

「フーリエ変換赤外分光光度計のご紹介」

兵庫県立工業技術センター 研究員 平瀬 龍二
 TEL: 078-731-4199 E-mail: hirase@hyogo-kg.jp

① はじめに

昨今頻発している食品への異物混入は社会的な問題となっていますが、製品への異物混入や汚染などによるクレームへの対応は食品業界だけでなく、種々の業界において重要な課題となっています。これらのクレームに関する相談が各種業界のお客様から兵庫県立工業技術センターに寄せられており、当センターでは、保有している分析装置による異物や汚染物質の特定など、問題解決に向けての技術支援を行っています。

「フーリエ変換赤外分光光度計」はそれら分析装置の一種であり、本稿では、本装置の簡単な測定原理および特徴について解説し、測定方法などについてご紹介します。

② 「フーリエ変換赤外分光光度計」の測定原理および特徴

物質は原子と原子の結合から構成されている分子の集まりであり、それぞれの結合は固有振動（伸縮や変角）しています。これに赤外光（Infrared: IR）を照射すると、各結合の振動に等しいエネルギー（波長）の光を吸収します。この現象を利用し、照射した赤外光（波長が 2.5 μm ~ 25 μm の中赤外）が物質に吸収される波長と吸収強度を測定する装置が赤外分光光度計です。得られるスペクトルから分子が有する結合（官能基）を推測でき、その結果物質の同定が可能となります。赤外光源より出た連続光はマイケルソン型干渉計を通り、干渉光となり検出器に到達します。その出力信号をデジタル化し、フーリエ変換（Fourier transformation: FT）することで赤外吸収スペクトルを得ることができます。この方式の赤外分光計が「フーリエ変換形赤外分光光度計」(FT-IR) です。

FT-IR による分析は、試料が有機物の場合に特に有効です。無機物も測定可能ですが、塩化ナトリウムなどのように吸収が得られない物もあります。また、金属やカーボンでは光を反射や吸収してしまうため、有効なスペクトルは得られません。この分

析は先述のクレーム処理だけでなく、品質管理（ロット間の比較など）、確認試験（原料材質の定性など）、研究開発（経時変化の追跡、合成物のピーク確認など）等に活用できます。

③ 赤外吸収スペクトルの測定方法

図1に赤外吸収スペクトルの例を示します。横軸は一般的に波長ではなく波数 (cm⁻¹) で示されます。縦軸は光の透過率 (%T) あるいは吸光度 (Abs) が用いられます。図1は透過率表示の例ですが、定量分析を行う時は吸光度を用います。

当センターが保有している FT-IR (Thermo Fisher Scientific 社製 Nicolet iS50) では、表1に示す測定方法が可能です。透過法は古くから用いられている一般的な手法ですが、試料の厚さや濃度がピークの強度に影響するため、それらを慎重に調整する必要があります。ATR 法とは Attenuated Total Reflection (全反射) 測定法の略です。屈折率の大きいクリスタルに試料を密着させ、試料とクリスタル界面で全反射が起こるように光を入射します。この際、入射光はわずかに試料内部に潜り込んでからクリスタルに戻ります。この潜り込みの間に光の吸収が起こるため、透過スペクトルとほぼ同様のスペクトルが得られます。この手法では試料表面から数 μm のみを測定するため、試料厚みや濃度を調整する必要はありません。また、液体、粉末などもそのまま測定できるため、大変有用な手法です。金属基板上に薄く付着した試料については反射法が有効です。赤外光が試料を透過し金属上で反射して戻ります。その

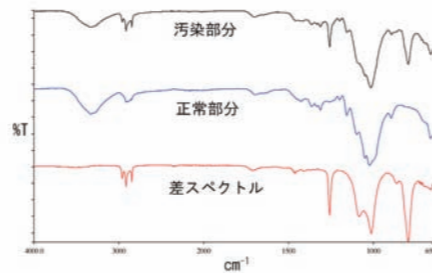


図1 測定した赤外吸収スペクトル

結果、試料の透過スペクトルを得ることができます。例えば、金属板上のコート層や塗膜 (厚みは 0.1 ~ 5 μm) を測定することができます。

図1は紙に付着していたシミをそのままの状態です ATR 法により測定し、原因物質を同定した例です。上段のスペクトルはシミの原因物質および紙の吸収を含んでいます。次に、シミのない部分の紙を測定し (中段)、先ほどのスペクトルから紙の吸収を引き去る (差スペクトル) ことにより、シミのみのスペクトル (下段) を得ました。このスペクトルを保有しているデータベースと照合することにより、シミの原因物質はシリコーン系油剤と推測できました。本装置は多成分分析を行うアプリケーション (OMNIC Spectra) を保有しているため、上記のようなスペクトル処理を行うことなく、原因物質を推測することも可能です。

