

FTIR光音響法の応用（その1）

Application of FTIR-Photoacoustic Spectroscopy

光音響分光法（PAS）は、変調された赤外光を密閉された容器内の試料に照射し、試料から発せられる熱を試料周辺の空気の圧力変化として高感度マイクロホンで検出し、スペクトルを得る方法です。PASのおもな利点として、試料の形態を

問わず前処理なく測定できる、 μm オーダのデプスプロファイル分析ができる、などの点があります。

ここでは、これらの特長を示すため、いくつかの試料を用いてその測定例を紹介します。

デプスプロファイル分析

Depth-profiling

深さ方向の分析をPASで行う場合、情報を取り込む深さの目安となるのは、熱拡散長とよばれるパラメータです。熱的に厚い試料では、熱拡散長に比例して光音響信号は強くなります。この熱拡散長は熱分布の深さの目安で、変調周波数に依存しているため、変調周波数を変化させることにより光音響信号の出る深さを変えることができます。すなわち、変調周波数を高くすると、熱拡散長が小さくなり信号強度も弱くなりますが、逆に変調周波数を低くすると、信号強度は大きくなります。通常のマイケルソン干渉計の場合、変調周波数（ f ）は $f = 2V$ で表され、移動鏡のミラー速度 V （ cm/s ）と波数（ cm^{-1} ）に依存します。したがって、ミラー速度が遅くなるほど熱拡散長が大きくなり、光音響信号も大きくなります。

Fig.1は、0.5mmのポリカーボネイト（PC）基板にウレタン系ポリマーが $5\mu\text{m}$ 厚でコーティングされたものを、ミラー速度 2mm/sec で測定したものです。この試料をミラー速度を変えて測定した結果をFig.2に示しました。（a）はPCの基板でミラー速度は 2mm/sec 、（b）、（c）、（d）はコーティング面でミラー速度はそれぞれ2、4、 6mm/sec です。ミラー速度が速くなるほど下層のPCのピーク（印）が小さくなっています。

このように、ミラー速度を変更することによって数 μm ～数十 μm 程度のデプスプロファイルが分析できます。

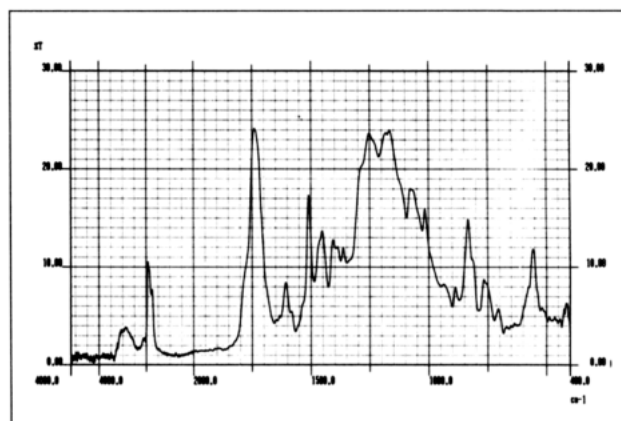


Fig. 1 コーティングされたポリカーボネイト板の光音響スペクトル
Photoacoustic Spectrum of Coated Polycarbonate Plate

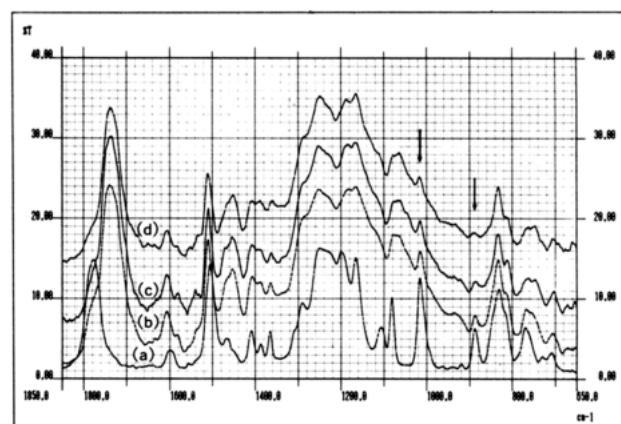


Fig. 2 移動鏡速度を変えたときの光音響スペクトルの変化
Photoacoustic Spectra with Different Mirror Speed

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Resolution	: 8cm^{-1}
Accumulation	: 500 (1 000 for (d))
Apodization	: Happ-Genzel
Purge gas	: He

塗膜の測定 Analysis of coatings (paint film)

塗膜の赤外スペクトルを測定するには、ATR法、正反射法、高感度反射法などがありますが、測定する試料の膜厚、基板の種類などに応じてこれらのなかから適当な方法を選択する必要があります。PASでは、これらの条件にほとんど制約されず測定することができます。

Fig.3は、缶ジュースの缶の外側(a)と内側(b)の光音響スペクトルです。また、Fig.4は木片上

の塗膜の光音響スペクトルです。このようにPASでは、塗膜の測定が簡単に行えます。

Table 2 分析条件
Analytical Conditions

Resolution	: 8 cm ⁻¹
Accumulation	: 500
Apodization	: Happ-Genzel
Mirror Speed	: 2.0mm/sec
Purge Gas	: He

