

## FTIRによるゴムの分析 - ゴムからのケイ酸塩の除去方法 -

### Analysis of Rubbers by FTIR -Method to Remove Silicate in Rubbers-

ケイ酸塩はケイ素と酸素から成る塩で、その代表的な化合物としてはタルクやカオリン(カオリナイト)などがありますが、金属酸化物を含まない二酸化ケイ素もその一種とされています。ケイ酸塩は炭酸塩と同様に、洗濯用石鹼のアルカリ助剤として用いられたり、ゴムやプラスチックなどの充填剤としても広く使用されています。

ケイ酸塩を含有したゴムの赤外スペクトルを測定する場合、ケイ酸塩の非常に大きなピークが $1000\text{ cm}^{-1}$  付近に

現れ、その付近にあるゴムのピークを隠してしまうため、定性を困難にすることがあります。今回は、ケイ酸塩の一種であるタルクを含有したゴムからタルクを除去する前処理方法をご紹介します。なお、タルクと同様にゴムの添加剤としてよく使用される炭酸カルシウムの除去方法については、アプリケーションニュースNo.A416を参照下さい。

S. Murakami

#### 測定方法

##### Measurement Method

赤外スペクトルの測定はプリズムがダイヤモンドの1回反射型全反射測定装置(デュラサンブラーII)を用いて行なっていました。測定条件についてはTable 1に示します。

Table 1 測定条件  
Analytical Conditions

Resolution	: $4\text{ cm}^{-1}$
Accumulation	: 45
Detector	: DLATGS

#### タルクの赤外スペクトル

##### Spectrum of TALC

タルクは組成式 $\text{Mg}_3\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$ で表され、その細粉は減摩材、薬品、化粧品、製紙、セラミックスのマグネシウム原料などに用いられています<sup>1)</sup>。

Fig. 1に1回反射ATR法で測定したタルクの赤外スペクトルを示します。

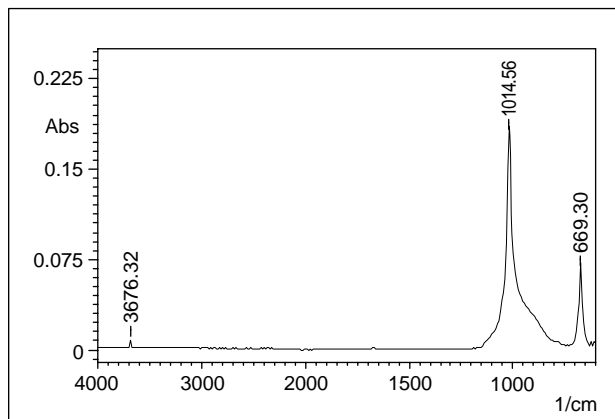


Fig. 1 タルクのスペクトル  
Spectrum of TALC

タルクの赤外スペクトルは、Si-O伸縮振動による非常に強い吸収が $1014\text{ cm}^{-1}$ に見られ、加えて水素結合していないO-H伸縮振動によるシャープな吸収が $3676\text{ cm}^{-1}$ に見られることが特徴です。

#### タルク含有クロロプレンゴム

##### Polychloroprene Rubber Containing TALC

今回測定に用いた試料はタルクを含有したクロロプレンゴム(CR)です。1回反射ATR法で測定した結果をFig. 2に示します。

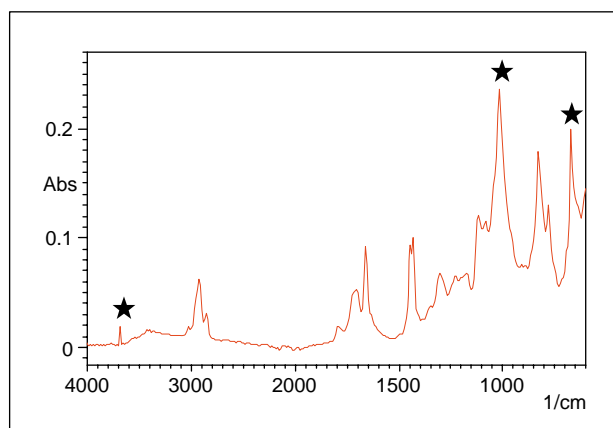


Fig. 2 タルク含有CRのスペクトル  
Spectrum of CR Containing TALC

Fig. 2中の 記号はタルクのピークを示しています。このタルク由来のピークを除去するため、試料をフッ化水素酸(以下、フッ酸)中に30分間浸し、水で十分に洗浄を行なった後に赤外スペクトルを測定しました。フッ酸処理前後の赤外スペクトルの重ね書きをFig. 3に示します。

