

# JIR-100型フーリエ変換赤外 分光光度計 (FT-IR) について

環境化学工学科 岩本 一 星

## はじめに

分析センターの真新しい建物の完工を間近にして、理工学部時代に発足した共通機器運営委員会にESRの保守責任者として参加し、下沢委員長のもとで大型分析機器の共同利用の円滑化を目的として夏の暑い最中に委員会規程や各機器の使用細則作りに汗を流したのが、つい昨日のこのように思い出される。その後、運営委員会を管理母体とした大型分析機器類の共同利用体制が順調に機能したことおよび大型機器を利用した研究成果実績集が継続的に刊行されたことは、分析センターの設置を目指して尽力された関係各位の熱意とともに認可を促進させる大きな力になったと考えている。分析センター発足に伴って、共通機器運営委員会は解消され、新たにセンターの教職員を含めた研究会議が実質的な運営機関として組織され、活発に機能していることは大変慶ばしい。研究員の1人として微力ながら今後も分析センター発展のために協力していくつもりである。

守永センター長から何でもよいから書くようにとの御依頼でしたので、今回は工学部環境化学工学科に昭和58年度概算要求で新設されたフーリエ変換赤外分光光度計 (FT-IR) の概略を紹介することにした。

## FT-IRの設置

FT-IRは昭和56年度から引続いて新設要求していた項目で、環境化学工学科としては概算要求で購入した最初の大型機器である。要求事由として、大気中の微量ガス成分の測定が長光路セルと高感度FT-IRの組み合わせで初めて可能となることおよび化学の広い分野でFT-IRが有効利用されることが挙げられていた。したがって、FT-

IRの機種および付属装置の選定には、これまでに化学系学科に設置された大型機器の場合と同様に、関連各学科から選ばれた委員で構成する機種選定委員会があたり、3社3機種について付属装置を含めてそれぞれヒアリングを行なうとともに未知試料の依頼分析結果などを総合して、日本電子(株)のJIR-100を最適機種に選定した。

付属装置として光路長110mの紫外線照射型の多重反射セル(パイレックスガラス製:外径38cm×120cm円筒型)、拡散反射装置、GC-IRシステム、乾燥空気供給装置を含めることに決め、直ちに日本電子に発注・契約した。FT-IRの設置場所は応用化学科2Fの応化・環境共通機器室であり、現在すべての付属装置を含めて順調に運転されている。昨年の夏以降、利用率は高く、定期点検日に指定した土曜日を除くとほぼ毎日誰かが使用している。

## FT-IRの原理

従来使われている分散型赤外分光光度計では、光源からの光を回折格子などにより波長別に分光した後スリットを通して順次せまい波長領域の光として試料にあて、その時の吸収強度を測定する方式をとっている。そのため、広い波長領域にわたる測定に時間が掛かる上に、分解能を高める目的でスリットを絞ると光量が減るという基本的な欠点がある。それに対し、FT-IRでは図1に示すようなマイケルソン干渉計を利用して可動鏡を一定速度で駆動させることにより光路差を発生させる。光路差 $X=2(l_1-l_2)$ が $n\lambda$ の時は光は強く、 $(n+\frac{1}{2})\lambda$ の時は弱い。したがって、波長 $\lambda$ で可動鏡の駆動速度を $v$ とすると、周波数 $f=2v/\lambda$ の振巾変調を起こすことになる。入射光に種々の

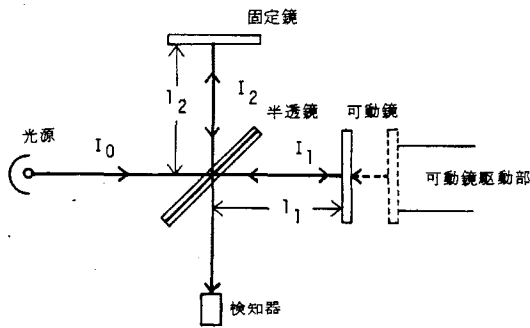


図1 マイケルソン干渉計

波長を含む光源を選んだ場合、観測される光は種類の周波数の集合となる。 $X = 0$ では光の位相がすべての光に対して同じであるから、光の強度は個々の波長の光の強度の総和となる。しかし、 $X$ が0から離れるに従い個々の光の位相がばらばらとなるため、観測される光の強度は急速に減衰する。図2はグローバ光源からの光を入射した時の干渉波形であり、横軸は光路差に対応しており、このように表わした図形をインタフェログラムという。

