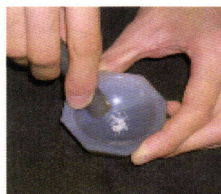


固体測定

4.1 KBr錠剤法

粉末、または粉末にできる試料を赤外透過材の一種、**臭化カリウム(KBr)**で希釈混合をして錠剤化する測定法。精度の高い透過スペクトルが得られる手法として古くからよく用いられている手法。



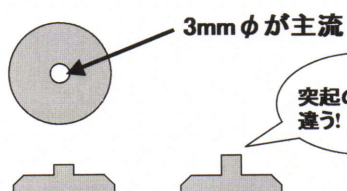
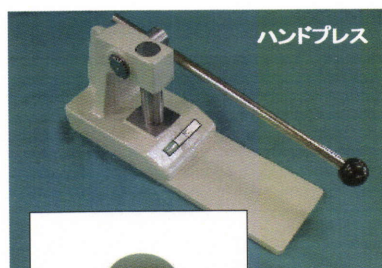
サンプル錠剤の**試料濃度が1%以下**となるようKBrと試料を混合する。
KBr錠剤法では試料の量はあまり必要としないので希少試料の測定には特に錠剤法が適している。

	錠剤成型器	マイクロ錠剤成型器		
錠剤の径	10mm ϕ	5 mm ϕ	3 mm ϕ	2 mm ϕ
試料量	500 μ g	100 μ g	数10 μ g	数 μ g
KBr量	150mg	20mg	10~7mg	5~3mg
圧力	7t	1t	ハンドプレス	ハンドプレス



用意するもの

- ・KBr結晶 (IR用)
- ・マイクロ錠剤成型器
- ・ハンドプレス
- ・錠剤ホルダー



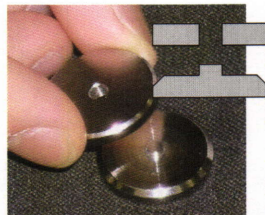
突起の長さが
違う!

マイクロ錠剤成型器

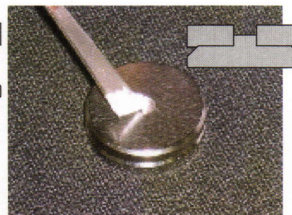
錠剤の作り方



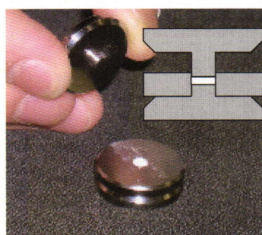
①試料、KBrをすり潰す



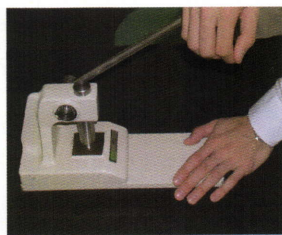
②錠剤成形器を組む:
突起の短いほうを使用



③粉末を詰める:
詰めたら錠剤成形器を持って軽くたたく



④長い突起を正確にかぶせる



⑤ハンドプレスでプレスする



測定手順と注意

①バックグラウンド測定を行う。

KBr錠剤法でのバックグラウンドは試料を添加していないKBrそのもの

②試料を添加したKBr錠剤をサンプル測定

このときのサンプル濃度は1%以下となるように調製する。

ポイント

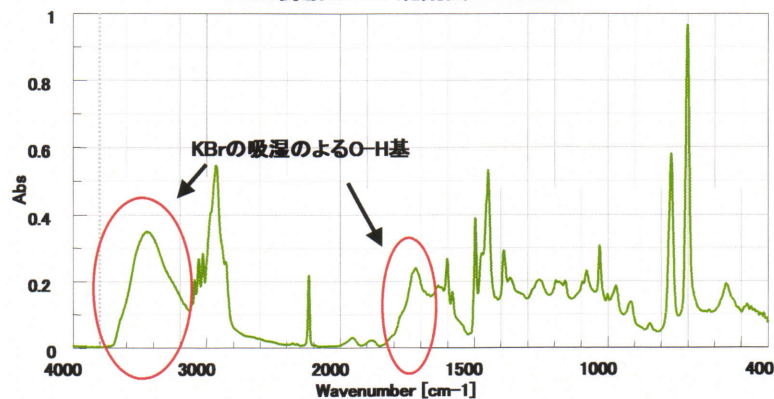
•KBr、試料ともよく粉砕をすること

(ベースラインの曲がりの原因となる光の散乱を防ぐため)

