

SiCサンプルを用いた拡散反射測定

Diffuse Reflectance Measurement with SiC Sampler

フーリエ変換赤外分光光度計 (FTIR) とその付属品を用いたさまざまな測定方法の発達により、試料の前処理などに費やす時間や労力は以前と比べ格段に少なくなりました。しかしすべての試料に対してそれがいえるわけではありません。

ここでは、これまでサンプリングが困難であった大形成品やプラスチックペレットなどのサンプリングおよび測定に対してたいへん有効なSiCサンプルについて紹介します。

SiCサンプル

SiC Sampler

これまで、たとえば樹脂製のタンクのような大形成品などの赤外スペクトルを測定するには、試料を薄く切り出し、透過法やATR法を用いた測定や、試料表面を削り取ったり、塊で切り出した試料を粉末状に砕いたのち、KBr粉末などで希釈し、KBr錠剤法や拡散反射法を用いた測定などが一般に行われてきました。

SiCサンプルは、ホルダにはりつけたSiC (シリコンカーバイト) の紙ヤスリで試料を削り取るにより、紙ヤスリ上に直接サンプリングが行え、ホルダごと拡散反射付属装置に装着して赤外スペクトルを測定することができます。そのため、試料の切り出しや粉碎、希釈などの前処理の手間がなくなり、大形成品などの測定がたいへん簡便に行えます。

Fig.1にSiCサンプルの外観、Fig.2にその構造を示します。

SiCサンプルを用いた拡散反射測定では、サンプリングする前のSiC紙ヤスリを測定してリファレン

ススペクトルを得ます。そのため、SiC紙ヤスリ自体による拡散反射は打ち消し合い、試料のみの拡散反射スペクトルを得ることができます。

しかし、試料やサンプリングの状態によってはSiC紙ヤスリによる拡散反射がうまく打ち消されず、スペクトルに影響を与える場合もあります。そういう場合はアルミ蒸着ミラーを用いて、紙ヤスリ自体の赤外スペクトルを測定し、データ処理で差スペクトルを求めることによりその影響を取り除くことができます。

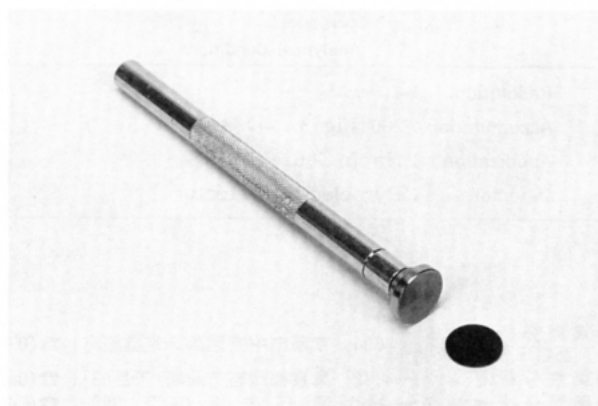


Fig.1 SiCサンプルの外観
Appearance of SiC Sampler

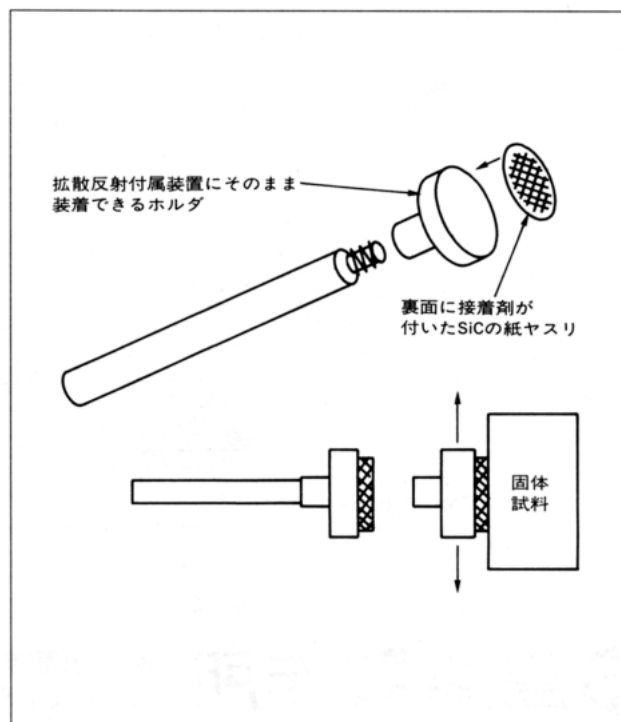


Fig.2 SiCサンプルの構造
Structure of SiC Sampler

SiCサンプルを用いたプラスチック試料の測定例 Application of SiC Sampler to Plastics

Fig.3, 4は使用前, 使用後のポリエチレンタンク表面の拡散反射スペクトルです。両者を比べると, 紫外線照射のため使用後のポリエチレンタンクのスペクトルには1700cm⁻¹付近に過酸化, エステル, ケトンによる>C=O基のピークや, 3400cm⁻¹付近に水酸基のピークが見られます。

Fig.5~7は形成時における加熱温度の異なる3種類のポリエチレンプレート表面の拡散反射スペクトルです。熱による酸化の度合いの違いが1700cm⁻¹付近および3400cm⁻¹付近に現れています。

