

## 干渉縞を消す前処理方法の紹介

### Introduction of the Pretreatment for Elimination of Interference Fringes

アプリケーションニュースNo.A313, A335などで既にご紹介しましたように、フィルムの透過スペクトルなどに現れる干渉縞は、その周期が光の入射角度、フィルムの屈折率、そして膜厚に依存することから、フィルムの膜厚を算出する際に利用されます。

しかし、干渉縞はピーク位置や強度に影響を与えるため、定量分析にはもちろん未知物質の同定、定性の際にも解析を困難にすることが少なくありません。

今回は、透過測定において干渉縞の影響を受けにくい前処理方法とその注意点をご紹介します。

T.Tsuchibuchi

### 干渉縞

Interference Fringes

干渉縞は試料内部で反射した光が原因で起こる現象です。Fig.1に光が試料を透過する際の概略図を示します。

試料に照射された赤外光は試料を透過する光(A)以外に、試料表面で正反射(B)、裏面で正反射(C)、裏面と表面で2度正反射(D)、裏面と表面で3度以上正反射(E)などに分かれます。試料が樹脂フィルムの場合、空気界面での反射率は10%以下のため、透過光Aに比べB~Eの光は弱く、特にEはたいへん小さな値になります。

これらA~Eのうち、検出器方向へ進むのはAとDですが、Dはフィルム中を多重反射しているためその分だけAと位相が異なります。この位相の異なる2つの光が混合するために干渉縞が現れます。従って、Dを除去すれば干渉縞はなくなります。

Dを軽減するためにヤスリなどを用いて試料表面を粗面にするという方法があります。試料表面を粗面にすると試料表面での散乱により、正反射光が減るためにDも減少し干渉縞の影響が小さくなります。ただ、散乱による影響は透過光Aも受け、特に波長の短い光が受けるため、透過率表示において高波数側のベースラインが下がるといった現象が起こります。

今回ご紹介するのは赤外透過材のKBrで試料を包埋する方法です。板状のKBr2枚で試料を挟み、錠剤法と同様打錠することで包埋します。この方法であれば、散乱による影響などを受けずに干渉縞を除去することができます。Fig.2に概略図を示します。

光は屈折率が同様の物質同士の界面ではほとんど反射しません。一般的な有機物の屈折率は1.5前後であり、空気の屈折率はほぼ1.0のため数%の表面反射が起こりますが、KBrの屈折率は1.52のため、試料とKBrの界面での反射率は極めて小さくなります。これにより、試料内部で反射したDがほとんど検出されなくなるため干渉縞が除去できるわけです。

Fig.3は市販のラップフィルムの透過スペクトルです。上は通常の透過測定結果で、下はKBrで包埋したフィルムの透過測定結果です。KBrで包埋することにより干渉縞がきれいに除去されていることがわかります。なお、包埋したフィルムの透過スペクトルはピーク強度が小さくなっていますが、これは包埋する際に加圧されるためフィルムの厚さが薄くなったことが原因と考えられます。

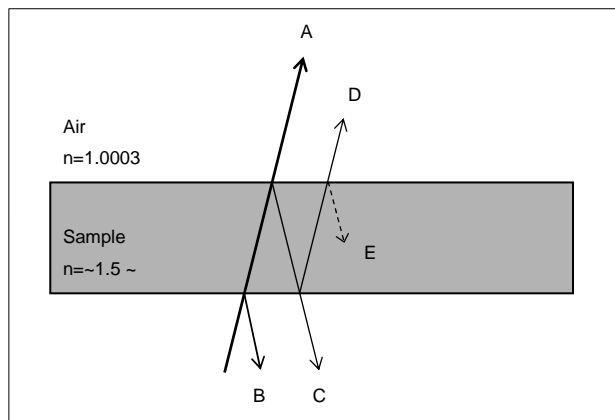


Fig.1 透過法の概略図  
Schematic diagram of Transmission Spectroscopy

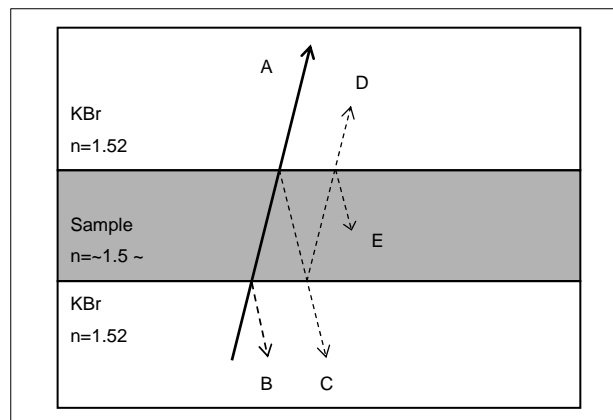


Fig.2 KBrで包埋した場合の透過測定の概略図  
Schematic diagram of Transmission Spectroscopy in KBr

## 顕微鏡測定への応用

Application of Measurements with Infrared Microscope

赤外顕微鏡測定においても干渉縞の影響はよく見られ、異物やラミネートフィルムの分析などにおいてスペクトルの解析を難しくします。特にラミネートフィルム各層の分析を行なう際にマイクロームを用いてフィルムの切片を作製する場合、良く切れる刃を用いて作製した断面が滑らかできれいな切片ほど、干渉縞の影響が大きくなります。しかし、このような場合もKBrで包埋することによりこの影響を軽減、除去することが可能です。

