

高度計測センター NEWS

第14号

2014年10月1日

技術の解説、紹介、技術支援の事例

フーリエ変換赤外分光光度計 (FT-IR) の紹介

高度計測センターでは平成22年度から、内閣府の最先端研究開発支援プログラム (FIRSTプログラム) として採択された「低炭素社会実現に資する有機系太陽電池の開発 (中心研究者: 東大先端研 瀬川浩司教授)」に参画して、有機系太陽電池の性能評価に関する実験を行ってきました。PJ終了に伴い、これまで研究に使用していた最新のフーリエ変換赤外分光光度計 (FT-IR) が受託分析や機器開放利用で使用できる事になりました。

FT-IRは樹脂やゴム・接着剤・油などの有機化合物の構造を解析する分析装置の一つで、異物混入や構成部材の材質違いなど製品トラブルの初期段階で目星をつけるのに大変有用な装置です。

【FT-IRの特徴】

- ・赤外線照射なので試料にダメージ無し (非破壊)
- ・大気圧下で、そのまま測定
- ・多彩な測定手法 (ユニット) で、様々な状態の試料に対応可能
 - 透過法: 試料に赤外光を透過させる最も基本的な手法 (液体やフィルムなど)
 - 反射法: 金属面で赤外光を反射させ、検出する手法 (金属表面の吸着やコーティングなど)
 - 拡散反射法: 粉末試料を簡単に測定する手法 (摩耗粉やゴムのブルーム成分など)
 - ATR法: ダイヤモンドやゲルマニウム (Ge) 結晶に押しあて、表面を測定する手法 (塗膜や表面の変色など)
 - 顕微赤外法: 顕微鏡と組み合わせ、数十 μm 程度の微小領域を測定する手法 (異物や付着物など)

【装置仕様】

FT/IR-6300FV (真空密閉対応)

メーカー: 日本分光(株)

波長範囲: $7800 \sim 150 \text{cm}^{-1}$ (遠赤外拡張対応)

最高分解能: 0.07cm^{-1}

S/N比: 50000:1

測定ユニット: 拡散反射測定装置, 一回反射ATR

IRT-7000 (マルチチャンネル赤外顕微鏡)

検出器: リニアアレイMCT (1×16)

M-MCT, N-MCT, W-MCT

S/N比: リニアアレイMCT (1×16) 1000:1

単素子MCT 5000:1

測定時間: リニアアレイMCT 1.6秒 ($100 \times 100 \mu\text{m}$, ピクセル分解 $6.25 \mu\text{m}$)

測定モード: 透過, 反射, ATR (ダイヤモンド, Ge), RAS, 偏光測定



図1 装置外観

顕微赤外(マッピング)による解析事例

最新のフーリエ変換赤外分光分析(FT-IR)の解析手法の一つに顕微マッピングがあります。顕微マッピングは、指定した波数の吸収ピーク(官能基)に焦点を置いた分布(ケミカルイメージング)を可視化するので、1回の測定で多くの情報を得る事ができます。マルチチャンネル赤外顕微鏡(IRT-7000)ではMCT素子が16チャンネル並んだリニアアレイ検出器が搭載されており、電動ステージと組み合わせる事により、短時間で顕微マッピングの測定ができます。

図2の樹脂粉を通常の顕微赤外法(100 μ m角)で測定した結果が図3です。1種類の樹脂粉として解析すると標準スペクトルと一致しない吸収ピークがあるので、更に顕微マッピングで測定しました。



図2 樹脂粉の外観

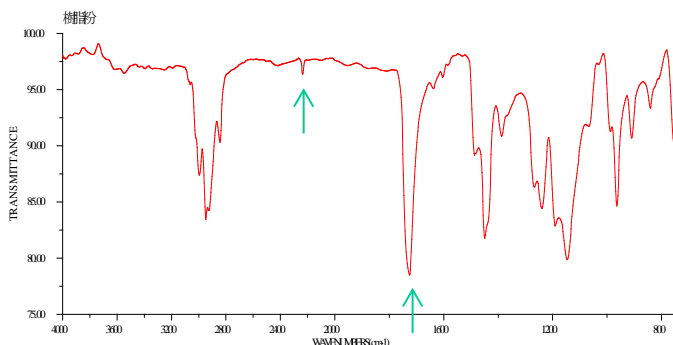


図3 樹脂粉の赤外線吸収スペクトル

図3に緑矢印で示した特徴的な官能基である2237 cm^{-1} のC \equiv N結合と、1725 cm^{-1} のC=O結合のケミカルイメージングが図4と図6であり、これらは同一の分布を示さず偏在していました。この結果を基に解析した結果(図5と図7)、樹脂粉はABS樹脂とアクリル(PMMA)樹脂の混合物であると判明しました。

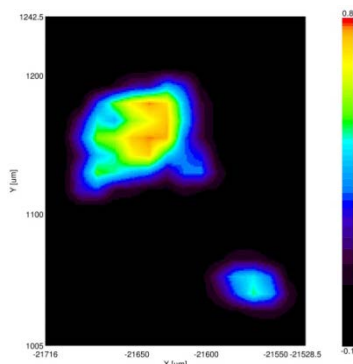


図4 2237 cm^{-1} のケミカルイメージング

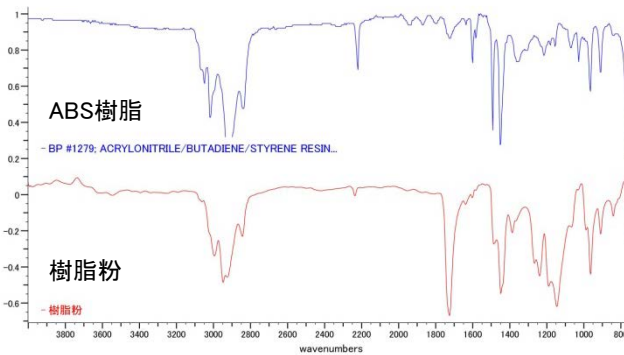


図5 ABS樹脂との比較

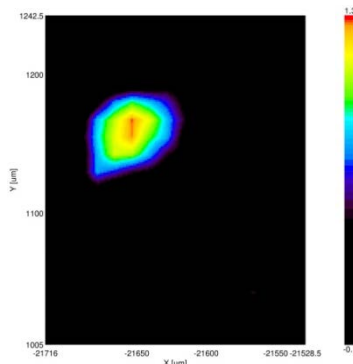


図6 1725 cm^{-1} のケミカルイメージング

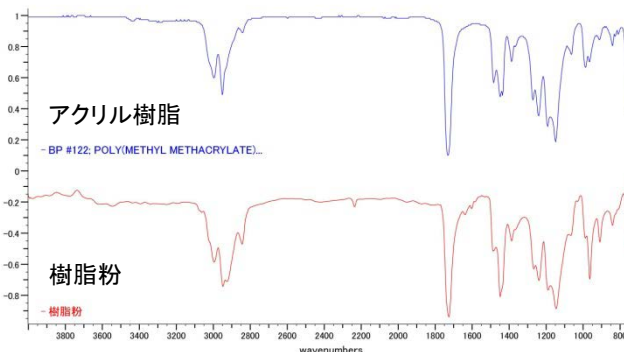


図7 アクリル(PMMA)樹脂との比較

問合せ先
材料解析グループ
雪岡 良彰(ゆきおか よしあき)
(E-mail:yukioka@newkast.or.jp)



(複製を希望する場合は当高度計測センターにご連絡ください)