

# PERKIN ELMER System 2000R 赤外干渉分光計について

理学部化学科 運用責任者 森 岡 義 幸

分析センター四階の分光室(2)に設置されたPERKIN ELMER社製System 2000R赤外干渉分光計を紹介する。この装置は三階に設置された中赤外専用のSystem 2000に、近赤外、遠赤外、およびFT-ラマンのオプションを付け加えたものである。その結果、 $15600\text{cm}^{-1}$ から $30\text{cm}^{-1}$ という広い領域の測定が可能となっている。また、付属装置を用いることにより、反射スペクトルと光音響スペクトルの測定が可能である。多機能の分光装置であるが、大部分の操作はパソコンの画面を見ながらマウスを使ってメニューを選択するという形態であるため取り扱いは簡単である。ここではまずシステム全体の概要を述べ、次に二三の測定例を示すことにする。

## 1. システムの概要

図1に全体の構成を示す。構成要素は次のとおりである。

- 1) 干渉分光計本体 マイケルソン干渉計と2種類の光源（近赤外用および中・遠赤外用）から成る。気密に保たれており乾燥剤によって水蒸気を除去しているが、乾燥窒素のパージも可能である。ビームスプリッターは石英 ( $15600\sim 2700\text{cm}^{-1}$ )、KBr ( $5200\sim 450\text{cm}^{-1}$ )、グリッド ( $720\sim 30\text{cm}^{-1}$ ) の3種類が用意されており、領域によって使い分ける。ビームスプリッターの交換のときにのみ干渉計本体の蓋を開ける必要がある。アポダイゼーションを行わないときの最高分解能は $0.15\text{cm}^{-1}$ である。
- 2) 検出器 近・中赤外用のTGS、近赤外用の高感度検出器であるInSb、FT-ラマン用のInGaAs、および遠赤外用TGSの計4種類の検出器が装備されている。
- 3) 試料室 近・中赤外用、ラマン用、遠赤外用に3ヶ所の試料室がある。
- 4) パソコン MS-Windows上のソフトウェアInfrared Data Manager(IRDM)によって測定条件の設定やスペクトルの表示・解析などを行う。外部のコンピュータとのデータ交換用にJCAMP-DXとLOTUS123のフォーマットへの変換ができる。

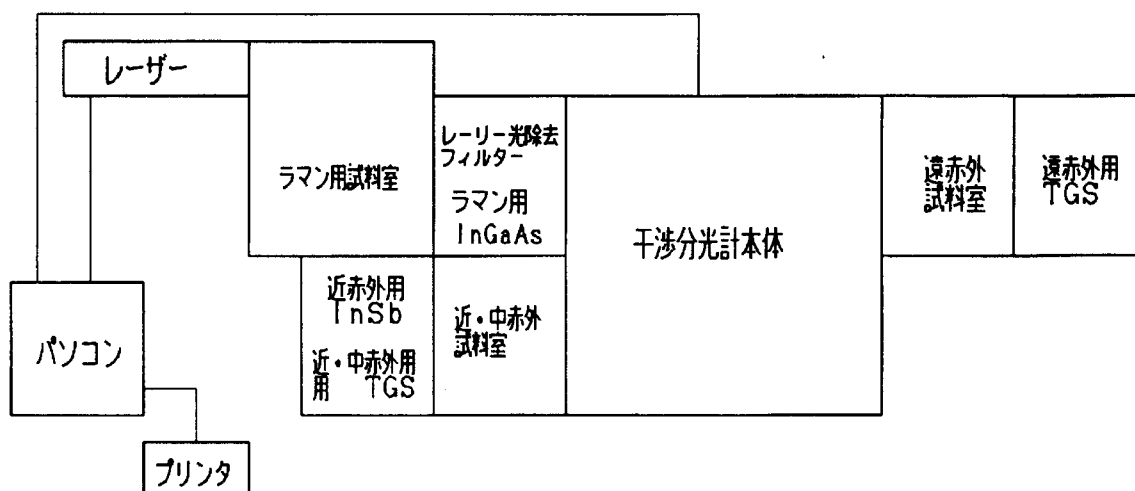


図1 System 2000Rの構成

5) FT-ラマン機能 半導体レーザー励起のNd:YAGレーザー、およびレーリ-散乱光除去法用のフィルターなどが装備されている。90°と180°散乱の測定が可能である。また、固体用と液体用のセルが備えられている。

## 2. 測定例

1) 高分解能測定 波数精度のテストとして本装置の最高分解能の条件で測定した大気中の $^{13}\text{C}^{16}\text{O}_2$ の振動回転スペクトル(P分枝)を図2に示す。文献値(A.R.H.Cole, "Table of Wavenumbers for the Calibration of Infrared Spectrometers, 2nd edition", Pergamon Press, 1977)との差は $0.1\text{cm}^{-1}$ 以下であった。

