

赤外顕微鏡を用いた近赤外マッピングへの応用

Application of NIR Mapping with Infrared Microscope

MCT検出器を搭載した赤外顕微鏡における測定可能領域は、一般的に $5,000 \sim 700 \text{ cm}^{-1}$ 程度です。赤外顕微鏡を用いて近赤外領域のスペクトルを測定するためには、FTIR本体の光源およびビームスプリッターを交換する必要があります。FTIRの新製品IRPrestige-21では近赤外キットとして、タングステン・ヨウ素ランプ、 CaF_2 のビームスプリッ

ターおよびInGaAs検出器を使用することにより、近赤外領域の測定に対応することができます。

ここでは、近赤外キットを取り付けたIRPrestige-21と赤外顕微鏡を用いて、近赤外領域での透過法によるマッピング測定を行った例をご紹介します。

S.Takeuchi

装置の概要

Outline of NIR Microscope

IRPrestige-21には、 $12,500 \sim 3,800 \text{ cm}^{-1}$ の領域を測定できる近赤外キットが用意されています。近赤外キットには、タングステン・ヨウ素ランプ、 CaF_2 のビームスプリッターおよびInGaAs検出器が含まれており、このうち光源と検出器は標準のものと併設できます。今回、検出器としては、赤外顕微鏡に付属のMCT検出器を使用しました。Fig.1は、近赤外用顕微FTIRの光学系を示しています。この構成により $10,000 \sim 2,000 \text{ cm}^{-1}$ 程度の波数範囲で微小領域の測定が可能になります。

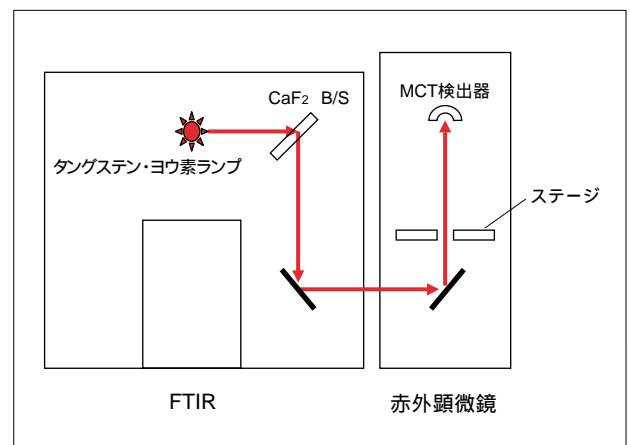


Fig.1 近赤外用顕微FTIRの構成図
Optical Diagram of Near-Infrared Microscope

ガラス板にはさまれた接着剤のマッピング測定

Mapping of Adhesive between Glass Plates

近赤外スペクトルの特長は、近赤外領域に現れる吸収が中赤外領域に比べると格段に弱く、透過測定では膜厚が厚い状態で測定できることにあります。ここでは、ガラス板にはさまれた接着剤をマッピング測定した結果をご紹介します。

Fig.2は2液混合タイプのエポキシ系接着剤を2枚のガラス板にはさんだ状態を示しています。A剤（エポキシ樹脂）とB剤（ポリオール）の適量をそれぞれ混ぜり合うようにガラス板上にとり、厚さ0.5mmのスペーサーをはさんでもう一枚のガラス板を重ねたものです。ガラス板の厚さは1mmです。Fig.3は、マッピングソフトによって取り込まれた画像です。図の青色グリッドで設定された領域をTable.1に示した条件でマッピングを行いました。

