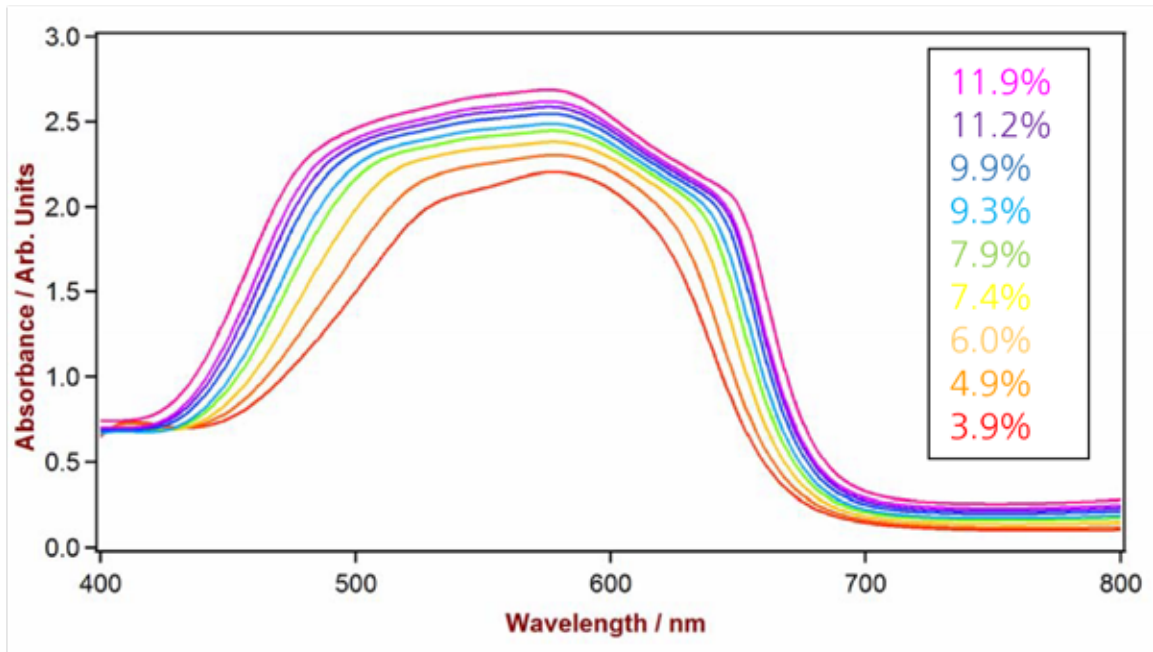


## Vis-NIR 分析計による 2-エチルヘキサン酸 / コバルト中のコバルト含有量、 固形分量、比重、粘度の同時定量分析



このアプリケーションノートでは、Vis-NIR 分析計を用いた、塗料のドライヤーにおける重要な4項目（コバルト含有量、固形分量、比重、粘度）の同時測定例をご紹介します。これらの4項目について、可視光領域ではコバルト含有量の、NIR 領域では比重、粘度、固形分量の定量分析が可能です。

## はじめに

塗料やコーティング剤は一般的に着色剤、バインダー、溶剤、添加剤から成り立っています。これらの成分それぞれが最終製品の挙動やパフォーマンスに大きく影響を及ぼします。

例として、一つの代表的な添加剤であるドライヤーは乾燥時間の短縮やコーティングのツヤ、透明性に影響します。

塗料やコーティング剤の用途は建築から OEM 製品まで様々です。全ての用途で高い品質、高パフォーマンスを求められるため、製造工程において品質管理は重要な位置づけとなり、品質を決定する多項目の評価が求められます。

ドライヤーで重要なパラメータは金属含有量、固形分量、粘度、比重です。これらの測定手順は ASTM D2373, D1644, D5125, D2196 で定義されています。それぞれ天秤とオープン、滴定装置、液体比重計、粘度計といった異なる分析装置で測定するように記載されています。

