

IRXross™ / AIM-9000を用いた微小部高速 マッピング測定

安保 寛一

ユーザーベネフィット

- ◆ IRXrossと赤外顕微鏡AIM-9000を用いて高速測定が可能です。
- ◆ オプションのマッピングソフトウェアと組み合わせることで高速マッピング測定ができます。
- ◆ 測定時間の短縮により、測定スループットが大幅に向上します。

■はじめに

この度当社より発売したIRXrossは、クラス最高の感度と分解能を有し、最大20スペクトル/秒の高速スキャンにも対応可能なFTIRです。また、分析をナビゲートする島津オリジナルソフトウェアIR Pilot™を標準装備し、優れた操作性も兼ね備えています。

ここでは、上記特長のうち、赤外顕微鏡と組み合わせ、高速測定に焦点を当てた、微小部マッピング分析をご紹介します。

装置外観を図1に示します。IRXrossはIRTracer™-100と同じ安定した移動鏡を採用し、高速測定を実現しました。特に、応答速度の速いMCT検出器*を搭載した赤外顕微鏡AIM-9000と組み合わせることで、測定時間の大幅な短縮が可能となります。

* MCT検出器とは水銀 (Hg) ・カドミウム (Cd) ・テルル (Te) を用いた半導体型検出器です。



図1 IRXross + AIM-9000の外観

■試料

今回、溶液中に存在する微小な異物について、ポリテトラフルオロエチレン (PTFE) 製ろ紙でろ過したものを試料としました。異物が小さく、かつ白色もしくは透明であると、ろ紙上の異物位置を特定することに時間がかかる場合があります。このような場合、異物位置を含めた一定領域のエリアマッピング測定が有効です。

今回測定した異物の可視画像を図2に示します。ぼんやりと異物の位置はわかりませんが、ろ紙表面およびに異物表面に凹凸があるため、すべての位置で可視光の焦点が合わず、異物とろ紙の境界がはっきりしないことがわかります。そこで、今回は異物位置を含めた縦250 μm × 横250 μmの範囲で高速マッピング測定を行いました。

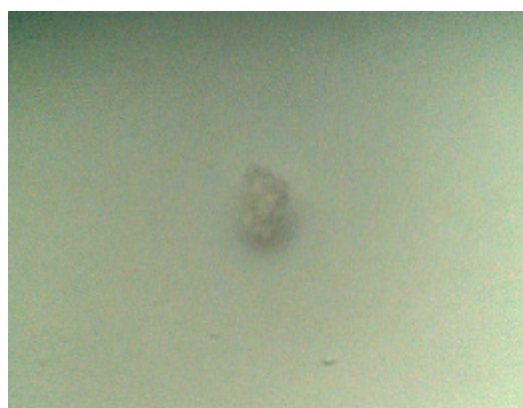


図2 ろ紙上異物の可視観察像

■測定条件

250 μm × 250 μmの測定範囲を図3に示します。各測定位置には25 μm × 25 μmのアーチャーを、測定位置間隔は25 μmに設定しました。これにより、選択範囲が隙間なく測定されることとなります。黄枠はバックグラウンド位置を示します。測定条件を表1に示します。

なお、PTFE製ろ紙は1150~1250 cm⁻¹付近以外に赤外吸収を持たないため、測定手法として透過法を用いました。

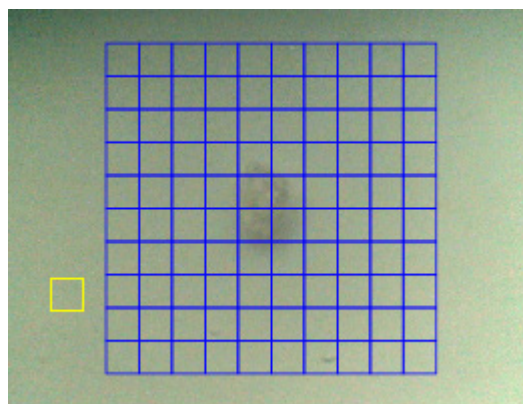


図3 測定範囲設定後の可視観察像

表1 測定条件

装置	: フーリエ変換赤外分光光度計 IRXross (KBr窓板) 赤外顕微鏡 AIM-9000
分解	: 16 cm ⁻¹
積算回数	: 1
アポダイズ関数	: SqrTriangle
検出器	: MCT

■ろ紙上異物の高速マッピング

設定した測定箇所100点を積算1回で高速マッピングし、各測定位置から得られた赤外スペクトルについて、4000～700 cm⁻¹の全領域におけるピーク面積でケミカルイメージを作成しました（図4参照）。全領域の測定時間は約60秒です。赤く表示された場所がピーク面積が広く、異物が存在する位置であることがわかります。なお、ここではピーク面積でケミカルイメージを作成しましたが、その他、表示する演算式としては、「指定位置の強度」、「指定位置の強度比」、「ピーク高さ」、「ピーク高さ比」、「ピーク面積比」、「一致度」が選択可能です。