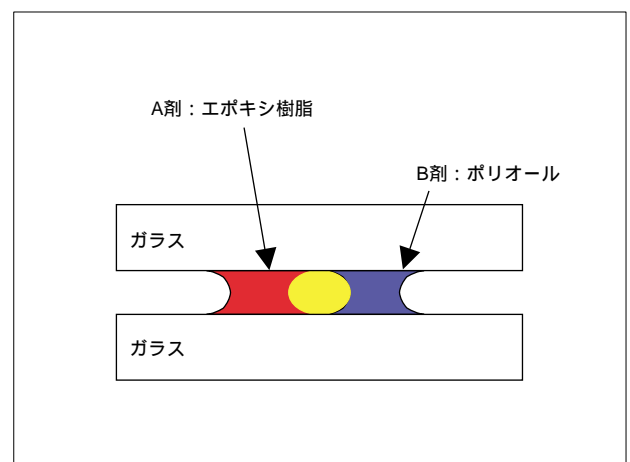


Fig.2 ガラス板にはさまれた接着剤
Diagram of Adhesive between Glass Plates

任意の4箇所におけるスペクトルをFig.4に示しました。6,071 cm^{-1} 、4,528 cm^{-1} にエポキシ樹脂に特有なピークが確認できます。それぞれのピーク高さを用いて強度分布表示したものをFig.5に示しました。6,071 cm^{-1} のピークはエポキシ基のC-H伸縮振動の第一倍音によるもので、このピークによるマッピング結果よりA剤とB剤が混合しているほぼ中央付近までしかエポキシ基が存在していないことが推測できます。これに対して4,528 cm^{-1} のピークはCH伸縮とCH変角の結合音とされますが、このピークはA剤および反応部分に存在していることがわかります。

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Resolution	: 8 cm^{-1}
Accumulation	: 10
Aperture Size	: 100 μm
Step	: 100 μm
Detector	: MCT