なお, Fig.3~7は差スペクトル法によりSiC紙ヤスリによる拡散反射の影響を除いてあります。

以上のように, SiCサンプルを用いた拡散反射法により, 大形成品の赤外スペクトルが容易に測定でき, 今後さらに各種試料への応用が期待されます。

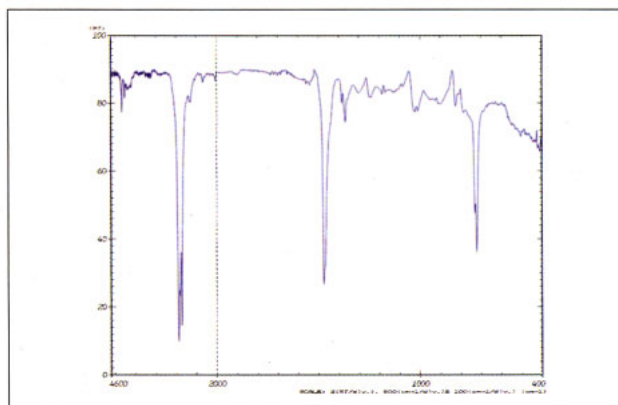


Fig.5 加熱温度220°Cのポリエチレンプレート
Polyethylene Heated at 220°C

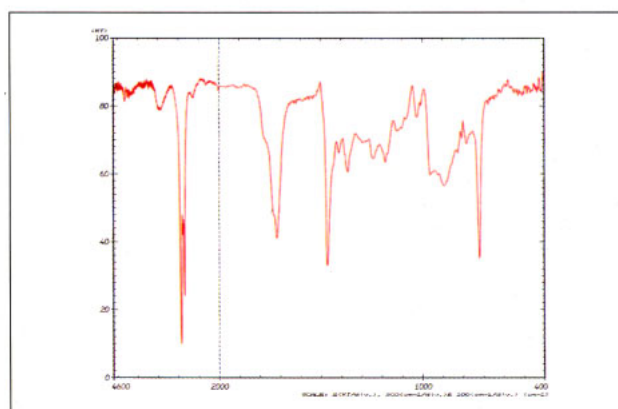


Fig.6 加熱温度260°Cのポリエチレンプレート
Polyethylene Heated at 260°C

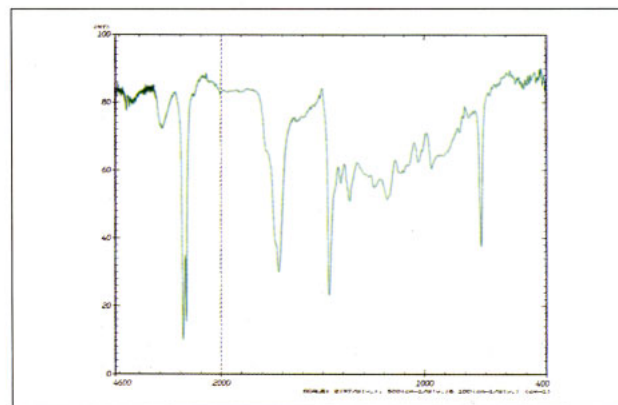


Fig.7 加熱温度280°Cのポリエチレンプレート
Polyethylene Heated at 280°C

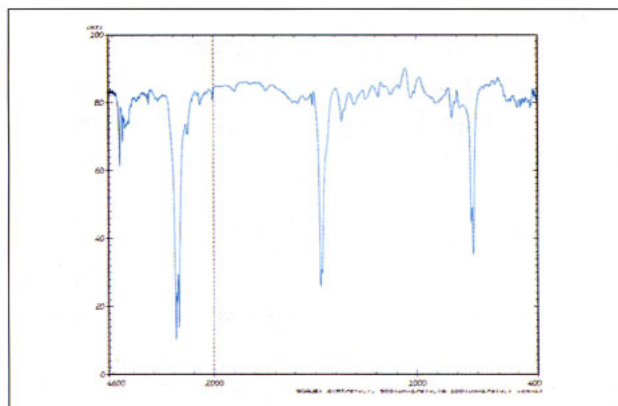


Fig.3 未使用ポリエチレンタンクの赤外スペクトル
Infrared Spectrum of Polyethylene Standard

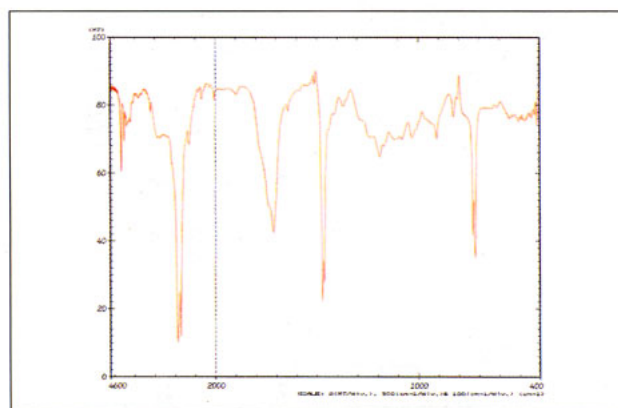


Fig.4 使用後の赤外スペクトル
Infrared Spectrum of Oxidized Polyethylene

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Resolution	: 4.0cm ⁻¹
Accumulation	: 200 (Fig.3, 4), 400 (Fig.5-7)
Apodization	: Happ-Genzel
Detector	: Pyroelectric Detector