•KBrは吸湿性が高いので速やかにサンプリングする

•コンタミネーション(ごみの混入)を起こさないようサンプリングの道具は清浄にしておく

ABS樹脂のKBr錠剤法スペクトル



KBrは吸湿性が高いため錠剤作成中に空気中の水を取り込んでしまう。そのためKBr錠剤法ではO-H基の評価はできない(吸湿由来のO-Hか試料由来のO-Hかが区別できないから。O-Hの吸収帯：3600～3200cm⁻¹付近の伸縮振動、1600cm⁻¹付近変角振動)。また、O-H基の吸収が試料の吸収を妨害することがある。

錠剤成形器取り扱い上の注意

1) 錠剤成形器の組み立て方は？

突起の短いほうと長いほうの取り違いに注意。

2) 粉碎の加減は？

粒子が大きかったり粒径が不揃いだと光が散乱しベースラインの曲がりや変動が生ずる。十分にすり潰すこと。

3) 粉末の詰め具合は？

器にあふれない程度までいっぱいにつめる。

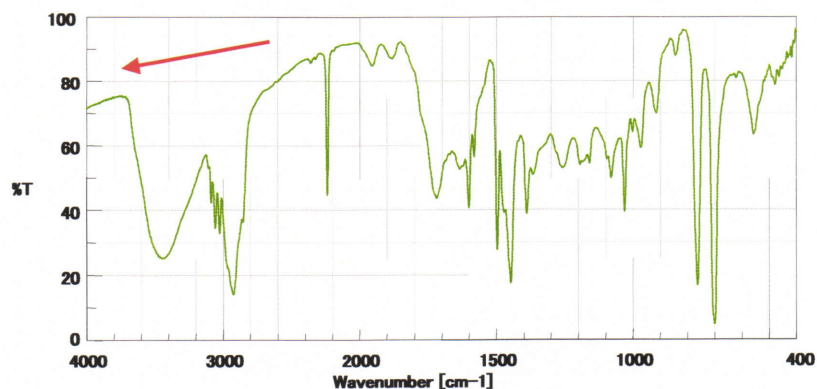
4) ハンドプレスの圧のかけ方は？

力を加えすぎるとはずしくなるので軽く押さえればよい。片手でプレスの台座を押さえ、もう片方でハンドルを下げ軽く体重を載せる。両手で力いっぱいハンドルを下げる必要ない。

5) 使用後の手入れは？

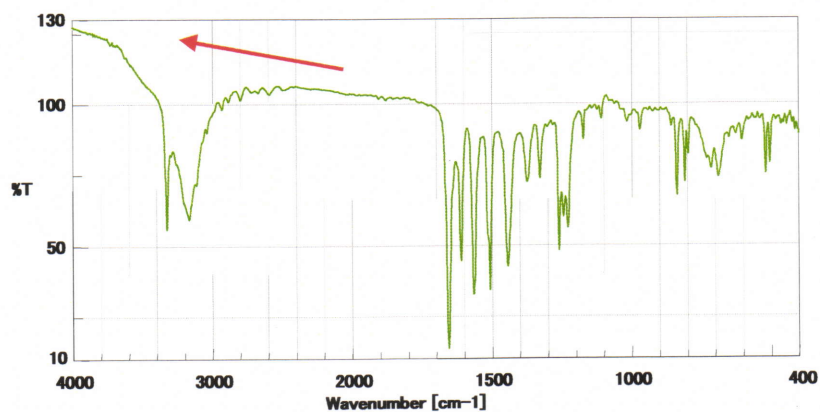
汚れは十分拭くこと。また、KBrが残っているとそこから錆が発生する場合がありますので、取れにくいKBrは水で溶かしてからさらにアセトン等の有機溶媒で拭き取るとよい。

参考: KBr錠剤法スペクトルでベースラインが傾く場合



①左にベースラインが下がる場合(透過率表示において)

散乱の影響: 光の性質として、光自身の波長よりも大きな粒子に当たると光は散乱を起こす。上の場合には**サンプル錠剤の粒径が不ぞろい**が原因 (3章参照)
→ 良く乳鉢で試料を粉碎することが必要



②左にベースラインが上がる場合(透過率表示において)

バックグラウンドのKBr錠剤が著しく曇っていたとき。**バックグラウンドとサンプルとで透明度に大きな差が無いよう錠剤を調製すること。**