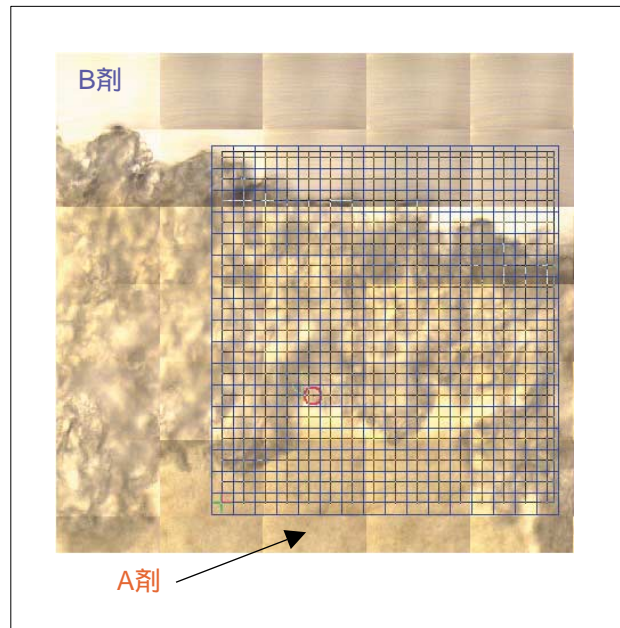


Fig.3 プレビュースキャン後の画像
Result of Scanning View

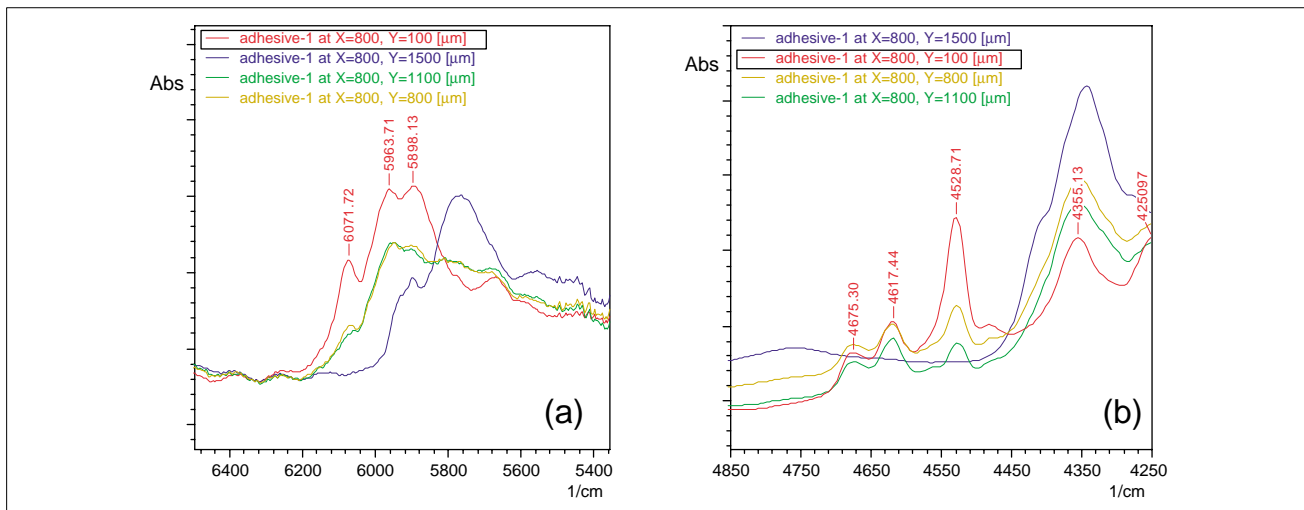


Fig.4 任意の4点のNIRスペクトル
NIR spectra at any four points

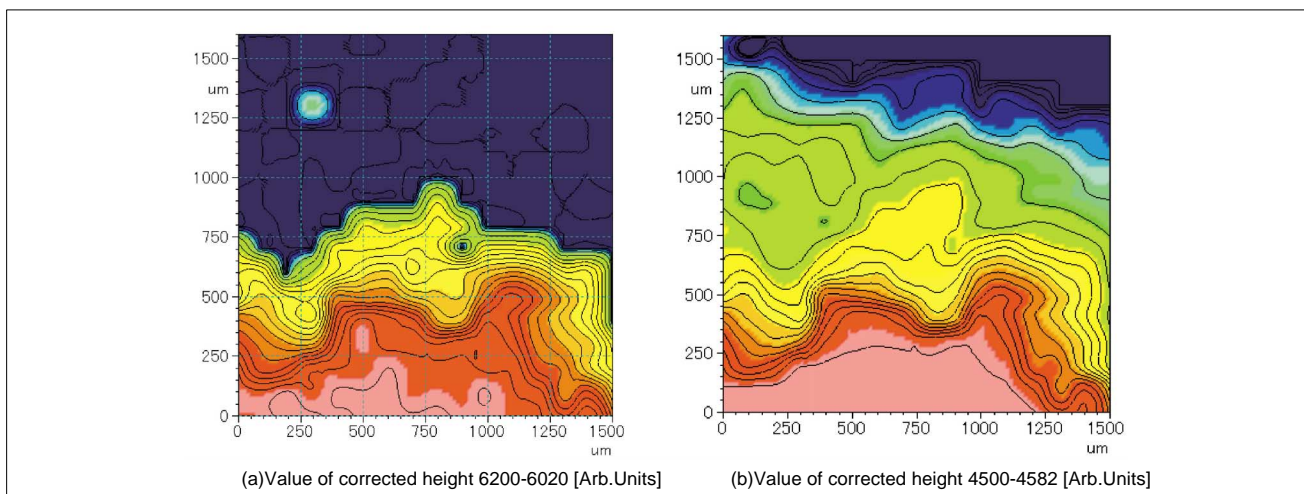


Fig.5 6,071 cm^{-1} 、4,528 cm^{-1} のピークを用いた強度分布図
Contour Map of Peaks at 6,071 cm^{-1} 、4,528 cm^{-1}

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

いろいろな分析アプリケーションニュース類は
<http://www.an.shimadzu.co.jp/support/support.htm>
でご覧いただけます。

会員情報提供サービス「Shim-Solutions Club」にご登録下さい。
<http://solutions.shimadzu.co.jp/>
いろいろな情報提供サービスが受けられます。