Fig.4は4層構造を持つラミネートフィルム切片の顕微鏡写真です（KBr板上に置いた状態）。マイクロームを用いて厚さ14 $\mu$ mの設定でスライスしました。内部の2層はポリビニリデンクロライド（アクリルとのコポリマー）とポリエチレンの層でどちらも厚さは約20 $\mu$ mです。

Fig.5, 6に両層の透過測定結果を示します。Fig.5はKBr板上に置いた状態で測定した結果で、Fig.6はKBrで包埋した上で測定した結果です。Fig.5では干渉縞によりベースラインが大きくうねっているのに対し、Fig.6でその影響をほとんど受けていないことがわかります。

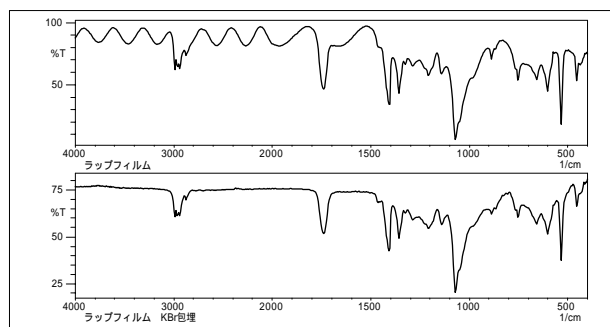


Fig.3 ラップフィルムの透過スペクトル 上:透過測定結果,下:KBrで包埋  
Transmission Spectra of Wrapping Film  
upper : Untreatment, bottom : after Pretreatment

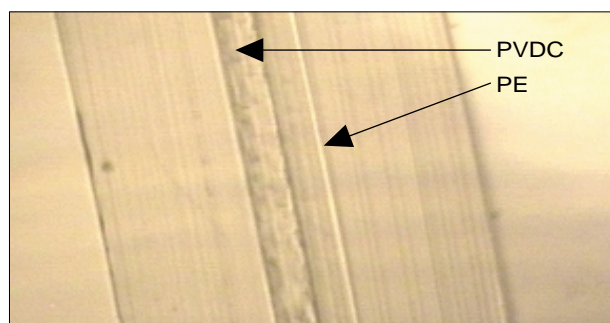


Fig.4 ラミネートフィルム切片の顕微鏡写真  
Micrograph of Cross Section of Laminated Film

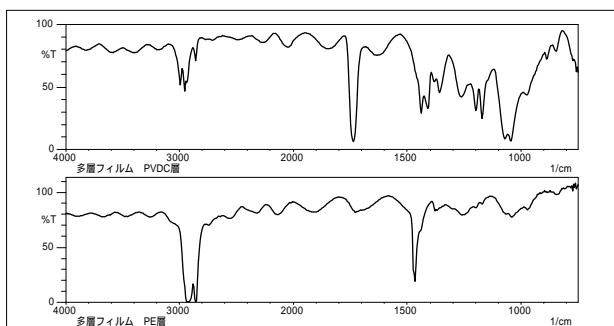


Fig.5 KBr上切片の透過測定結果  
Transmission Spectra of a Laminated Film  
Cross- Section on KBr

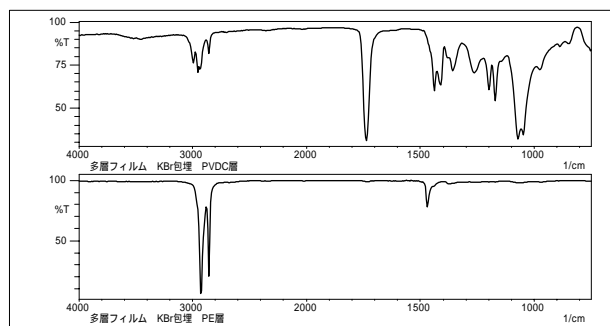


Fig.6 KBrで包埋した切片の透過測定結果  
Transmission Spectra of a Laminated Film  
Cross- Section in KBr

## 注意点

Points of notice

今回ご紹介している前処理方法は干渉縞の影響を軽減、除去するためにたいへん有効な方法ですが、いくつか注意すべきことがあります。

第一に、この方法ではKBr板2枚で試料を挟み打錠することで包埋するため、試料が圧延されて薄くなります。これにより、ピーク強度は包埋する前と比べて小さくなります。また、ダイヤモンドセルなどで微小物を圧延する際は、実顕微鏡下で圧延過程を観察することができますが、この方法では加圧時に試料の状態を観察できません。従って、必要以上に試料を薄くしてしまうことが考えられるため注意が必要となります。

第二に、特に赤外顕微鏡を用いて微小試料を測定する場合、包埋後の試料は観察像が見難くなってしまいます。これはKBr板やダイヤモンドセルなどの上に置いた状態

でははっきりと確認できるようなものでも、包埋することによりコントラストが悪くなるためです。また、試料が傾いた状態で包埋されると試料の一部でしか焦点が合わなくなり、観察が難しくなる原因となります。もちろんKBrのくもりなどによっても観察像は影響を受けます。従って、濃い色を持つ試料の場合は良いのですが、白色や透明の試料などの場合は注意が必要です。

最後に、KBrで包埋した試料を回収する際にも注意が必要です。KBrは水に溶けるので純水で洗浄すれば容易に取り除くことができますが、その際、試料や試料中の成分が水溶性であったり、水によって何らかの影響を受ける物質であった場合、回収によって変化してしまうこととなります。また、コンタミネーションによる影響にも十分注意が必要です。

**島津製作所** 分析計測事業部  
応用技術部

島津分析コールセンター

●東京 ☎(03)3219-1691  
●京都 ☎(075)813-1691