



ORIST

Technical Sheet

No.24-05

フーリエ変換赤外分光分析システム

キーワード：FT-IR、ATR 法、顕微赤外分光分析、プラスチックの分析

はじめに

フーリエ変換赤外分光光度計 (FT-IR) は、プラスチック、ゴム、油脂、繊維、および塗料などの有機化合物や、セラミックやガラスなど一部の無機化合物が示す赤外光吸収を測定する装置です。原料分析、異物分析および製品の劣化状態分析などの品質管理から、化学反応の進行状態の確認や新規開発物質の構造決定といった先端材料の研究開発まで、ものづくりの様々な段階で利用されます。

本稿では、当所をご利用いただける FT-IR についてご紹介します。

装置の概要

装置の外観を図 1 に、装置の仕様を表 1 に示します。本装置は、数 mm 以上の試料から測定可能な INVENIO R と、数 μm 以上の微小な試料を顕微測定可能な LUMOS II から構成されています。いずれも、固体、液体および粉体の試料状態を測定することができます。

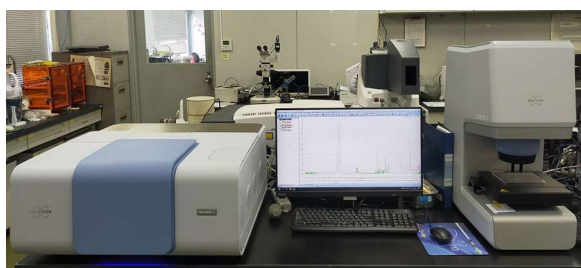


図 1 フーリエ変換赤外分光分析システム外観

測定方法

本装置の主な測定方法は、透過法、一回反射 ATR (全反射減衰) 法、角度可変反射法、拡散反射法、多重反射 ATR 法、顕微透過法、顕微 ATR 法、および顕微反射法です。また、試料の微小領域について、場所による化学組成の違いを二次元的に可視化できるマッピング測定も可能です。

なお、ATR 法についてはテクニカルシート No.13001、角度可変反射法についてはテクニカルシート No.13014、拡散反射法についてはテクニカルシート No.15003 を参照して下さい。ここでは最も汎用性の高い一回反射 ATR 法について、測定手順の概略と測定結果の IR スペクトル (赤外吸収スペクトル) の判別方法について解説します。

一回反射 ATR 法

フィルム・繊維・粉末などの固体や、オイル・溶液などの液体を、特別な前処理なしで測定可能です。試料は ATR クリスタル (ダイヤモンド製もしくはゲルマニウム製) と呼ばれる治具によく密着するように押し付けて固定します (図 2)。ここで、硬くて表面に大きな凹凸がある試料や、球状の試料の場合は、ATR クリスタルと密着性が悪くなるため良好な測定結果が得られない場合がありますので注意が必要です。

試料をセットした後は、制御ソフトウェア上で測定開始を指示すると測定は自動的に行われ、約 1 分で完了します。

表 1 フーリエ変換赤外分光分析システムの仕様

フーリエ変換赤外分光光度計 (ブルカー・ジャパン株式会社製)		
型式	INVENIO R	LUMOS II
測定範囲	8000 cm^{-1} ~ 50 cm^{-1}	6000 cm^{-1} ~ 650 cm^{-1}
最高波数分解能	0.16 cm^{-1}	2 cm^{-1}
検出器	DTGS	電子冷却/液体窒素冷却 MCT
測定方法	透過法、一回反射 ATR 法、 角度可変反射法、拡散反射法、 多重反射 ATR 法	顕微透過法、顕微 ATR 法、 顕微反射法
測定試料	固体、液体、粉体	固体、液体、粉体
最小試料サイズ	数 mm ~	数 μm ~

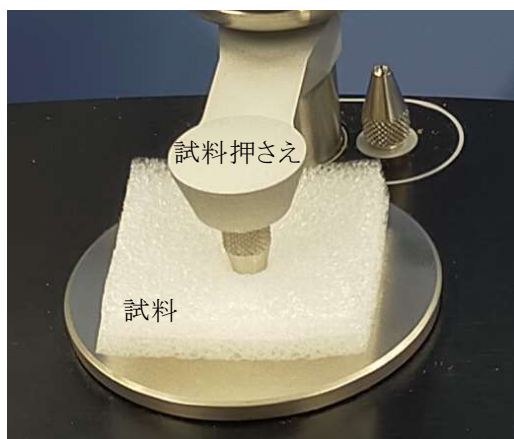


図2 ATRクリスタルに試料をセットした状態

なお、測定により得られる情報は、試料表面から $0.1\ \mu\text{m}$ ~ $5\ \mu\text{m}$ 程度の深さまでであるため、多層フィルムなどで最表層が $5\ \mu\text{m}$ よりも薄い場合は、最表層とその下の層の情報が混在した複雑な IR スペクトルとなります。さらに、最表層が $0.1\ \mu\text{m}$ よりもかなり薄い場合は、最表層から得られるスペクトルの強度が弱くなり、その下の層からのスペクトルに埋もれてしまい最表層の材料が判別できないこともあるため注意が必要です。

