

フーリエ変換赤外分光光度計

—多目的連続角度可変反射測定装置の紹介—

キーワード：FT-IR、反射測定、角度可変、ATR法、日射遮蔽ガラス、垂直放射率

はじめに

フーリエ変換赤外分光光度計 (FT-IR) は、有機化合物および一部の無機化合物が示す物質特有の振動モードに由来する赤外線吸収を測定する装置です。得られる赤外吸収スペクトルには試料の分子構造や状態に関する情報が含まれます。そのため、異物分析や製品の劣化状態の確認などの品質管理から、化学反応の進行状態の確認や新規開発物質の構造決定等の最先端材料の研究開発まで、様々な段階に利用することができます。

これまでに、テクニカルシート No.13001 「フーリエ変換赤外分光光度計—ATR法の紹介—」で装置の使用および全反射減衰 (ATR) 法について紹介しました。本シートではより高度な反射測定が可能な測定アクセサリである「多目的連続角度可変反射測定装置 The Seagull™ (図1) とそれを用いた測定例」を紹介します。

The Seagull™の概要

多目的連続角度可変反射測定装置 The Seagull™は、赤外線の入射角 $5^{\circ} \sim 85^{\circ}$ (連続可変) において反射測定が可能なベースユニットと種々の測定に応じたキットから構成されます。この測定アクセサリを当所の FT-IR



図1 多目的連続角度可変反射測定装置 The Seagull™
[左:ベースユニット、右:キット (一部)]

装置に取り付けることで、次の4種類の測定モードでの赤外吸収スペクトル測定を行うことができます。

(1)角度可変反射測定

金属板上の試料 (油膜、塗膜、高分子膜) の分析に有用な測定モードです。反射測定では、赤外光は試料を通過し、金属板で反射、さらに試料を通過した後、検出器に入ります (図2)。入射角 θ 、 θ' の時の試料内部を通過する赤外光の光路長をそれぞれ $2\lambda_{\theta}$ 、 $2\lambda_{\theta'}$ とすると、 $\theta > \theta'$ の時、 $2\lambda_{\theta} > 2\lambda_{\theta'}$ ($=\lambda_{\theta} > \lambda_{\theta'}$) となり、入射角により光路長が変化します。この測定モードを利用すると、試料の赤外吸収特性や厚さに応じて入射角を設定

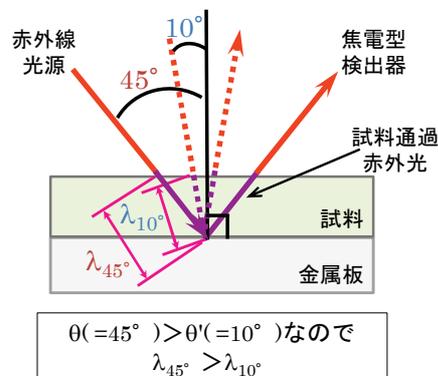


図2 反射測定時の入射赤外光の通過光路 (例: $\theta=45^{\circ}$ 、 $\theta'=10^{\circ}$)

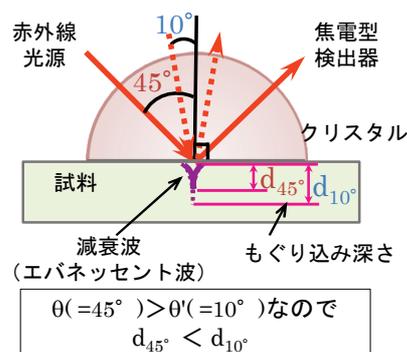


図3 ATR測定時の入射赤外光の通過光路 (例: $\theta=45^{\circ}$ 、 $\theta'=10^{\circ}$)

