

キーワード：IR、赤外分光法、高分子材料、表面分析、顕微ATR法

はじめに

近年、高分子材料は、生活用品をはじめ衣類、電子部品や建築資材など様々な分野で幅広く用いられています。しかしながら、高分子材料はそれぞれ様々な特性を有することから、用途に適したものをを用いる必要があります。

赤外分光法は、材料の定性・定量分析を行うための手法の1つであり、現在では幅広い分野において汎用的に用いられています。そのなかでも、化学物質一般、特にプラスチックや繊維等の高分子材料の定性分析では、非常に有力な手段の1つです。また、この手法を用いて測定する装置を赤外分光光度計（IR：infrared spectrophotometerの略）と言います。

装置

赤外分光法は、赤外光（2.5～25 μm）を照射することによって吸収スペクトルを得る手法であり、これらの吸収は、材料を構成している分子の原子団（グループ）振動に基づいています。従って、逆に原子団振動に基づく特徴的な赤外吸収帯によって、原子団を同定することができます。そのため、原子団の種類から高分子材料をある程度同定することが可能です。また、赤外分光法では、横軸に波数（波長の逆数）、縦軸に透過率（または吸光強度）をとりますが、波数は非常に安定性の高いHe-Neレーザー光を基準に校正していますので、波数精度はきわめて高く、再現性のよいデータを得ることができます。

通常、IRでは、試料をKBr粉末に分散させたり、フィルム状に加工するなどして、スペクトルを得るため、試料についてのマクロな情報が得られます。これらは再現性もよいことから、品質管理などにもよく用いられています。しかしながら、近年、材料破損などの原因にもなる微小異物の分析などに関するニーズも増えてきています。微小領域の分析には、顕微IRが優れ

ています。この装置は、IRに顕微鏡を接続することによって赤外光を集光し、微細領域（100 μm程度）の分析を行うための装置です。この測定により、試料についてのミクロな情報が得られます。このように、分析手法についても様々なものがあり、測定する試料の形状や状態によって手法を選択し、測定することができます。

それらの手法の1つとして、ATR法があります。ATR法とは、attenuated total reflectionの略で、高屈折率材質のプリズムを試料表面に接触させることによって、表面層の赤外全反射スペクトルを測定する手法のことです。用いるプリズムの種類により多少の違いはありますが、数百nm～1 μmの表面深さのところを分析することができます。このATR法を用いた測定例を以下に示します。

測定例

近年、環境問題などの観点から、注目されている生分解性プラスチックの分解挙動について測定を行いました。

生分解性プラスチックには、3-ヒドロキシ酪酸と3-ヒドロキシ吉草酸との共重合体である“バイオポール”（商品名）（図1）を用い、土壌（水田）中に埋設し4カ月および12カ月後にサンプリングを行いました。これらの試料を洗浄後、測定を行いました。通常のATR法では、プリズムとの接触面積が広くかつ平滑であることが必要であるため、試料表面の凹凸が大きい本試料では有用なデータが得られませんでした。そこで、顕微ATR法（分解能：4 cm⁻¹）により測定を行いましたので、その吸収スペクトルを図2に示します。

図2より埋設期間の増加とともに、1227cm⁻¹の吸収スペクトル強度が減少していることが分かります。この1227cm⁻¹の吸収スペクトルは、エステルC-Oの逆対称伸縮と思われることから、バイオポールは、主鎖であるエステル部分

