

【ノート】

【令和5年度 先端技術等調査研究事業】

ラマン分光法による有機化合物分析 — ラマン分光・赤外分光の測定手法に関する調査 —

千葉 亮司

企画・事業推進部兼材料開発・分析技術部

ラマン分光法は、有機化合物の化学構造の情報を得ることができる分析法であり、顕微ラマン分光装置を用いることにより、微小な測定対象物を採取することなく特定部位を狙った分析ができるという利点がある。このラマン分光法を地域企業から寄せられる分析相談への対応に活用することを想定して、分析対象となることが多いセルロースを主成分とする複数の試料の測定を行い、試料の種類及びレーザー波長による測定可否と赤外分光法との違いを示した。

キーワード：ラマン分光、赤外分光、有機物分析

1 緒言

ラマン分光法は、無機物から有機物まで様々な物質を対象に、元素情報のみではわからない化学結合や分子構造、結晶構造の情報を得ることができる分析法である。当センターでは有機物の分析に赤外分光法を用いることが多いが、ラマン分光法は、赤外分光法と比較してより微小な測定対象物を採取することなく特定部位を狙った分析ができるという利点があり、有機物の分析において赤外分光法では対応できない領域を補完できる分析法である。

本稿では、地域企業から寄せられる分析相談への対応を想定して先端技術等調査研究事業において実施したラマン分光分析と赤外分光分析に関する取組の中から、当センターが保有するラマン分光光度計を用いて天然繊維(セルロース)を測定した事例を紹介する。

2 測定方法

2.1 装置

ラマン分光分析にはラマン分光光度計(堀場製作所、XploRA PLUS)を、赤外分光分析にはフーリエ変換赤外分光分析装置(日本分光、FT/IR6700)をそれぞれ用いた。

2.2 試料

測定試料は、粉末セルロース(日本製紙株式会社、

KCフロック W-100GK)、コピー用紙(PPC紙、ECF漂白パルプ100%)、綿(綿生地から採取、素材表示=綿100%)の3点とした。

3 測定結果

3.1 赤外分光分析

初めに、赤外分光分析により主成分を確認した。セルロース粉末は粉末のまま測定し、コピー用紙と綿生地については試料表面を測定した。

測定により得られた赤外吸収スペクトルを図1に示す。3試料とも、主な吸収スペクトルは概ね一致しており、試料はいずれもセルロースを主成分とする物質であることが確認できる。

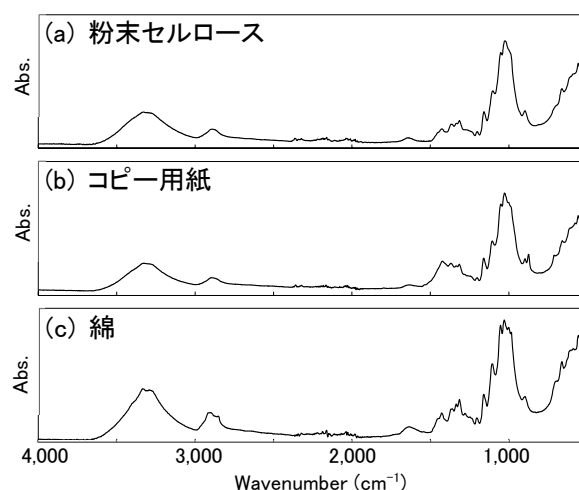


図 1 試料の赤外吸収スペクトル(測定方法：一回反射 ATR 法、ダイヤモンドプリズム)

3.2 ラマン分光分析

ラマン分光分析では、顕微鏡観察により、粉末セルロースの粉末、コピー用紙と綿の繊維部分をそれぞれ指定し、測定点とした。当センター保有のラマン分光光度計は波長が異なる3つのレーザー(473 nm、532 nm、785 nm)を備えており、このうちレーザー波長532 nmと785 nmを用いて測定した。測定結果を図2、図3、図4に示す。

