

加熱拡散反射装置を用いた測定例のご紹介

Applications of Diffuse Reflectance Attachment with Heat Chamber

加熱チャンバーを搭載した拡散反射装置は、加熱による試料の化学変化や試料分子の状態変化を測定することができます。更に減圧下や置換ガス雰囲気下などにおい

での測定も可能です。今回は加熱拡散反射装置を用いた、無機化合物の加熱脱水過程と樹脂の加熱分解過程の測定結果をご紹介します。

T.Tsuchibuchi

シリカゲルの加熱測定

Measurement of Silica gel while Heating

シリカゲルの表面にはSiと共有結合した水酸基（シラノール基）が存在します。このシラノール基は単独で存在する孤立自由シラノール基以外に、シラノール基間で水素結合をしたり吸着水が付いた状態で存在します。

Fig.1はシリカゲルの粉末試料を室温（30℃）から800℃まで加熱した状態で測定した赤外スペクトルです（30℃、100℃、以降100℃毎）。3740 cm⁻¹付近のピークが孤立自由シラノール基による吸収で、3700～3000 cm⁻¹のブロードなピークが吸着水や水素結合を持つものの吸収です。温度の上昇によって後者の吸収が減少していく様子が確認できます。

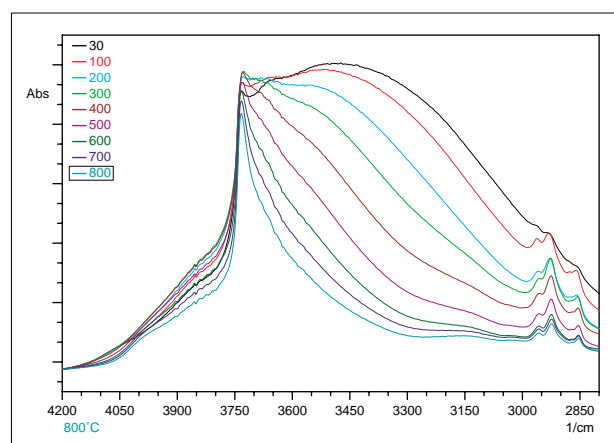


Fig.1 シリカゲルの赤外スペクトル
Infrared Spectra of Silica Gel

カオリンの加熱測定

Measurement of Kaolin while Heating

カオリン [Al₂Si₂O₅ (OH)₂] の赤外スペクトルはOH基のピークが非常に特徴的で、そのピークは主に3700～3600 cm⁻¹に表れます。Fig.2はカオリンの粉末試料を室温（30℃）から600℃まで加熱した状態で測定した赤外スペクトルです（30℃、100℃、以降100℃毎）。

室温では3690 cm⁻¹付近と3620 cm⁻¹付近に見られるピークが温度上昇により徐々にシフトしていますが、これは水素結合や吸着水による影響が徐々に軽減しているためと考えられます。更に、500℃前後で急激にピークが減少していますが、これは脱水により結晶構造内のOH基が外れているためと考えられます。

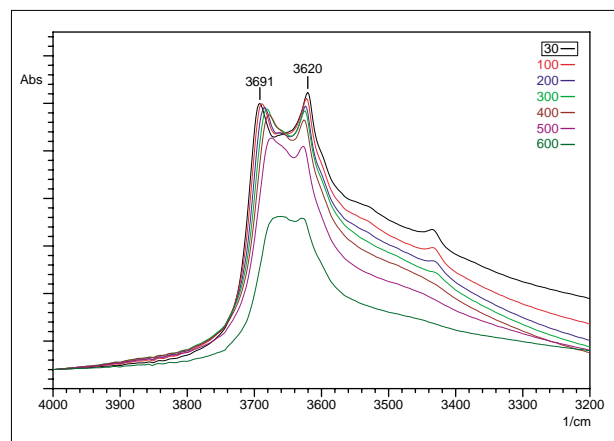


Fig.2 カオリンの赤外スペクトル
Infrared Spectra of Kaolin

ABS樹脂の加熱分解測定

Measurement of ABS decomposition while Heating

ABS樹脂の加熱分解過程の追跡測定を行ないました。

ABS樹脂はアクリロニトリル、ブタジエン、スチレンが共重合したコポリマーで、電気製品などに広く使われているプラスチックです。ABS樹脂を室温から400℃まで加熱した状態で測定した赤外スペクトルをFig.3に示します(30℃, 100℃, 以降50℃毎)。測定はABS樹脂をKBr粉末で希釈して行ないました。3400 cm⁻¹付近に見られるピークの変化はKBr中水分の減少によるものです。

