

FTIRとEDXによるゴム製ダイヤフラムの分析

Analysis of diaphragm made of black rubber by FTIR and EDX

ゴムの定性分析の手法として、迅速簡便なFTIRによるATR測定があります。ATR法ではプリズム表面にゴムを密着させることで簡単に赤外スペクトルを得ることができ、これによりゴムの定性分析を行うことができます。一方、EDX（エネルギー分散型蛍光X線分析装置）においても、

非破壊で簡単、迅速に元素分析を行うことが可能です。ここではゴム製のダイヤフラムを試料として、FTIRおよびEDXによる定性分析を行いましたので、その解析結果をご紹介します。

S. Takeuchi R. Ogawa

ゴム製ダイヤフラム

What's Diaphragm ?

ダイヤフラムとは運動する部品と静止している部品のすきまに設置され、流体が混ざらないようにするための膜のことです。ゴム製ダイヤフラムにはさまざまな形状、材質のものがあありますが、ここではFig.1に示した黒色のダイヤフラムを試料としました。このようなダイヤフラムは、折り返し部分での劣化が問題となりますが、ここでは未使用品の定性を目的としてFTIRとEDXによる分析を行いました。



Fig.1 ゴム製ダイヤフラムの概観
Test sample of diaphragm

FTIR - ATR法による分析

Analysis of diaphragm by ATR spectroscopy

試料のダイヤフラムは黒色でカーボンを含んでいる可能性があるため、1回反射ATR装置MIRacle（PIKE社製）のGeプリズムを用いて測定を行いました。Fig.2に測定の結果得られたATRスペクトルを示しました。

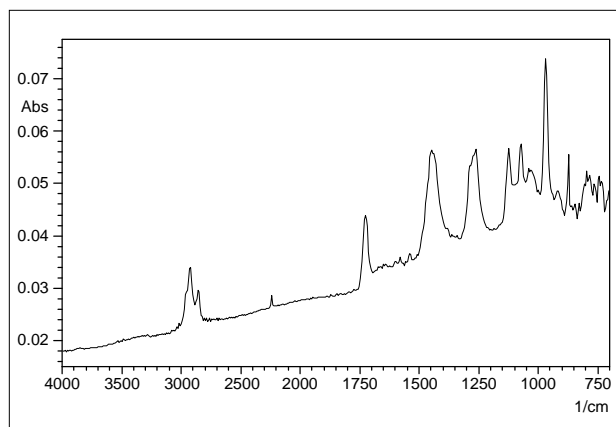
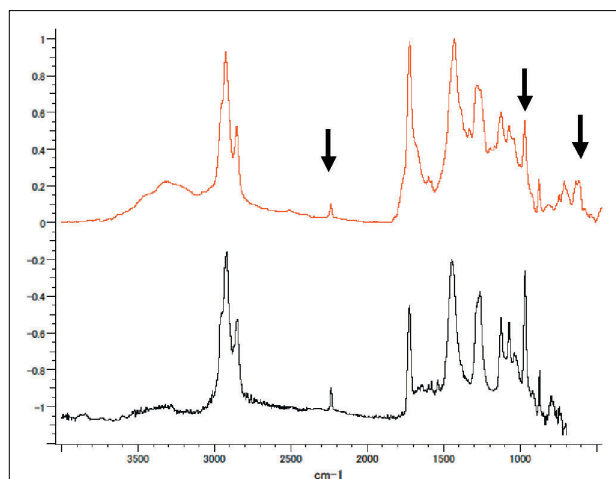


Fig.2 ダイヤフラムのATRスペクトル
ATR spectrum of diaphragm



項目名	ハリュウ
Name	ENSOLITE TYPE ML
Technique	FILM (GAST FROM TRICHLOROETHANOL)
Comments	Chemical Description= CLOSED-CELL FOAM; SPECIALLY MODIFIED PVC WITH NITRILE RUBBER TO STRENGTHEN CELL WALLS, PRODUCING A CROSS-LINKED POLYMER
Classification	Polymers= PLASTICIZED POLYVINYL CHLORIDES
Density	0.04 - 0.064
Source of Sample	UNIROYAL INC.

Fig.3 ATRスペクトルの検索結果
Search results for ATR spectrum
(KnowItAll™ Infomatic System 7.0)

Table 1 FTIRの測定条件
Analytical conditions of FTIR

Resolution	: 4 cm ⁻¹
Accumulation	: 40
Detector	: DLATGS

Fig.2のスペクトルに対してベースライン補正をして、スペクトル検索を行った結果をFig.3に示しました。下段は測定結果のスペクトル、上段はデータベースからヒットしたスペクトルで、PVC（ポリ塩化ビニル）を含んだニトリルゴムのスペクトルを示しています。

赤外スペクトルにおいては、Fig.3の矢印で示したようにニトリルゴムは2200 cm^{-1} 付近のニトリル基、および966 cm^{-1} 付近の=C-H面外変角振動のピークから、またPVCは600 cm^{-1} 付近のC-Cl伸縮振動のピークからその存在が確認できます。ただし、Fig.3の検索結果においては、下段のATRスペクトルがGeプリズム自体の吸収の関係で700 cm^{-1} 以下の範囲が測定できていないためC-Clのピークが確認できません。

