

FTIR によるゴムの分析 - ゴムからの炭酸カルシウムの除去方法 -

Analysis of Rubbers by FTIR

-Method to Remove Calcium Carbonate in Rubbers-

炭酸カルシウムは化学式CaCO₃の白色粉末で、私たちの身近でよく使用されています。例えば主成分として使用されているものとしてはチョークなどがあります。その他、ゴムやプラスチック、紙、歯磨き粉などの充填剤としても炭酸カルシウムは広く使用されています。

炭酸カルシウムを含有したゴムの赤外スペクトルを測

定する場合、炭酸カルシウムの大きなピークがゴム成分のピークを隠してしまい、定性を困難にすることがあります。そこで今回は、炭酸カルシウム含有ゴムから炭酸カルシウムを除去する前処理方法をご紹介します。

S.Murakami

炭酸カルシウム

Calcium Carbonate

炭酸カルシウムの物性の一部をTable 1 に示します。

Table 1 炭酸カルシウムの物性¹⁾
Properties of Calcium Carbonate

結晶構造	六方晶系, 斜方晶系
密度	2.72 g/cm ³ (六方晶系) 2.95 g/cm ³ (斜方晶系)
溶解度	0.00134 g/水100g(0)

炭酸カルシウムは水に極めて難溶ですが、酸に溶けてCO₂を発生します¹⁾。酸として塩酸を用いた場合には、以下のように反応します。



測定方法

Measurement Method

赤外スペクトルの測定は1回反射型全反射測定装置(デュラサンプラー)を用いて行ないました。デュラサンプラー

の外観をFig.1に示します。また測定条件についてはTable 2に示します。

Table 2 測定条件
Analytical Conditions

Resolution	: 4 cm ⁻¹
Accumulation	: 45
Detector	: DLATGS



Fig.1 デュラサンプラー II の外観図
Overview of DuraSampIR II

炭酸カルシウムの赤外スペクトル

Spectrum of Calcium Carbonate

Fig.2に炭酸カルシウムを1回反射ATR法で測定した赤外スペクトルを示します。

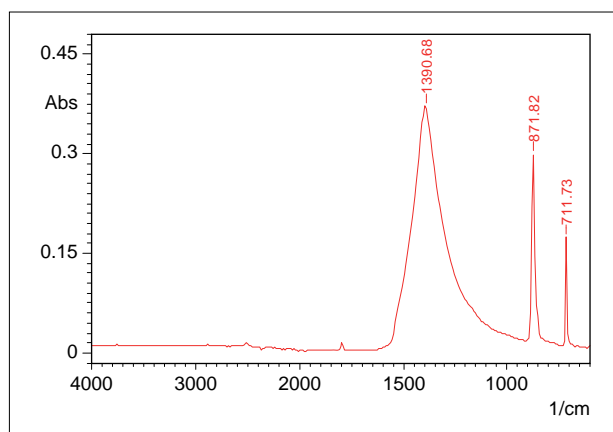


Fig.2 炭酸カルシウムのスペクトル
Spectrum of Calcium Carbonate

Fig.2に示したスペクトルより、 CO_3^{2-} による幅広く強い吸収が 1390 cm^{-1} 付近にあることが分かります。炭酸カルシウムを含有したゴムでは、ゴム成分に由来するピークが炭酸カルシウムの吸収に隠れてしまい、定性が困難になることがあります。このような場合、炭酸カルシウムのピークを除去することができれば、ゴム成分の定性が格段に簡単になります。

炭酸カルシウム含有エチレンプロピレンジエンゴム EPDM Rubber containing CaCO_3

今回測定に用いた試料は炭酸カルシウム、タルク、カルボン酸エステルなどを含有したエチレンプロピレンジエンゴム (EPDM) です。1回反射ATR法で測定した結果をFig.3に示します。