することで、最適な光路長で赤外吸収スペクトル測定を行うことができます。

(2)角度可変ATR測定

ATR測定は試料の表面分析に非常に有用な測定モードです（詳細はテクニカルシート No. 13001をご参照下さい）。分析可能な深さは入射角に依存します。図3のように、赤外光の入射角 θ 、 θ' の時の減衰波の試料へのもぐり込み深さ（測定深さに相当）を、それぞれ d_θ 、 $d_{\theta'}$ とすると、 $\theta > \theta'$ の時、 $d_\theta < d_{\theta'}$ となります。本測定モードを使用することで、測定深さを $0.4 \sim 4 \mu\text{m}$ （波数 $1,000 \text{ cm}^{-1}$ 付近での値）で連続的に変えることが可能です。

(3)高感度反射測定

金属板上のLB膜、単分子膜等の超薄膜（数 nm ～数 100nm ）の評価に有用な測定モードです。赤外用偏光子を取り付け、入射角 85° で測定します。

(4)拡散反射測定

透過測定やATR測定では測定困難な粉末試料の表面分析（例えば、触媒等）に有用な測定モードです。粉末試料の内部で反射、透過を繰り返して表面に放散した拡散反射光を測定します。

測定例（日射遮蔽ガラスの赤外反射率測定）

物体はその温度に応じて表面から電磁波（主に赤外線）の形で熱を放出しており、この熱の放出を放射（輻射）と呼びます。例えば、通常の板ガラスに比べ、放射率が低いガ

ラスは遮熱性や断熱性に優れます。近年、省エネルギー意識の高まりから、遮熱性、断熱性の高い窓ガラスに対する需要は大きく増加しています。

板ガラスの遮熱性、断熱性を評価する指標として、垂直放射率（JIS R 3106）があります。板ガラスの垂直放射率は、波長 $5 \sim 25 \mu\text{m}$ （波数 $2,000 \sim 400 \text{ cm}^{-1}$ ）において、入射角 15° 以下での赤外反射率から算出されます。ここでは、FT-IR装置とThe Seagull™の角度可変反射測定モードを使用し、日射遮蔽ガラスの赤外反射率を測定した例を示します。

図4に、市販の日射遮蔽ガラスA、Bの2種類について、入射角 10° （図2中 θ_{10° に対応）で測定した赤外反射スペクトルを示します。測定範囲全体にわたって、反射率は日射遮蔽ガラスAよりも日射遮蔽ガラスBの方が高いことがわかります。一般に、赤外反射率が高いと垂直放射率は低くなり、遮熱性、断熱性に優れます。日射遮蔽ガラスAに比べ、日射遮蔽ガラスBは赤外反射率が高いことから省エネルギー効果が高いと考えられます。

おわりに

これまでの、物質の同定や構造決定などを目的として利用されることが多かったFT-IRですが、近年、様々な測定手法が開発され、従来とは全く異なる目的で利用される機会が増加しています。本シートを含め、当所には種々の測定技術に関する知見を有しております。どうぞ、お気軽にお問い合わせください。

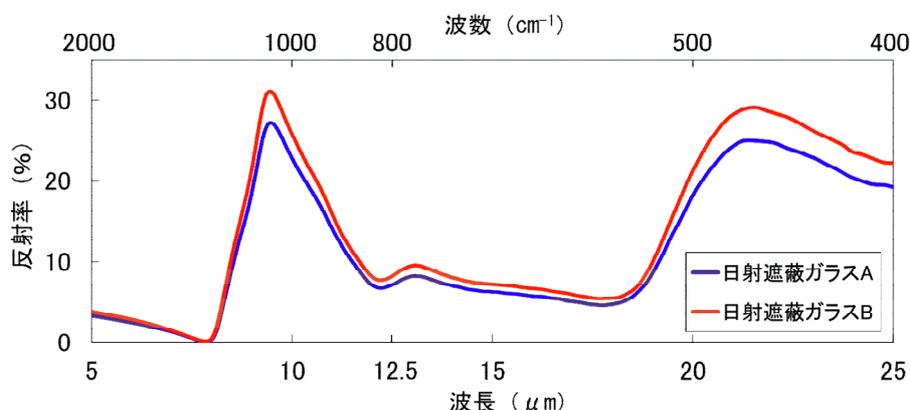


図4 日射遮蔽ガラスの赤外反射スペクトル