から分解することが分かりました¹⁾。

まとめ

顕微ATR法を用いることによって、通常のATR法では測定が困難であった試料表面の凹凸が大きい試料の測定に成功しました。

なお、顕微ATR法は、微小領域(100 μm程度)の測定に優れていることから、少量の試料や樹脂などの材料中に混在する微小異物(有機物)の分析にも適しています。

おわりに

IRは最適な測定手法を選択することによって、品質管理、クレーム対策や研究開発など幅広い範囲で利用できる再現性の高い装置です。

当所に、図3に示すパーキンエルマー製 Spectrum One / MultiScopeを設置しておりますので、一度、ご利用下さい。

参考文献

1) 工業技術連絡会議 物質工学連合部会 高分子分科会 平成12年度共同研究報告書

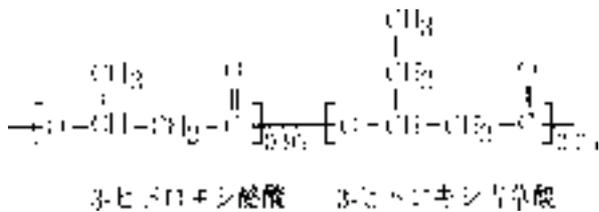


図1 "バイオボール"の構造式

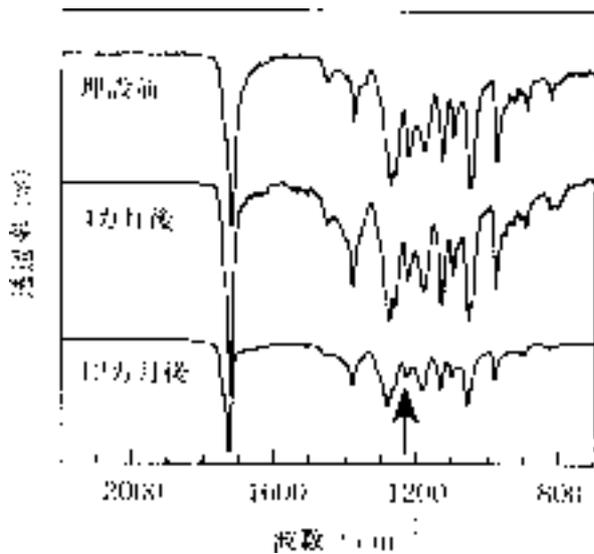


図2 赤外スペクトル

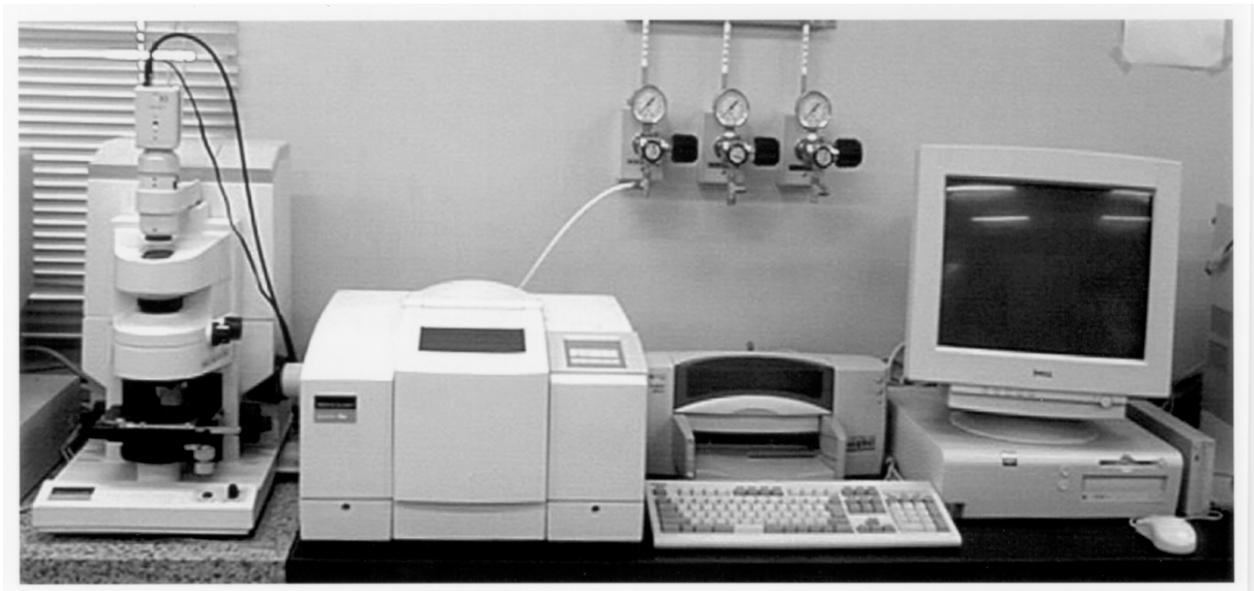


図3 赤外分光光度計と顕微鏡