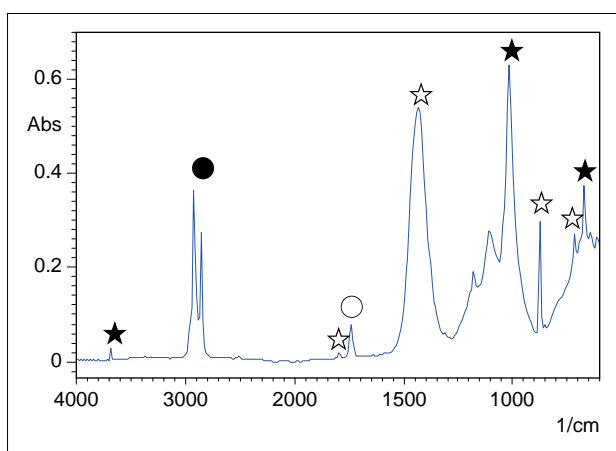


Fig.3 炭酸カルシウム含有EPDMのスペクトル
Spectrum of EPDM containing Calcium Carbonate

Fig.3中の各記号は炭酸カルシウム (☆), タルク (●), カルボン酸エステル (○), EPDM (☆) のピークを示しています。EPDMは炭化水素系ゴムで、 $3000\sim 2800\text{ cm}^{-1}$ 付近のC-H伸縮振動と $1500\sim 1300\text{ cm}^{-1}$ 付近のC-H変角振動によるピークを持ちます。しかし炭酸カルシウムの CO_3^{2-} による幅広い吸収によって、EPDMのC-H変角振動のピークは確認できません。

そこで試料を塩酸中に10分間浸し、その後スペクトルを測定しました。得られたスペクトルをFig.4に示します (注意: 塩酸処理したゴムは塩酸が残らないように、十分洗浄して下さい)。

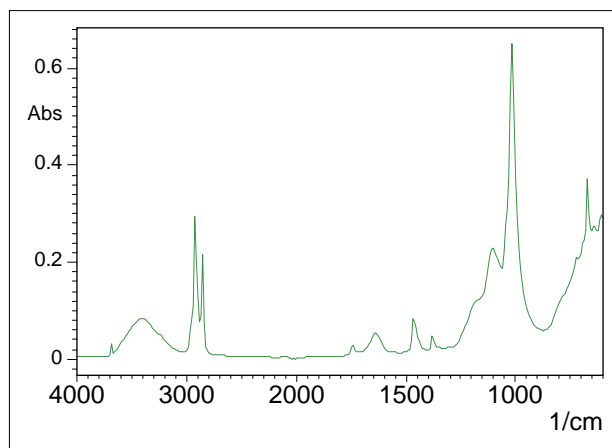


Fig.4 炭酸カルシウム含有試料のスペクトル(塩酸処理)
Spectrum of EPDM after Reaction of Calcium Carbonate with Hydrochloric Acid

Fig.4より、塩酸処理後は炭酸カルシウムのピークが消え、 1460 cm^{-1} および 1380 cm^{-1} 付近にEPDMのC-H変角振動が確認できます。これは、式(1)の化学反応によって炭酸カルシウムが塩化カルシウムに変わったことによります。

一方、 3400 cm^{-1} および 1650 cm^{-1} 付近にFig.3には見られなかったピークが確認できます。これは処理後の乾燥が不十分なために残った水のピークと考えられます。そこで水分を除去するために、処理後の試料を乾燥させた後に再度測定を行ないました。得られたスペクトルをFig.5に示します (各々のスペクトルは1, 5, 10分間乾燥後のスペクトルです)。

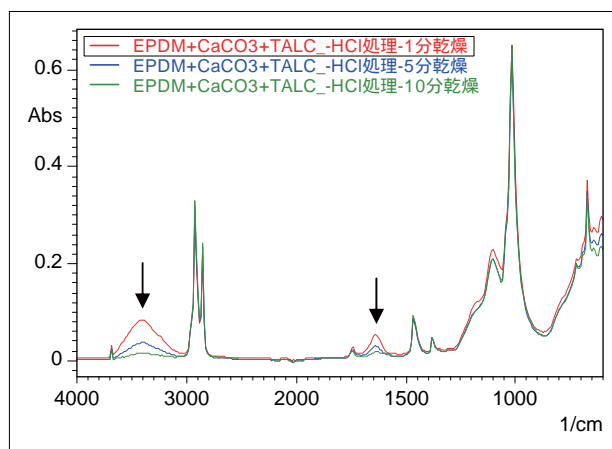


Fig.5 乾燥処理後の試料のスペクトル
Spectra of EPDM after Drying

Fig.5より、乾燥過程で徐々にFig.4で見られていた水のピークが消えることが分かります。

このように、塩酸処理することによって赤外スペクトルから比較的簡単に炭酸カルシウムのピークを除去することが可能です。ただし強酸を使用しますので、前処理の際には十分注意して下さい。

[参考文献]
1) 理化学辞典 岩波書店

初版発行：2009年7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>

会員制情報サービス「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。