粉末セルロースの測定(図2)では、どちらのレーザーを使用した場合もピークを確認できるスペクトルが得られ、ライブラリ検索でセルロースが検索されることを確認した。

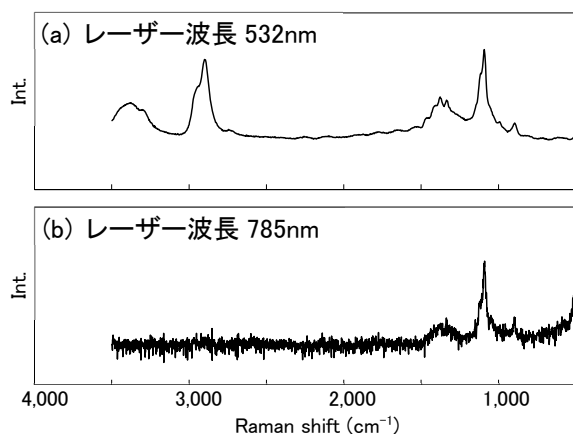


図2 「粉末セルロース」のラマンスペクトル

コピー用紙の測定(図3)では、ベースラインが増大し、確認できるピークはわずかだった。このベースラインの増大は蛍光の影響と考えられる¹⁾。レーザー波長785 nmの結果においてセルロースに由来すると見られるピークを確認できるものの、セルロース以外の不明なピークも見られ、これらのスペクトルから成分を推定するのは困難である。

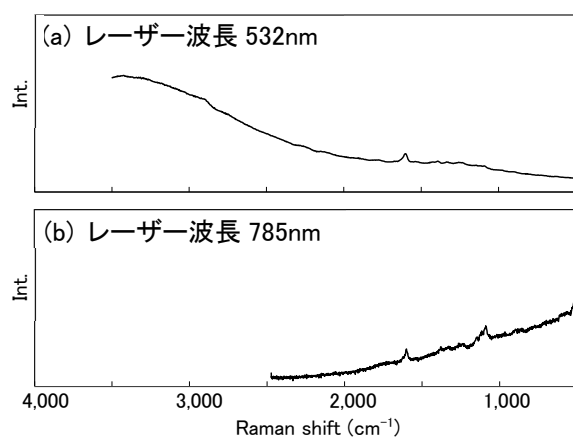


図3 「コピー用紙」のラマンスペクトル

綿の測定(図4)では、どちらのレーザーを使用した場合も蛍光の影響によりベースラインが増大したスペクトルとなり、成分推定に有効な情報は得られなかった。

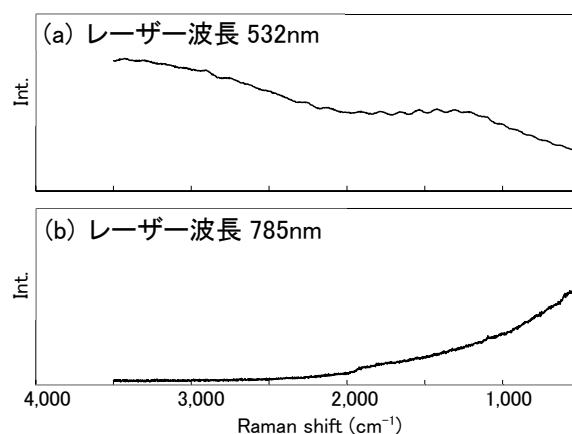


図4 「綿」のラマンスペクトル

主成分がセルロースである3つの試料の測定結果が異なるのは、共存成分によるものと推測される。有機物の成分分析においてラマン分光法と赤外分光法で得られる情報は似ているが、ラマン分光法では、測定対象範囲の違いや蛍光の影響、試料とレーザー波長の関係などにより、主成分の情報を正しく得られない場合もある¹⁾。赤外分光法では概ね主成分の情報が得られるが、ラマン分光法ではこれらの点を考慮して分析を進める必要がある。

4 結言

地域企業から寄せられる分析相談への対応を想定し、分析対象となることが多いセルロースを主成分とする試料について、当センターが保有するラマン分光光度計を用いた測定を行った。

その結果、主成分が同様の試料でも、試料によっては当センター保有装置が対応できる測定条件の範囲では蛍光の影響を回避できず、化合物の情報が得られない場合があることがわかった。

本測定事例のような事象があることを考慮に入れ、赤外分光法を併用することで、ラマン分光法を有機物分析における有効な方法として活用することができる。

参考文献

- 1) 情報技術協会. ラマン分光スペクトルデータ解析事例集. 2022