます。アスファルトコンクリートやポリマーコンクリートの様な一部のコンクリートにおける接合剤は、完全なポリマーです。

### 建築材料の化学分析

ポルトランドセメントや石膏、石灰石等、基本的な無機構造材料の品質をコントロールする場合、成分分析の手法として蛍光エックス線法 (XRF) が有効であり、酸化物、硫酸塩、炭酸塩等の元素組成の測定が可能です。さらにエックス線回折法 (XRD) を用いることで、建築材料に関する物理的特性ならびに化学的特性の両面を把握することが可能となります。

| キーワード        | 装置およびソフトウェア  |
|--------------|--------------|
| 建築材料         | ALPHA FT-IR  |
| 混和剤          | Platinum-ATR |
| 建築用化学物質      | OPUS ソフトウェア  |
| 品質管理         | スペクトル比較      |
| リバースエンジニアリング | 混合物検索        |

しかし残念ながら、XRFやXRDは混和剤や接合剤といった有機材料に関する分析には不向きです。有機系材料の定性と複雑な化学組成の解析には、フーリエ変換赤外分光法 (FT-IR) が有用です。

FT-IRは、様々な工業分野の品質管理において広く活用されている化学分析機器のひとつで、これにより得られる赤外スペクトルは、測定対象物の化学情報の詳細を反映することから、人間の指紋と同様に考えることができます (図1)。すべての有機化合物と多くの無機化合物は、それぞれのもつ化学構造を反映したスペクトルを与えます。したがって、赤外分光法は、純粋化合物ならびに複合材料の識別に適用が可能です。さらに赤外分光法は、着目する成分に関する定量分析にも有効ですので、その応用分野は多岐に渡ります。

当然のことながら、FT-IRは建築材料の分析にも応用が可能で、各種原材料の受入検査から最終的な配合材料の品質管理まで、幅広く利用することができます。さらに赤外分光法は、研究開発やトラブル対応にも有効で、例えば製品中に見つかった異物や競合他社が使用する未知の物質について定性分析を行う場合にも、強力なツールとなります。成分や化学構造が既知の標準物質について収集されたスペクトルデータベースも数多く用意されており、これらを用いることで、未知物質の定性を迅速に行う事ができます。

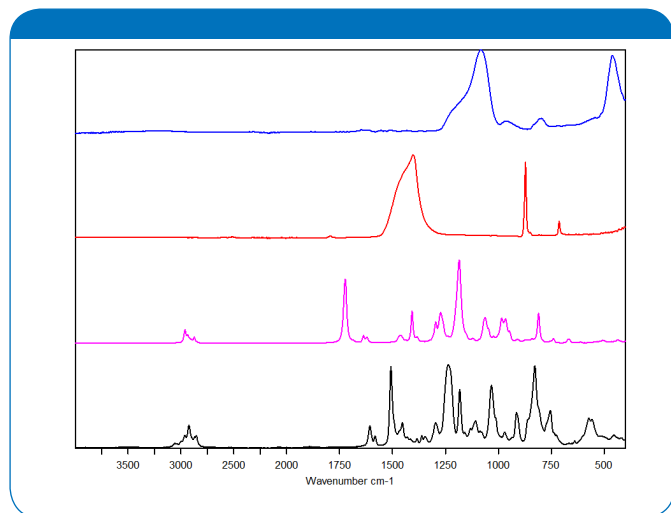


図1. 赤外スペクトルは、人間にとっての指紋と同様、その物質の化学組成を反映します。上から：ケイ酸塩、炭酸カルシウム、アクリルモノマー、エポキシ樹脂

## 装置と手法

建築材料の分析には、Platinum ATRモジュールを装備したALPHAが最適です(図2、上)。ALPHAは、設置面積がA4用紙1枚分という非常にコンパクトなボディに加え、耐震性と可搬性を有するFT-IRで、測定を行う場所を選びません。このATR法による測定時間は、ほとんどの試料において1分程度と短時間で、しかも事前の試料調製、あるいは測定のための試薬や消耗品も不要です。

Platinum ATRには、ダイヤモンド製ATRプリズムが標準で採用されます。ダイヤモンドは物理的にも化学的にも非常に安定であり、あらゆるタイプの試料に適用が可能です。とくにPlatinum ATRは、モノリシック構造のダイヤモンドプリズムをタングステンカーバイト製の台座に直接ろう付けするという、非常に高い堅牢性を有する設計となっています。これにより、あらゆる硬度の試料を測定することが可能で、さらにクリーニング等メンテナンスにおいても安心です。測定は、図2の下段に示すように、少量の試料をダイヤモンドプリズムの表面に密着させるだけで、操作も非常に簡単です。