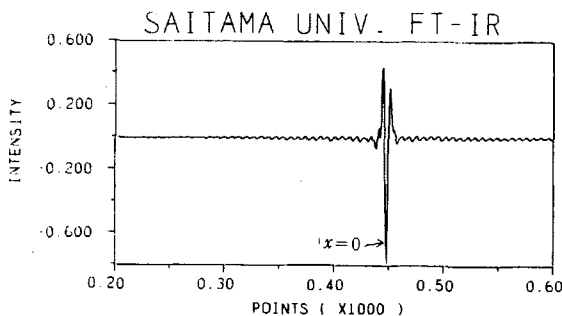


図2 インタフェログラム

インタフェログラムからは直接入射光のスペクトルは分からないが、そこに含まれる周波数成分と強度は元の光の波長と強度を表わしているので、元のスペクトルへの変換が可能である。

この変換を数学的に行なうのがフーリエ変換であり、

$$F(X) = \frac{1}{2} \int B(1/\lambda) (1 + \cos 2\pi X/\lambda) d(1/\lambda) \dots\dots(1)$$

で表わされるインタフェログラムの式を

$$B(1/\lambda) = 2 \int F(X) \cos 2\pi X/\lambda dX \dots\dots\dots(2)$$

と変換して元のスペクトル $B(1/\lambda)$ を求める。この演算は高速フーリエ変換のアルゴリズムを用いてコンピュータで、実際には数値計算として行なわれる。したがって、FT-IRは、①干渉計が光の波長に反比例した周波数変調を行ない、②コンピュータと高速フーリエ変換アルゴリズムが分光処理を行なう装置であるといえる。

### FT-IRの特長

特長は大別して干渉計によるものとコンピュータによるものとに区別される。

#### ◦干渉計による特長

- ① S/N比の良いスペクトルが短時間で測定可能。
- ② 高分解能が得られ易い。
- ③ スペクトルの波数精度が高い。これは、可動鏡の位置の測定に He-Ne レーザを用いるため、その精度が極めて高いからである。

#### ◦コンピュータによる特長

- ① 積算によるスペクトルの S/N比向上が計れる。
- ② 差スペクトルなどの波形処理によりスペクトルの判定が容易になる。
- ③ ピーク自動判定、面積計算等のスペクトルの波形解析が可能である。
- ④ ライブラリ・サーチによる定性分析が可能。
- ⑤ 複数試料の自動測定が可能である。

以上のように FT-IR には、分散型 IR には期待しえない多くの利点を持っている。

### JIR-100の基本性能

埼玉大学に納入された JIR-100 型 FT-IR の主な基本性能を示すと：

- 波数領域 4,000 ~ 400  $cm^{-1}$
- 迷光 0.01 % 以下
- 感度 0.15 % (2,000  $cm^{-1}$ , 分解能 8  $cm^{-1}$  にて)
- 波数精度  $\pm 0.01 cm^{-1}$
- 分解能 0.0625  $cm^{-1}$  ~ 16  $cm^{-1}$  まで可変
- スキャン速度 0.1 sec/スキャン (分解能 16  $cm^{-1}$  にて)
- フーリエ変換速度 3.6 msec/1KW (アレイブ

ロセサ内蔵)

- AD変換器 16+2 ビット

#### JIR-100 型 FT-IR の測定対象

- 従来の分散型 IR の測定対象はすべて含まれる。
- $\mu\text{m}$  オーダの表面測定
- ビームコンデンサーにより  $50\ \mu\text{m}\phi \sim 1\text{mm}\phi$  の微小領域測定
- 粉末・粉末表面の吸着物測定 (拡散反射法)
- 特定吸収を持つ物質では数  $10\ \text{ng}$  の微量測定 (GC-IR)
- $\text{ppm}$  以下の微量ガス分析 (長光路セル)
- 触媒反応測定
- 高速反応の解析
- 水溶液測定