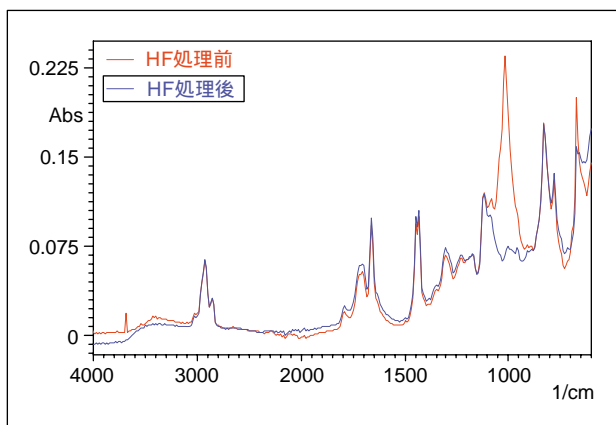


Fig. 3 フッ酸処理前後のスペクトル  
Spectra Before and After Hydrogen Fluoride Treatment

Fig. 3より、フッ酸処理後はタルク由来のピークが消えていることがわかります。これはフッ酸によってゴム表面からタルクが除去されたためです。

Fig. 4は、フッ酸処理後に得られた赤外スペクトル(Fig. 3の青線)について、ATR補正を行なった後に、パイオ・ラッド社サドラーデータベース(モノマー&ポリマーVol.II)を用いて検索を行なった結果です。

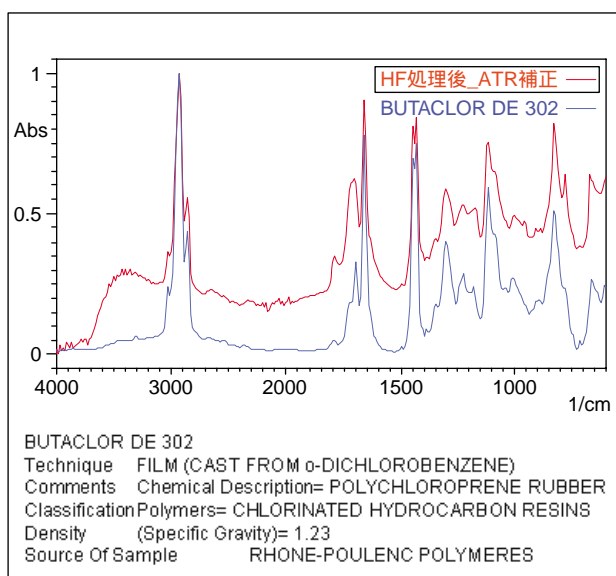


Fig. 4 フッ酸処理後の検索結果と詳細情報  
Search Result for a Spectrum After Hydrogen Fluoride Treatment and Detail Information

Fig. 4より、フッ酸処理後の赤外スペクトルは一般的なクロロブレンゴムと全波数領域においてよく一致していることがわかります。

## タルク含有エチレンプロピレンジエンゴム EPDM Rubber Containing TALC

アプリケーションニュースNo.A416「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 - 」で紹介した炭酸カルシウム、タルクなどを含有したエチレンプロピレンジエンゴム(EPDM)についても、同様のフッ酸処理を行ないました。フッ酸処理前後の赤外スペクトルの重ね書きをFig. 5に示します。

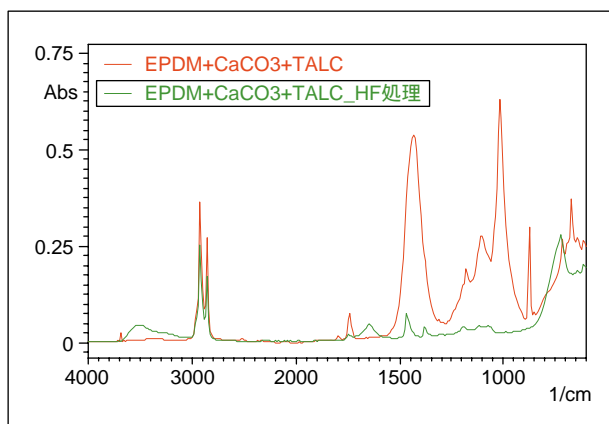


Fig. 5 フッ酸処理前後のスペクトル  
Spectra Before and After Hydrogen Fluoride Treatment

Fig. 5より、前述のクロロブレンゴムと同様にタルクのピークは除去できていることがわかります。加えて炭酸カルシウムの吸収(1390  $\text{cm}^{-1}$  付近, 870  $\text{cm}^{-1}$  付近 および710  $\text{cm}^{-1}$  付近)も、フッ酸との反応によって同時に除去されました。なお、720  $\text{cm}^{-1}$  付近の比較的ブロードな吸収は、炭酸カルシウムとフッ酸の反応で生成されたフッ化カルシウムによるものです。また3500および1650  $\text{cm}^{-1}$  付近の吸収は、反応によって生じた水によるピークであると推測されます。

このように、フッ酸処理によって比較的簡単にケイ酸塩や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、フッ酸は毒物指定物質であり、手袋・防護メガネの着用、ドラフト内での作業など、十分な安全性確保にご留意下さい。

参考文献：1)理化学辞典 岩波書店

初版発行：2009年12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。