IR スペクトルの判別

測定結果は、IR スペクトルとして得られます。IR スペクトルは、おおむね複数のピークの集合として表示され、各々のピークは、試料を構成する物質の化学構造を反映しています。ここで、測定の目的が材料の判別であれば、既知材料の IR スペクトルとの比較により判別を行います。IR スペクトルを並べて見比べ、指紋照合のように全体的なスペクトル形

状の一致度合いで判別します。既存データベースと比較して一致度を計算するソフトウェアもありますが、最終的には、測定者による判別が重要となります。

図3に、一回反射 ATR 法にて測定したポリエチレン、ナイロン 6、ナイロン 66、およびヒトの皮膚の IR スペクトルを示します。ポリエチレンとそれ以外については、明らかに判別が可能です。一方で、ナイロン 6 とナイロン 66 を比較すると、スペクトルの違いはわずかであるため、単純に判別することは困難です。この場合、指紋領域と呼ばれる $1500\ \text{cm}^{-1}$ ~ $650\ \text{cm}^{-1}$ の細かいピークを、データベースなども用いながら詳細に比較し、さらに、熱分析など他の分析結果と組み合わせることで総合的に判別します。

また、ナイロンとヒトの皮膚も似た IR スペクトルを示しています。これは両者共に同じ部分構造、すなわちアミド結合を有しているためです。この判別を行うには、指紋領域や、水分を多く含むと幅広くなる $3300\ \text{cm}^{-1}$ のピークを比較することが有効ですが、試料そのものの顕微鏡による形状確認も重要です。

おわりに

FT-IR は非破壊で迅速に試料を測定することが可能であり、プラスチックなどの材料の判別においては、分析の第一歩として非常に有効です。試料は、フィルムであれば数 mm 角くらいの大きさ、固体や粉体であれば数 mg あれば十分に測定が可能です。顕微測定においては、直径数十 μm の繊維 1 本でも測定が可能な検出感度を有しています。お手元の試料が測定可能かについてはお気軽にお問合せ頂き、本システムを有効にご活用ください。

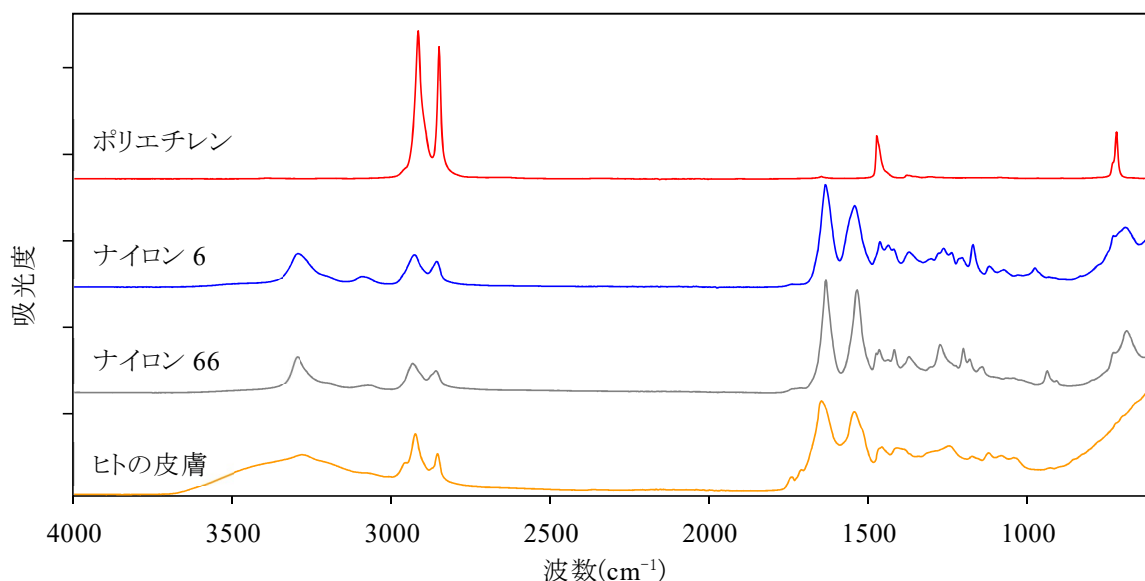


図3 一回反射 ATR 法により測定した IR スペクトル

発行日 2024年7月1日
 作成者 高分子機能材料研究部 有機高分子材料研究室 二谷 真司
 Phone: 0725-51-2735 E-mail: nitanim@orist.jp