

FT-IR 分析における測定方法

福島県ハイテクプラザ 技術開発部 工業材料科 矢内誠人

Key Words: FT-IR、透過法、バックグラウンド、反射法、ATR 法

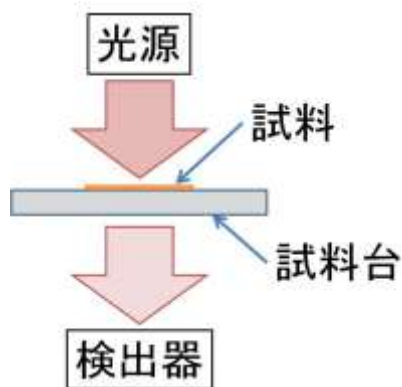
1. FT-IR 分析とは

FT-IR(フーリエ変換赤外分光分析)は有機物の定性分析において威力を発揮する分析方法である。この分析により、異物の特定やプラスチック材料の劣化など、様々な情報が得られる。

FT-IR 分析は赤外領域の光の吸収を測定している。この吸収スペクトルを得る方法はいくつかあり、目的、用途によって使い分けされている。主な測定方法を紹介していく。

2. 透過法

測定試料に光を照射し、透過してくる光を検出する方法である。光学系のイメージを以下に示した。試料を光が透過するため、試料は薄いことが望ましい。



光源から出た光は大気、試料、試料台を透過して検出器で検出される。このため、大気、試料台の吸収は余分である。このため、あらかじめ大気、試料の吸収を測定しておき(このデータをバックグラウンドという)、試料の測定の際に補正する。特に大気中に含まれる二酸化炭素、水は赤外領域に吸収を持つため、試料のデータと混同しないようにしなければならない。

以下にバックグラウンド測定の結果を示す。試料台はダイヤモンドを使用している。これは赤外領域に吸収が少ないこと、強度があり、試料台の上で試料の調製が可能であること、などの利点から一般的に使用されている。

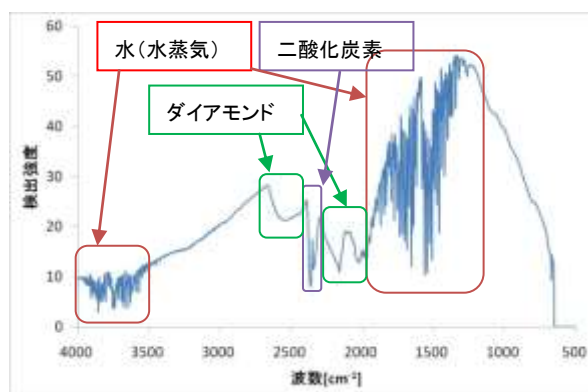
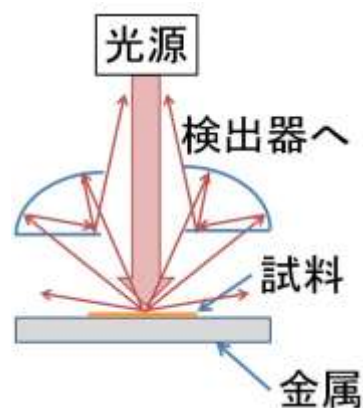


図. バックグラウンドの測定結果

3. 反射法

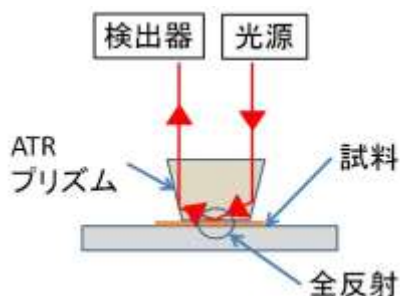
金属に光を照射すると反射が生じる。金属上に有機物が存在するとき、反射光には有機物が吸収した光が混在する。この反射光の測定を行うことで有機物の吸収スペクトルを得ることができる。



光は試料を透過後金属面で反射して光源方向へ反射し、ある反射方向の光を集めて検出器へ導入する。有機物の光の反射効率が低い(1%未満)、金属での反射が必要となる。このため、試料が薄くないと測定できない。

4. ATR法 (Attenuated Total Reflection)

光は屈折率の大きい物質から小さい物質へ入射する際、ある角度より小さい角度で光が入射すると、光の透過が起こらず全て反射してしまう。これを全反射という。全反射が起こる界面ではわずかに光が染み出し、反射される。これにより、全反射プリズムに試料を接触させておくと試料の吸収スペクトルが得られる。これを利用したのが ATR 法である。



この測定法は試料に接触させれば測定できるため、切断、プレス等の前処理が必要ない。また、全反射領域での光の潜り込み深さが数 μm であるため、極表面領域の分析が可能である。しかし、試料と接触させる必要があるため、凹凸の激しい試料などは測定できない。

5. 測定方法の比較

各測定法には試料が受ける制約がある。以下にそれらを列挙した。

○透過法

- ・薄くする必要があるので、切断、プレスが必要
- ・固体、液体の測定が可能

○反射法

- ・金属上の有機物のみ測定可能

- ・厚膜の測定不可

○ATR 法

- ・非破壊での測定が可能
- ・大きさに制限あり
- ・測定部位がフラットであることが必要

測定の目的に合わせて測定方法を選び、データを得る必要がある。具体的な例を挙げて説明する。

<ケース1>

金属部品の機械加工をしている。加工時に油を使用しており、加工後の製品に付着している油を分析したい。

⇒金属表面に付着している油は少量であることが予想されるため、反射法で測定可能。大量に付着しているのであれば透過法でも測定可能。

<ケース2>

製品の一部に変色した箇所が見られる。形状は2mm厚の板状。変色は ϕ 1mm程度の円形。

⇒非破壊での測定が求められれば ATR 法で測定可能。ただし、内部に存在する異物に変色原因である場合は検出できない。破壊可能であれば変色部分を採取して透過法で測定。

<ケース3>

製品に異物が付着している。これを特定したい。

⇒できれば透過法で測定したほうがよい。サンプルを保管しなければならない場合は ATR 法。

<ケース4>

屋外に設置した樹脂カバーの劣化具合を評価したい。

⇒試料が小さければ ATR 法にて測定。試料が大きくて、ステージにのらない場合は表層のみを採取して透過法にて測定。

測定の部位、目的等を測定前によく検討してから測定することが望ましい。