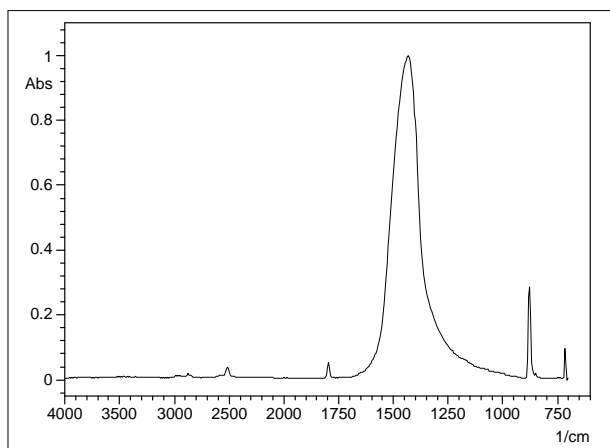


Fig.4 炭酸カルシウムの赤外スペクトル
IR spectrum of Calcium carbonate

EDXによる分析

Analysis of diaphragm by EDX

同じ試料をEDXで定性分析した結果をFig.5に示しました。分析元素範囲はNa~Uです。この結果より、主にS, Cl, Ca, Znが含有されていることがわかります。

Table 2 EDXの分析条件
Analytical conditions of EDX

Instrument	: EDX-720
X-ray Tube	: Rh target
Filter	: Filter #1 (for Cl)
Voltage	: 50 kV (for Ti - U), 15kV (for Na - Sc, Cl)
Current	: Auto
Atmosphere	: Air
Measurement Diameter	: 5 mm ϕ
Measurement Time	: 60 sec
Dead Time	: 40 %

解析結果

Result

Fig.5のEDXで検出されたClは、Fig.3の検索結果よりPVCに含まれているものと推測されます。一方、Caは炭酸カルシウムとして含有されていることが推測されます。これは、Fig.4に示したように炭酸カルシウムの赤外スペクトルに見られる特有のピーク（1430 cm^{-1} ・880 cm^{-1} 付近）がFig.2の測定結果にも認められることから判断できます。

以上の結果より、ゴム製ダイヤフラムにはニトリルゴム、ポリ塩化ビニル、さらに炭酸カルシウムが含まれていると考えられます。

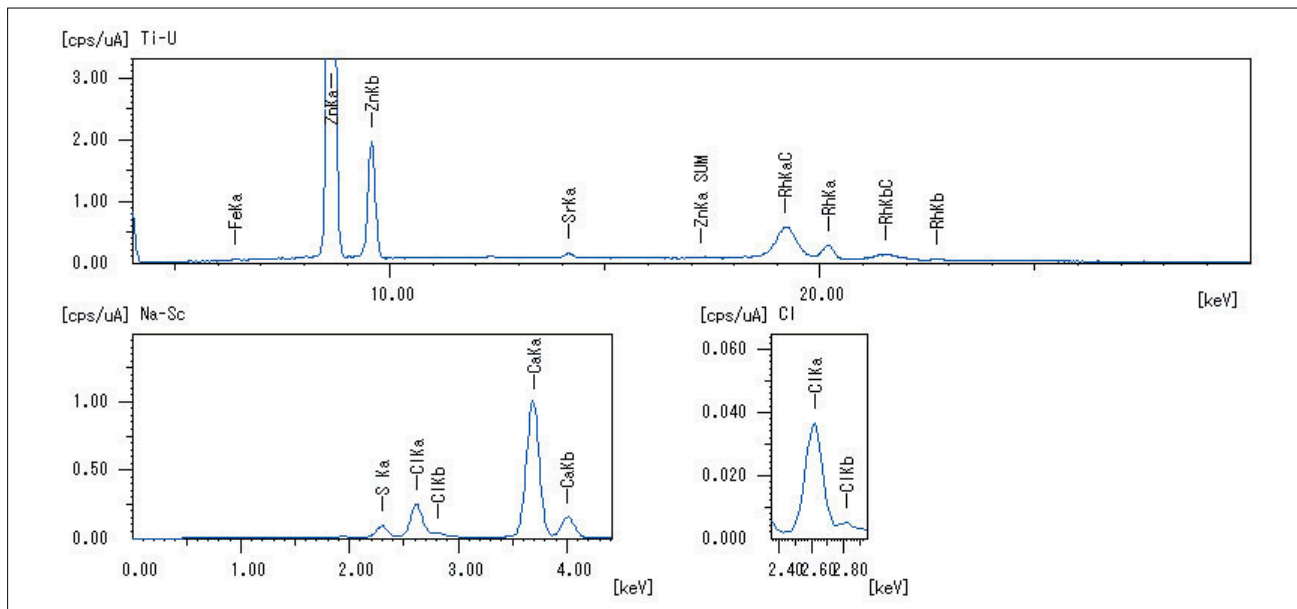


Fig.5 EDXによる定性分析結果
Results of qualitative analysis by EDX

初版発行：2009年1月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

● 0120-131691(携帯電話不可)
● 携帯電話専用番号(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。