## 原材料等の受入検査

建築材料の品質を保証するためには、まず第一に、間違った原料や質的に不十分な原料が使用されることを防ぐ必要があります。FT-IRを用いて入荷原料を化学的に分析することで、例えば、誤った包装やラベル付けといった簡単なエラーによる取り間違いを防ぐことができます。さらに、複数の成分からなる配合剤についても、組成の違いや経時による品質の変化も判別することが可能です。原料が正しいかどうかは、品質の基準となる標品の赤外スペクトルを予め測定しておき、検査対象品のスペクトルと比較することで、簡単に判別することができます。赤外スペクトルどうしの比較・判別は、ALPHAの制御ソフトウェア「OPUS」とこれに付属するQuickCompare機能を組み合わせることで、全て自動的に実行され、その結果は直ちにオペレータに示されます。

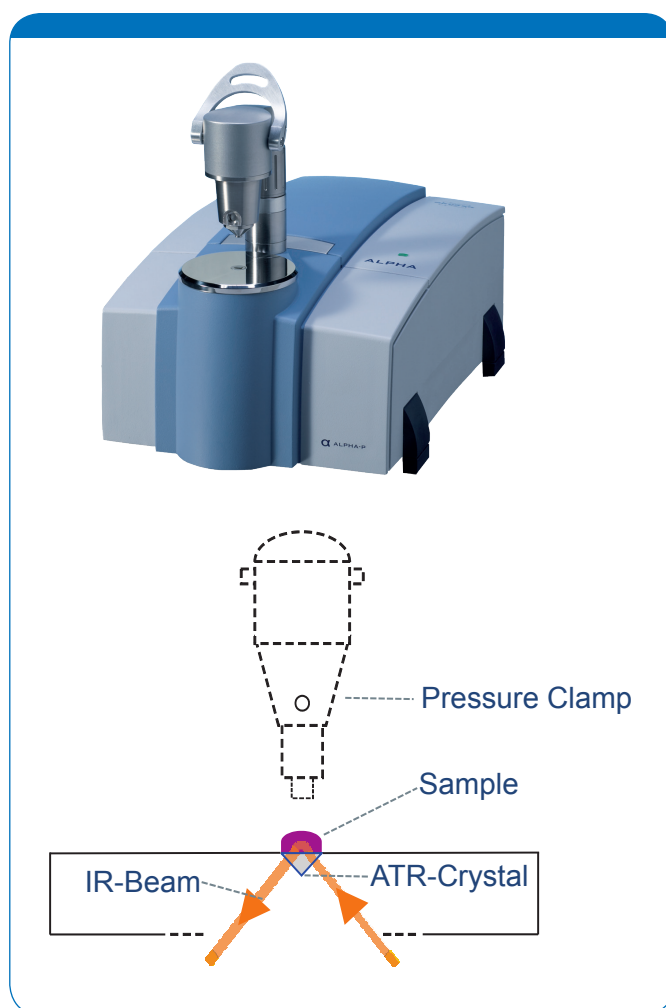


図2. 上: Platinum ATRモジュール付 ALPHA FT-IRスペクトロメータ、下: ATR法の概略図。赤外線が試料とATRプリズムの界面で反射するとき、わずかに試料側に潜り込み、試料に吸収されます。液体または固体試料をATRプリズム表面に密着させるだけで、測定が可能です。

図3に、FT-IRによる受入検査結果の例を示します。ここで紹介する原料は「ヒドロキシメチルセルロース (HPMC)」で、これは増粘剤、結合剤、膜形成剤および保水剤としてのセメントベースの建材に使用される添加剤です。図の上段は検査対象品のスペクトル(青)、下段が標品(=正常品)のスペクトル(赤)です。検査に際しては、二つのスペクトルの相関係数を求めることで、両者の異同を判別しますが、ここに示す例では、相関値が99.9%と非常に高く、検査品のスペクトルが基準スペクトルと非常に良く一致していることを示しています。この検査では判別閾値を99%と設定していますので、検査票には合格を示す「OK」と表示されます。