これとは別に、ASTM D6122 では PLS 回帰分析を用いた NIR 測定が品質管理における有効な補完分析技術として記載されています。

このアプリケーションノートではメトローム製 Vis-NIR 分析計を用いたドライヤー由来のコバルトを分析する Vis-NIR 分光法の検討結果を示します。この検討では 1 分以内に測定が完了し、4 項目の分析結果が同時に得られました。測定項目によって使用する波長領域が異なり、コバルト含有量は可視光領域 (Vis)、物理的、化学的パラメータは NIR 領域を用いて分析します。

## 測定例

### コバルト含有量

基本となる 5 水準のサンプルをドライヤーの生産メーカーから入手しました。コバルトの含有量はそれぞれ 4%、6%、8%、10%、12% です。これらの異なる含

表 1 使用した機器

装置	オーダー番号
NIRS XDS Rapid Liquid Analyzer	2.921.1410
NIRS 12.5 mm quartz cuvette 1 mm	6.7401.200
NIRS Spacer for 12.5 mm cuvettes	6.7403.180
Vision Air 2.0 ソフトウェア	6.6072.208



図 1 NIRS XDS Rapid Liquid Analyzer と石英セル (1 mm)

有量の 5 つの濃度を混合して、サンプル点数を 5 点から 17 点へ増やしました。

NIRS XDS Rapid Liquid Analyzer (表 1、図 1) を使用して、透過で 400-2500nm の波長範囲を測定しました。測定に用いた石英セルは、分析中にサンプルが揮発しないようにフタつきで光路長 1mm のものを使用しました。

コバルト含有量を予測する検量モデルの開発に必要なラボ値は銅選択性イオンを用いた滴定によって求めました。

全てのスペクトルデータは SNV 処理をして散乱によるベースラインシフトの補正を行いました。PLS を用いて検量モデルを作成し、クロスバリデーションにてその有効性を評価しました。

### 物理的、化学的パラメータ

提供された 5 サンプルのうち 4 サンプルは固形分量、比重、粘度が既知の値でした。既知のラボ値と NIR スペクトルには相関があり、3 つのパラメータの検量モデルを作成しました。検量モデル作成の際には、スペクトル前処理として 800nm でベースライン補正を行い、PLS を用いて解析しました。

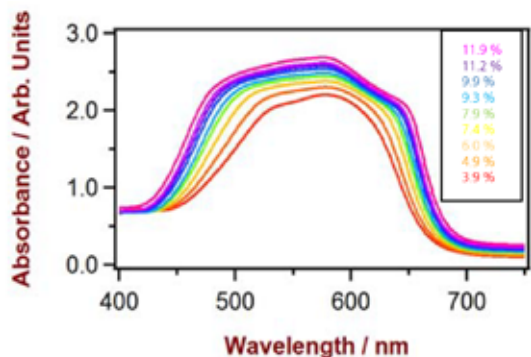


図2  
2-エチルヘキサン酸 / コバルトの17サンプルの原スペクトル (可視光領域)

#### コバルト含有量

スペクトルに SNV を行い、コバルト含有量と吸光度に高い相関が確認されました。

検量モデルに使用した波長領域によってわずかに検量モデルの精度に差が確認されました。中でも最も良い結果の検量モデルは可視光領域 (400-800nm) のみを用いた場合に得られました。

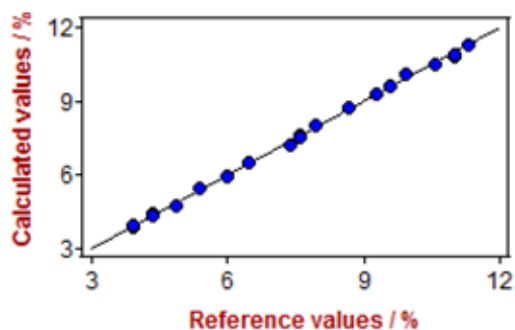


図3 スペクトル予測値とラボ値の相関プロット図

#### 物理的、化学的性質

NIR 波長領域は固形分量、比重、粘度の検量モデル作成に使用しました。

図4-6は全 NIR 領域 (800-2500nm) を用いて検量モデルを計算した結果です。

固形分量では、 $R^2=0.999$ 、 $SEC=0.24\%$ 、 $SECV=0.29$ 、レンジ：33-67.5%、ファクター数：3の高い相関の検量モデルが得られました。