特に、GC-IR では GC の高分離性と検出器としての FT-IR の優れた物質同定能の組合わせにより微量物質の同定手段として有効である。

#### FT-IR 測定例

FT-IR 測定の有効性を示す典型例としてオクタン溶媒中で過酢酸と硝酸との反応で合成した硝酸ペルオキシアセチル (PAN: 大気中光化学反応により生成するアセトアルデヒドの光分解後に生成する  $\text{CH}_3\text{COO}_2$  と  $\text{NO}_2$  との反応で生成し、眼刺激の原因物質である) のスペクトルを差スペクトル法で求めた例を図3に示した。a) は n-オクタン単独で  $0.1\text{mm}$  厚の液体セルで透過法で測定したスペクトルである。b) は合成実験後水抽出で未反応の過酢酸および硝酸を除去し、乾燥剤の  $\text{MgSO}_4$  で水を除いた PAN のオクタン溶液のスペクトルである。c) は b) から a) を差引いたスペクトルで PAN の液相のスペクトルに相当する。5本のピークの各吸光係数 (文献値) を用いて計算した PAN 濃度は  $0.83\ \text{wt}\%$  となった。この場合には、オクタンの吸光係数の大きい  $1,450\ \text{cm}^{-1}$  近辺に PAN の特性吸収が存在しないため、うまい差スペクトルが得られたが、透過率が  $10\%$  を割込んでくると、差スペクトル法の誤差はふえる。

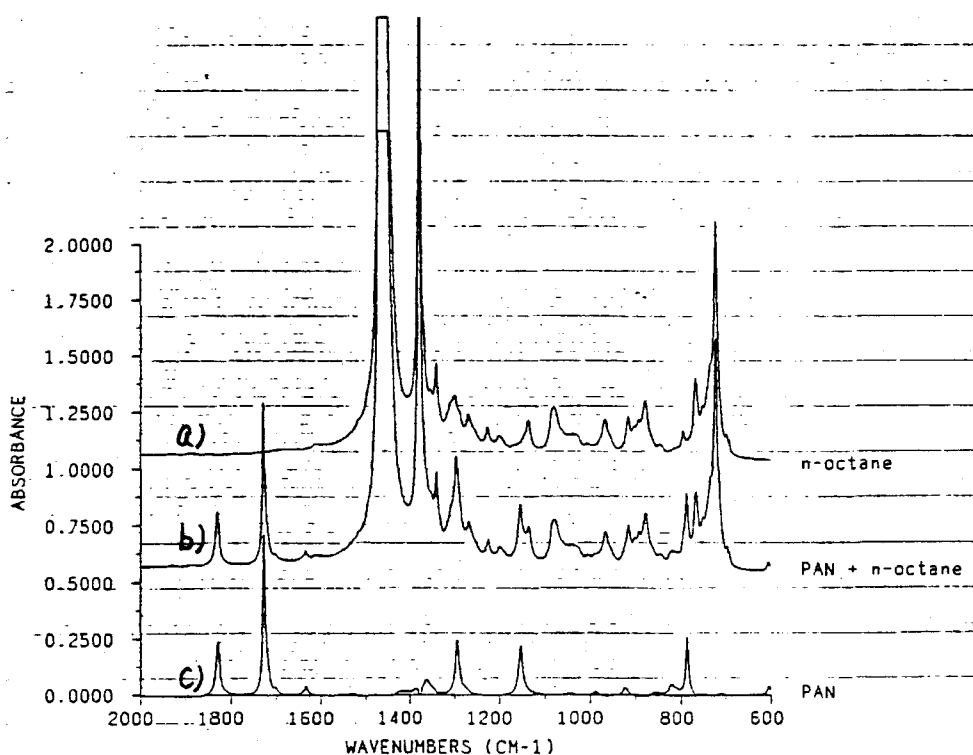


図3 n-オクタン中のPANのIRスペクトルと差スペクトル

#### おわりに

FT-IRの概略についてごく簡単に述べてきた。埼玉大学に設置されたJIR-100型は概算要求の大型分析機器として購入されたものであり、共同利用の立場から、現在はFT-IR運営委員会(59年度の委員長は岩本)のもとに維持運営されてい

る。使用希望の場合には、測定法の講習を受けた後、使用予定表で予約の上、使用していただく方式をとっている。年度内に一度、測定法講習会を開くことも予定されているので、希望者は御連絡いただきたい。