### アスファルト/石灰石混合物中の熱可塑性ポリオレフィン (TPO) の定量

TPO樹脂は、しばしば建築材料に使用されますが、例えばアスファルトにTPO樹脂を加えることで、アスファルト混合物の耐流動性が向上します。ここでは、ALPHAによる、アスファルト/石灰石混合物に添加したTPO樹脂に関する定量分析について紹介します(図4)。データの再現性を確認する目的で、各試料について測定を2回ずつ行いました。図4の上段に、アスファルト/石灰石/TPO混合物と、参照のためのTPO単体のスペクトルを示します。TPOに特徴的な吸収バンドの強度を積分することで、TPO含有量に関する検量線が得られます(図4、下)。さらにこの検量線を基準とすることで、未知試料におけるTPOの添加量を1分程度で把握することが可能となります。

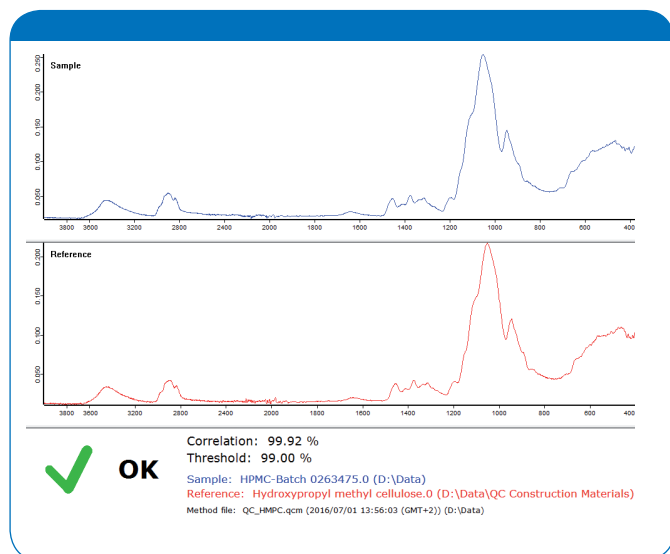


図3. OPUS QuickCompare による増粘剤HPMC原料の受入検査の例。検査対象物のスペクトル(上段)と標品のスペクトル(下段)を比較することで、両者の同一性を検証することが可能です。

### 混和剤の定性分析

競合する会社の製品を分析することは、自社製品の開発促進や、その会社による特許侵害の特定等に役立ちます。未知の物質を同定する場合には、参照ライブラリを用いたスペクトル検索が有用です。未知物質が複数の成分からなる混合物の場合も、最新のデータ解析用ソフトウェアに含まれる混合物検索機能を用いることで、各成分の定性が可能となっています。

ここでは、人工大理石およびコンクリート用ポリエステル樹脂の重合プロセスを開始するために使用される、組成が未知の液体配合物に関する分析を紹介します。液体試料をATR法で測定する場合、必要なサンプリングは、試料液をダイヤモンド製ATRプリズムの表面に乗せるだけで、非常に簡単です。

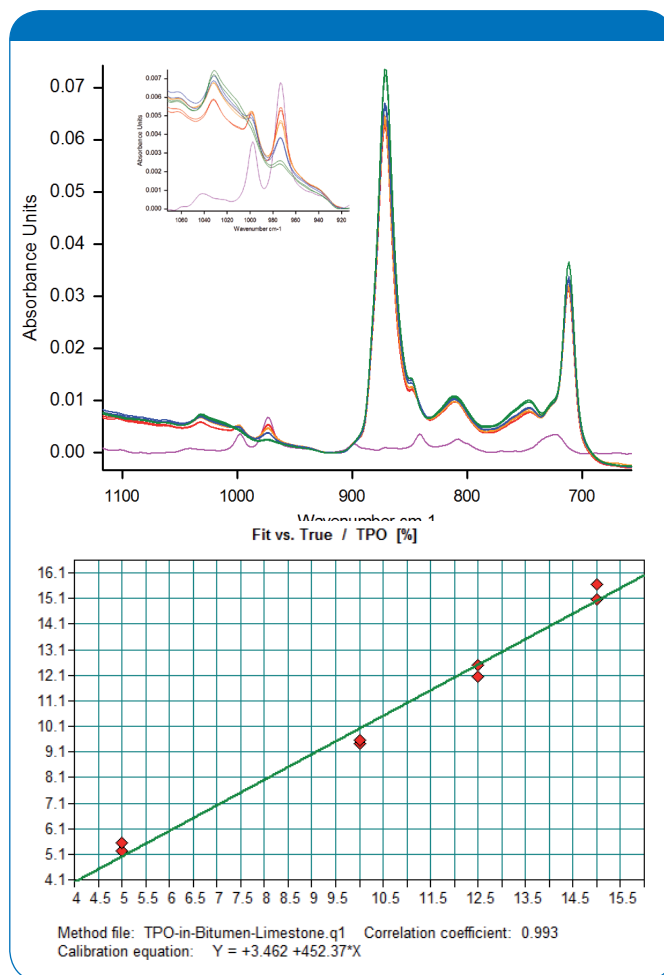


図4. 上段: アスファルト/石灰石/TPO混合物のスペクトル(TPO含有量: 緑: 5%、青: 10%、オレンジ: 12.5%、赤: 15%)。下段: TPO成分に特徴的な973cm⁻¹のバンド積分強度をに基づく検量線。