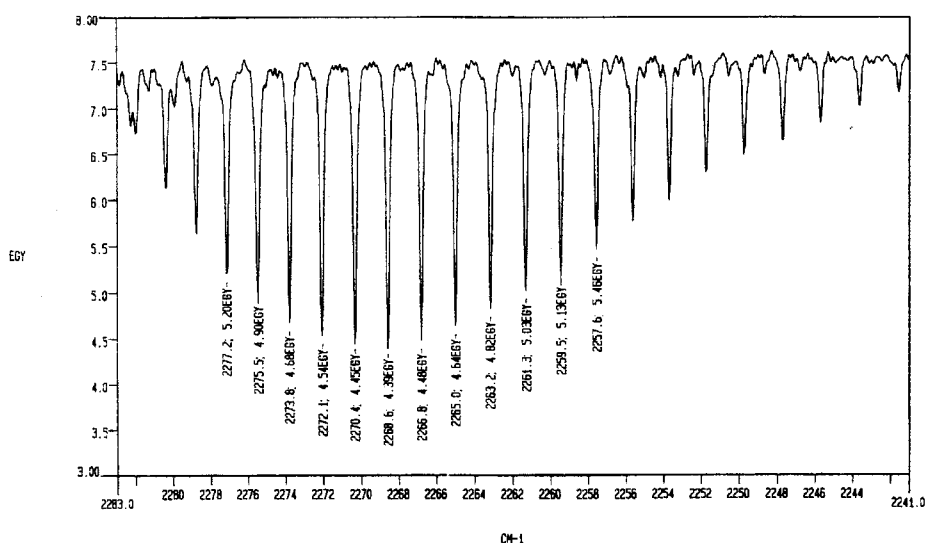


図2  $^{13}\text{C}^{16}\text{O}_2$ の振動回転スペクトル (P分枝)

2) 遠赤外スペクトル  $500\sim 10\text{cm}^{-1}$ の領域は、分子の低波数振動、結晶の格子振動、半導体のプラズマ振動、気体分子の回転などが測定対象となる。本装置において、ビームスプリッタ、検出器などを遠赤外測定用に設定すると、 $720\sim 30\text{cm}^{-1}$ の測定が可能となる。この領域 ( $500\text{cm}^{-1}$ 以下)には水蒸気回転スペクトルの強い吸収が現れるために、分光器内部の除湿に十分配慮する必要がある。

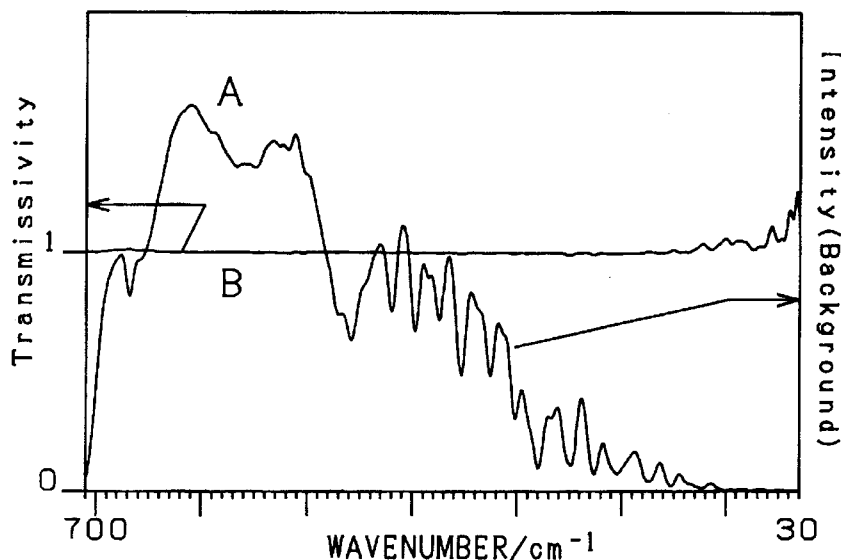


図3 遠赤外領域のバックグラウンドと透過率のベースライン

図3は干渉計本体、試料室、検出器部分に約30分間窒素ガスを流した後に測定したバックグラウンドと、同じ測定を2回繰り返して比をとったもの(透過率のベースライン)である。分解能は $8\text{ cm}^{-1}$ で積算回数は500回である。バックグラウンドに見られる鋭いピークは水蒸気の回転スペクトルであり邪魔な存在であるが、水蒸気を完全に除くことは窒素ガスパージの方法では無理のようである。しかし透過率のベースラインは $30\sim 40\text{ cm}^{-1}$ より高波数ではほぼ1であり、実用上問題が無い場合が多いであろう。図4は $\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 粉末をポリエチレンに混ぜて測定した透過スペクトルである。 $\nu(\text{Fe}-\text{N})(660\text{ cm}^{-1})$ 、 $\nu(\text{Fe}-\text{C})(420\text{ cm}^{-1})$ などの金属-配位子間振動や並進的格子振動( $<200\text{ cm}^{-1}$ )が観測されている。

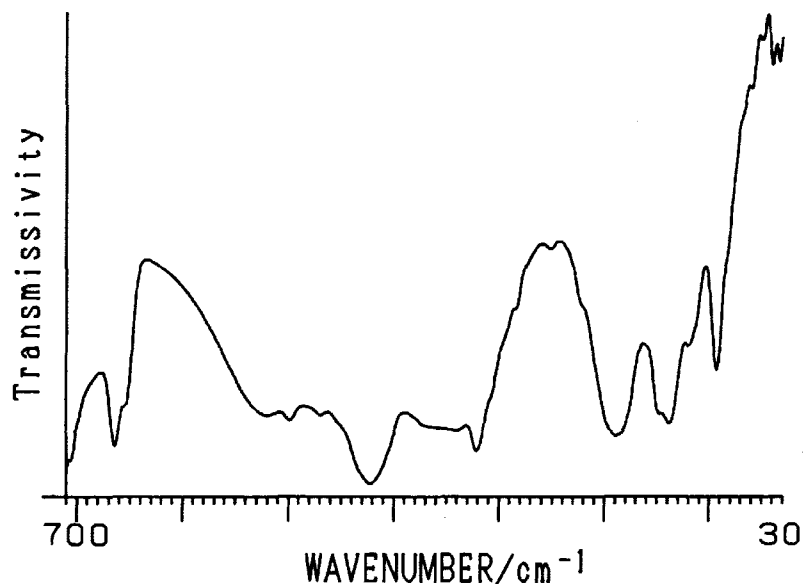


図4 多結晶 $\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ の遠赤外吸収スペクトル