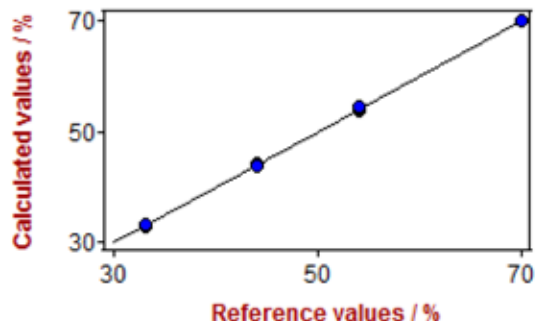


図4 固形分量のスペクトル予測値とラボ値の相関プロット

比重では、 $R^2=0.997$ 、 $SEC=0.003$ 、 $SECV=0.003$ 、レンジ：0.89-1.00、ファクター数：3の相関の高い検量モデルが得られました。

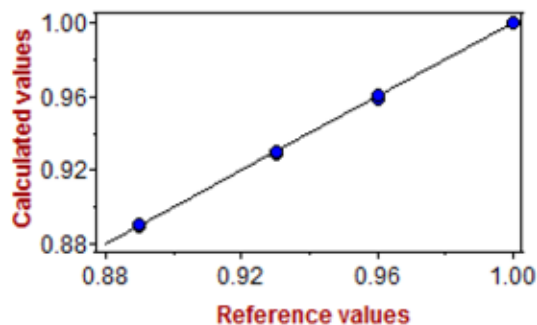


図5 比重のスペクトル予測値とラボ値の相関プロット

粘度では、 $R^2=0.999$ 、 $SEC=9.3\text{mPas}$ 、 $SECV=10.9\text{mPas}$ 、レンジ：80-800mPas、ファクター数：4の高い相関の検量モデルが得られました。

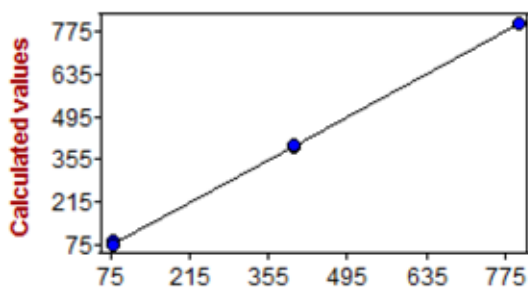


図6 粘度のスペクトル予測値とラボ値の相関プロット

## 結論

Vis-NIR 分析計は一台の装置で、塗料中の多項目を一度に測定できるといった高い有効性を持っています。Vis-NIR 分析計は誰でも簡単に測定ができ、同じ結果が得られるため、原料や最終製品の品質水準をサプライヤとユーザー間で統一することができます。可視光領域（400-800nm）ではコバルト含有量を直接予測し、NIR 領域（800-2500nm）では3つのパラメータ（固形分量、比重、粘度）を同時に分析します。このため、400-2500nm のレンジで測定ができる Vis-NIR 分析計は、NIR 領域のみでは測定できないパラメータまでも高精度で測定できるといったメリットを持っています。

固形分量、粘度、比重に関してはサンプル点数を増やして、更に検討を重ねる必要がありますが、今回の検討結果から高精度での多成分同時分析の可能性が示唆されました。



- XDS RapidLiquid アナライザ
  - あらゆる種類の液体や懸濁液をすばやく正確に分析
  - 透過反射モードを使って測定
  - サンプルの前処理不要でリアルタイム分析
- 価格：¥12,400,000. ~

 **Metrohm**

メトロームジャパン株式会社

本社 〒143-0006  
東京都大田区平和島 6-1-1  
東京流通センター アネックス 9F  
TEL 03-4571-1745 (スペクトロスコピー部)  
FAX 03-3766-2080  
大阪支店 〒541-0047  
大阪市中央区淡路町 3-1-9  
淡路町ダイビル 5階 502C  
TEL 050-4561-3140 FAX 06-6232-2312  
e-mail metrohm.jp@metrohm.jp