④ 顕微FT-IRによる測定

測定対象試料における分析手法の大きな判別方法を図2に示します。試料の大きさが数百 μm 以下になると顕微 FT-IR による測定が必要となってきます。当センターが保有している顕微 FT-IR (Thermo Fisher Scientific 社製 Nicolet iN10) を用いることにより、顕微測定を行うことができます。測定方法は、透過法、ATR 法および反射法が可能です (表1参照)。また、本装置は XYZ オートステージを装備しており、ある領域内で一定のスポットサイズでステージを走査しながらスペクトルを取り込んでゆくマッピング測定も行えます。複数成分から成り何らかの分布が見られる試料では、各測定部位における吸収の有無が明らかになります。その分布はピーク高さ (比) や面積 (比) を計算し色分け図等にする事で評価できます。図3は印刷物をマッピング測定した結果です。可視画像 (左) と一致したトナーの分布図 (右) が得られました。

⑤ おわりに

紹介させて頂きましたフーリエ変換赤外分光光度計は、お客様ご自身による測定 (機器利用) にてお使い頂けます。ご利用料金は、初回に機器利用研修 (使い方のご説明) 費 4,000 円、1 時間当たりの利用費 1,200 円となっております。その他、詳細およびご不明な点につきましてはどうぞお気軽にご相談ください。

表1 FT-IRの測定方法および特徴

測定方法	特徴
透過法	最も一般的な手法です。試料に光を照射し、試料を透過した光を検出します。試料は薄く (10 μm以下) する必要があります。
ATR法	クリスタル(ダイヤモンドなど)に試料を密着させ、クリスタル側から赤外光を入射して赤外スペクトルを得る手法です。試料の最表面の情報が得られる(表面から数μm程度)ため、試料厚みを調整する必要はありません。
反射法	試料に直接赤外線を照射し、反射光を測定する手法です。金属基板上に薄く付着した試料の測定に有効です。

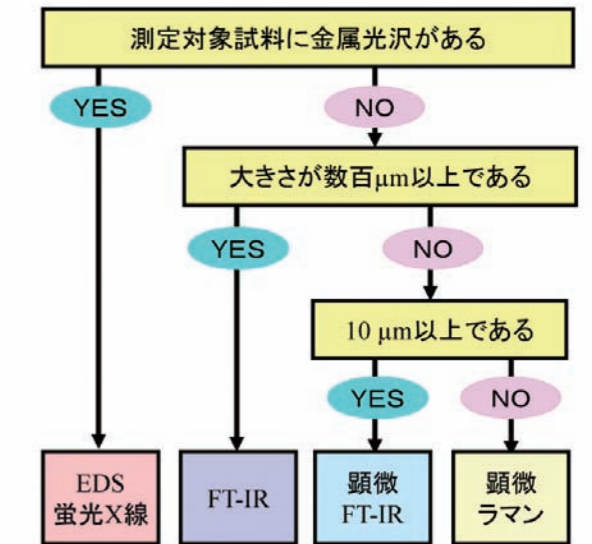


図2 試料による分析手法の場合分け

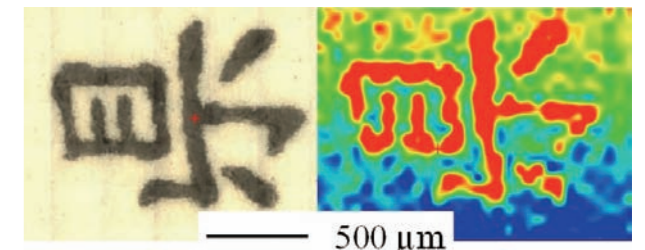


図3 印字されたトナーのマッピング測定結果