

赤外分光法による水の赤外吸収スペクトル測定

上村靖司(長岡技科大)・西間木悠輔・○千葉健介(長岡技科大・院)

1. はじめに

水の赤外吸収スペクトル測定には、ラマン分光法、赤外分光法(分散型)が用いられてきたが、前者の場合レーザー光のエネルギーが強いため試料を損傷しやすく、後者は試料の損傷が少ないが波数分解能が低くノイズが大きいという問題がある。赤外分光法の一つであるフーリエ変換型(FTIR)は分散型よりも正確な測定ができるが、装置の特性上、氷点下では使えないという欠点があり、氷への適用事例は見当たらない。

本研究では、測定環境を工夫して常温下でFTIRによる氷赤外吸収スペクトル測定を行った。単結晶 C 軸方位での測定結果について報告する。

2. 測定環境と試料作成

FTIR は装置の特性上、氷点下では使用できない。そのため、試料融解と着霜を防止する必要がある。試料融解は、試料自体の温度を -15°C に引き下げ、試料室に入れる直前までクーラーボックスに入れておくことで試料の温度上昇を防いだ。

実験環境の概要図を図1に示す。着霜については、装置全体をビニールで覆って実験環境をつくり、約 -20°C の不凍液をその中のコイルホースに循環させることで空間を除湿し、実験環境の露点温度を -1°C 以下(-5°C を目標)にして防いだ。また、ポリプロピレン製の試料ホルダーを製作し、計測中の融解を防いだ。

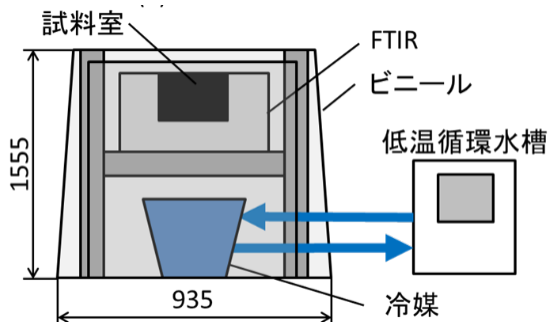


図1 実験装置概略図

単結晶氷の塊を用意し、結晶方位を偏光観察とエッチピット法で確認した後、 -15°C のフリーザ

ー内で所定の厚さに削る。雰囲気温度約 20°C 、露点温度 -5°C の環境下に置いた FTIR に試料をセットし、赤外光の透過率を測定した。試料厚さは10, 8, 6, 4, 2mmの5種類とした。

3. 実験結果

不凍液循環による除湿、低熱伝導率ホルダー等の工夫により、 20°C 雰囲気中で単結晶氷の赤外吸収スペクトルの測定結果を得ることができた。

赤外吸収スペクトル測定の結果、6mm以下で明瞭に赤外吸収帯が現れ(図2)、試料が薄くなるにつれ Lambert の法則により反応する波数帯が増加し(図3)、厚さ2mmでは5400, 4400, 3900, 2300 cm^{-1} 付近の吸光度が低下することが確認された。既往研究と比較し、近赤外域については概ね妥当と思われる結果が得られたが、赤外域では結果の妥当性について検証が必要である。

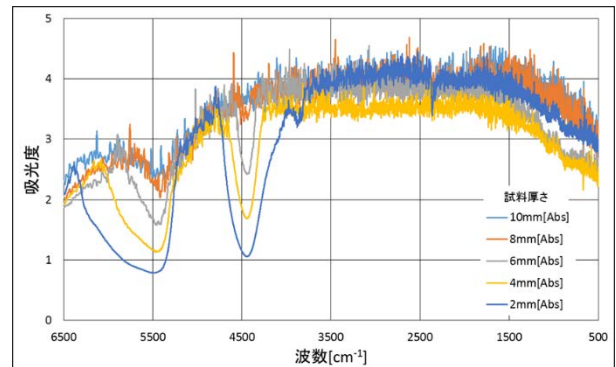


図2 試料厚さでの吸光度の比較

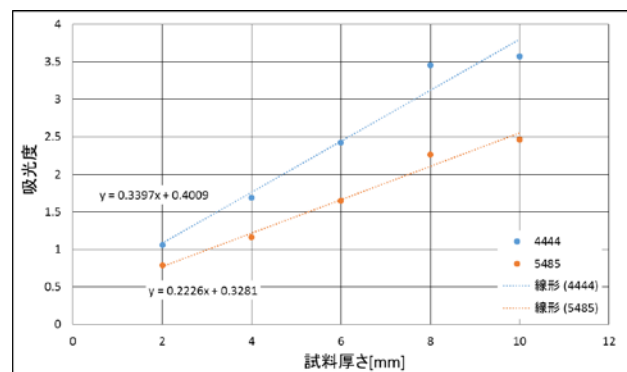


図3 試料厚さと吸光度の関係