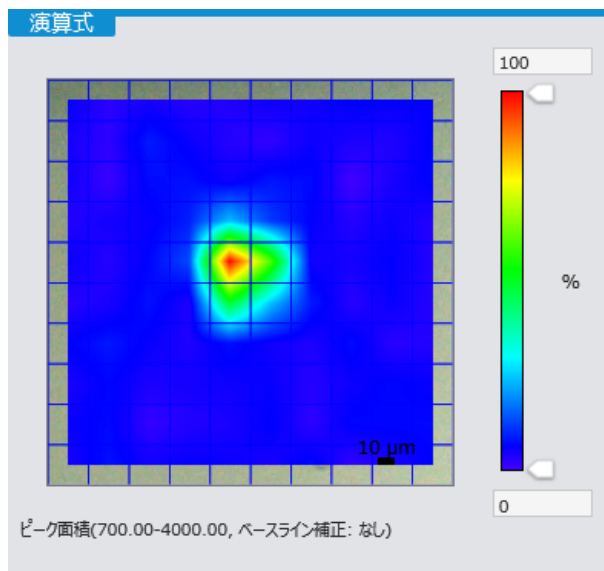


図4 ろ紙上異物およびその周囲のケミカルイメージ図

■異物の同定

上記で異物の正確な位置が特定できたため、異物位置において、積算回数を増やし質のよい赤外スペクトルを測定しました。測定条件を表2に示し、得られた赤外スペクトルを図5に示します。

表2 測定条件

装置	: フーリエ変換赤外分光光度計 IRXross (KBr窓板) 赤外顕微鏡 AIM-9000
分解	: 16 cm ⁻¹
積算回数	: 40
アポダイズ関数	: SqrTriangle
検出器	: MCT

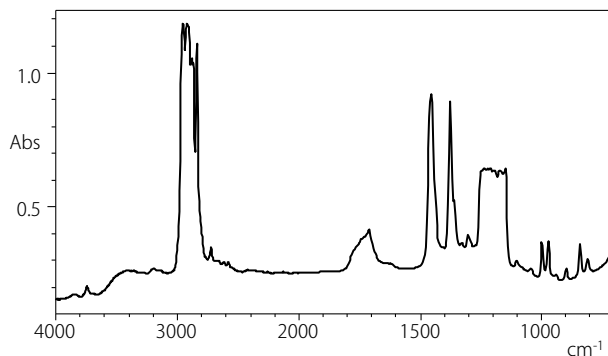


図5 ろ紙上異物の赤外スペクトル

また、得られた赤外スペクトルについて、ライブラリ検索を行った結果を図6に示します。

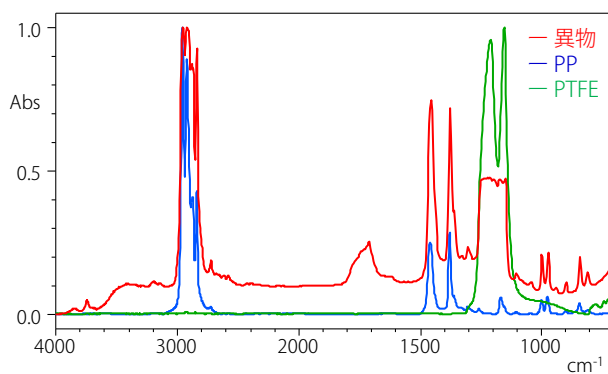


図6 ろ紙上異物の検索結果

この結果、異物はポリプロピレン (PP) であることがわかりました。なお、異物とPPのスペクトルを比較すると、1280～1100 cm⁻¹付近ピーク形状が一致していませんが、これはろ紙であるPTFEの吸収によるものです（図6の緑線参照）。

■まとめ

IRXross+AIM-9000を用いて、微小部高速マッピング測定を行いました。高速で稼働可能な干渉計を搭載したIRXrossでは、約60秒で100箇所のデータ取得が可能であり、測定スループットが大幅に向上しました。なお、実際の測定時間は、設定するアパーチャサイズや測定位置間隔（ステップ）、積算回数によって変動します。

IRXrossは、株式会社島津製作所またはその関係会社の日本およびその他の国における商標です。

株式会社 島津製作所 分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

01-00309-JP 初版発行：2022年 3月

島津コールセンター ☎ 0120-131691

本文中に記載されている会社名および製品名は、各社の商標および登録商標です。本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。

最新版は、島津製作所>分析計測機器の以下のサイトより閲覧できます。
<https://www.an.shimadzu.co.jp/apl/index.htm>

会員情報サービス Shim-Solutions Club にご登録いただけますと、毎月の最新情報をメールでご案内します。
新規登録は、<https://solutions.shimadzu.co.jp/> よりお願いします。

© Shimadzu Corporation, 2022