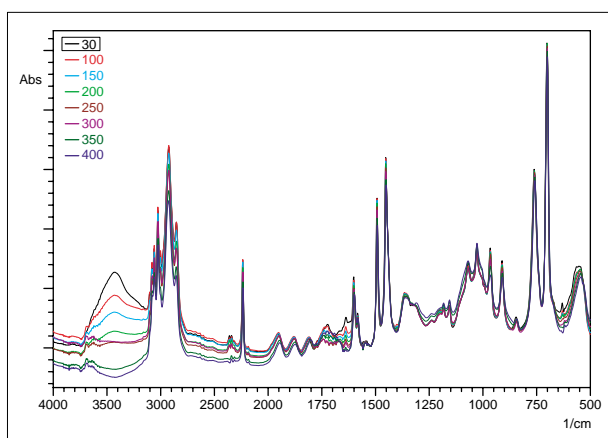


Fig.3 ABSの赤外スペクトル
Infrared Spectra of ABS

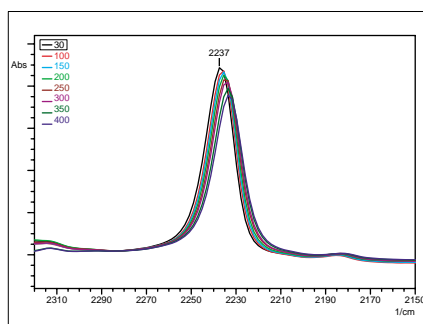


Fig.4 ニトリル基のピーク
Peaks of Nitrile group

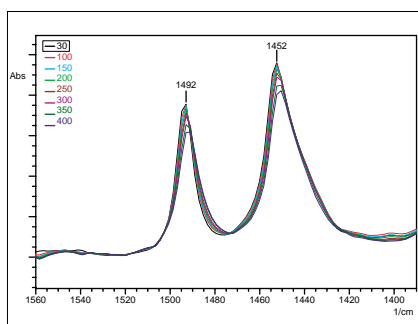


Fig.5 スチレンのピーク(C=C)
Peaks of Styrene(C=C)

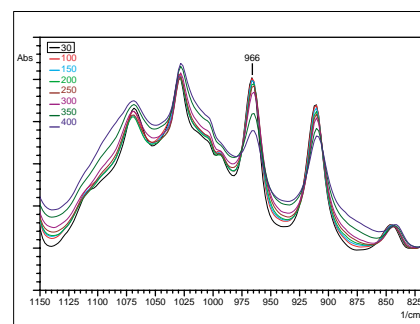


Fig.6 ブタジエンのピーク(=C-H)
Peaks of Butadiene(=C-H)

また、Fig.4, 5, 6はそれぞれニトリル(2237 cm⁻¹/C-N伸縮振動), スチレン(1492 cm⁻¹, 1452 cm⁻¹/ベンゼン環核振動), ブタジエン(966 cm⁻¹/=C-H面外変角振動)によるピーク周辺の拡大図です。加熱によりどのピークも強度の減少が見られますが、特に966 cm⁻¹付近のブタジエンによるピークが大きく減少していることがわかります。また、Fig.4に示したC-N伸縮振動のピークは低波数側へシフトしており、結合性の低下が推測されます。

Fig.7は更に450℃まで加熱追跡測定をした結果から各ピークの温度変化をプロットしたものです。温度上昇によるスペクトル全体の強度変化を補正するためC-H伸縮振動(3200~2700 cm⁻¹)のピークとのピーク面積比を求め、更に室温での面積比を1として各温度での値を計算しました。

この結果より、ABS樹脂の加熱分解過程ではブタジエン、ニトリル、スチレンの順に分解し始めると考えられます。

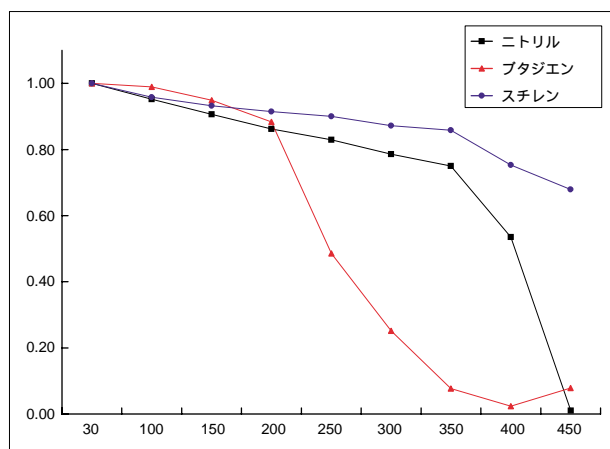


Fig.7 各ピーク面積のプロット
Plots of Peak Area

Table 1 測定条件
Analytical Conditions

Resolution	: 4 cm ⁻¹
Accumulation	: 100
Detector	: DLATGS

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

初版発行：2007年12月

☎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。改訂版は右に示す島津WEBで閲覧できます。

会員情報提供サービス「Shim-Solutions Club」にご登録下さい。
<http://solutions.shimadzu.co.jp/>
いろいろな情報提供サービスが受けられます。

3100-12702-660-IK
2007.12