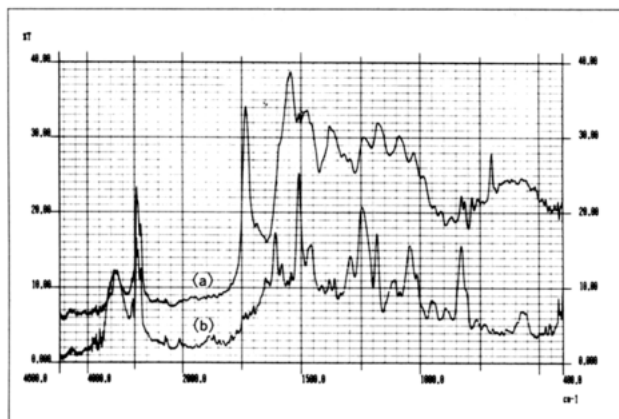


Fig. 3 ジュース缶の外側(a)と内側(b)の光音響スペクトル
Photoacoustic Spectra of outside(a) and inside(b) of beverage can

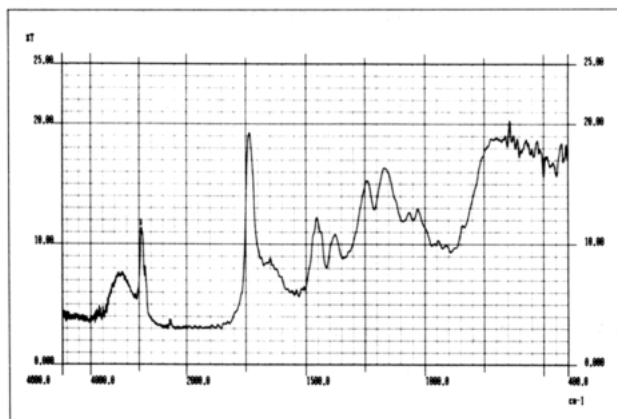


Fig. 4 木片上の塗膜の光音響スペクトル
Photoacoustic Spectrum of paint coated on wood

毛髪の測定 Analysis of Hair

毛髪の赤外スペクトルを測定するには、ATR法、赤外顕微鏡などがありますが、毛髪1本程度の量を簡単に測定するには、PASが最適です。ここでは、毛髪に市販の枝毛防止用コーティング剤を塗ったものを測定した結果を紹介します。Fig.5 (a)はコーティング剤を塗った毛髪、(b)は未処理の毛髪の光音響スペクトルです。また、Fig.6は(a) - (b)の差スペクトルです。1260、1100、

800cm⁻¹付近にコーティング剤に配合されている高分子シリコンの吸収が現れています。

Table 3 分析条件
Analytical Conditions

Resolution	: 8 cm ⁻¹
Accumulation	: 500
Apodization	: Happ-Genzel
Mirror Speed	: 2.0mm/sec

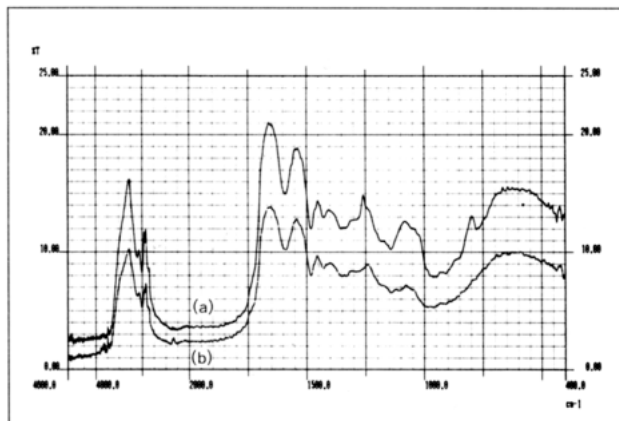


Fig. 5 表面コートした毛髪の光音響スペクトル
Photoacoustic Spectra of Coated(a) and Uncoated(b) Hair

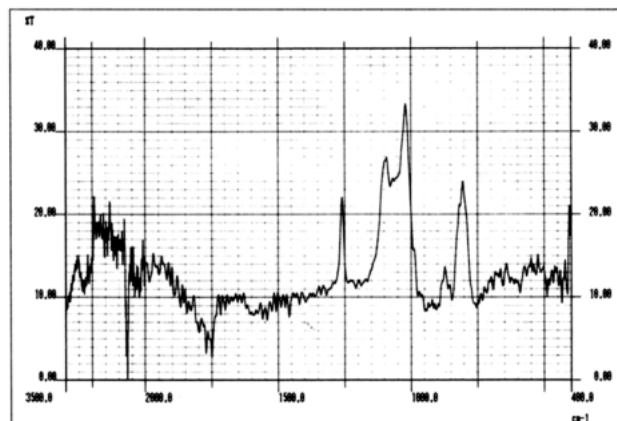


Fig. 6 差スペクトル
Difference Spectrum