ATR測定後、得られたスペクトルについて行った混合物検索の結果を図5に示します。検索候補として挙げられた各成分を足し合わせた合成スペクトル（黒色のスペクトル）と分析対象試料のスペクトル（赤）は非常に良く一致しており、検索結果の妥当性が高いことを示しています。また候補として挙げられた二つの化合物、ジ-tert-ブチルペルオキシド（青色）ならびにtert-ブチルベンゾイルペルオキシド（ピンク）は、いずれも重合開始剤として知られており、試料を構成する成分として妥当であると言えます。検索の結果から、試料溶液は、これら二つの成分がおよそ4対1の割合で配合されてきているものと推測されました。

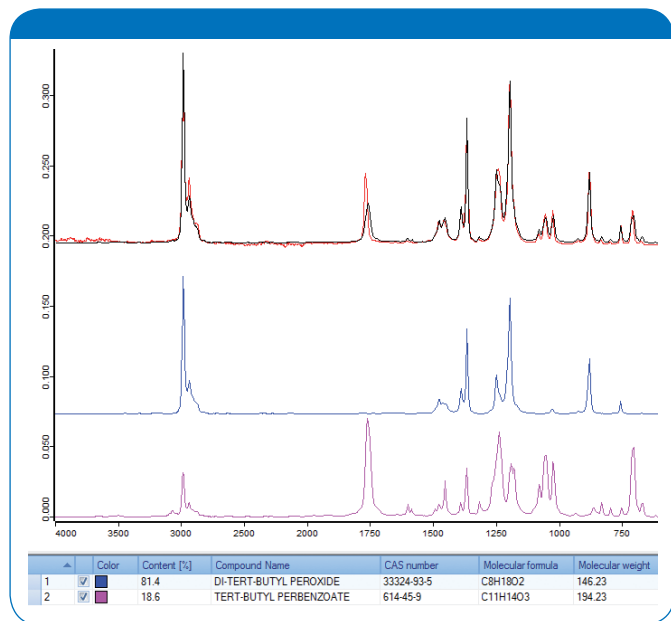


図5. 成分未知の液体配合物に関する混合物検索結果。上段の赤色のスペクトルが未知試料のスペクトル、黒色が混合物検索の結果から候補として挙げられた各成分（中段と下段のスペクトル）による合成スペクトル。

## まとめ

現代の建築材料に関するQA/QCにおいて、XRFやXRDと共にFT-IRを用いることで、相補的な化学分析が可能となります。FT-IRによる赤外分光法は、とくに有機系材料の分析に有効であり、各種原材料から混和剤まで、幅広く適用することが可能です。赤外分光法の持つ定性および定量分析能力を利用することで、受入検査から研究開発まで、多面的な分析が可能となります。

ブルカーのコンパクトFT-IR「ALPHA」は、あらゆる形状の試料に対応する汎用性の高い分析システムです。直感的なハードウェアデザインに加え、ガイド機能付ソフトウェアによるシームレスな操作感により、どなたでも簡単確実にお使い頂けます。

さらにスペクトルデータベースと検索機能を活用することで、未知物質の同定を迅速に行うことが可能です。ALPHAは、受入検査等の品質管理から、故障解析、さらにはリバースエンジニアリングまで、様々な用途にお使い頂ける強力なツールです。

### ● Bruker Optik GmbH

Ettlingen · Germany  
Phone +49 (7243) 504-2000  
Fax +49 (7243) 504-2050  
info.bopt.de@bruker.com

[www.bruker.com/optics](http://www.bruker.com/optics)

Bruker Optics is continually improving its products and reserves the right to change specifications without notice.  
© 2013 Bruker Optics BOPT-4001063-01

### ブルカー・オプティクス株式会社

〒221-0022 神奈川県横浜市  
神奈川区守屋町 3-9  
Phone 045-450-1601  
Fax 045-450-16029  
info.bopt.jp@bruker.com

[大阪オフィス] 〒532-0004  
大阪府大阪市淀川区西宮原1-8-29  
テラサキ第2ビル  
Phone 06-6394-8118  
Fax 06-6394-9003