

Application News

No. A563

光吸収分析

試料室設置型赤外顕微システムによる微小物の分析

試料室設置型赤外顕微システムは、FTIR 本体の試料室内に S.T.Japan Inc.製の顕微 IR アクセサリー SurveyIR™ (サーベイヤー) (以下、SurveyIR) *1 を設置し、100 μm 程度までの微小部を測定するシステムです。赤外スペクトルの検出には FTIR 本体の標準検出器を使用します。SurveyIR は透過/反射/ATR 測定 (ダイヤモンド、Ge プリズム) が可能で、アパーチャは全 6 種類 (2000、250、200、160、100、60 μm) から選択可能です。対象となる試料の大きさが 100 μm 程度であれば、SurveyIR を用いることによって微小部測定が可能となります。なお、対象物サイズが数十 μm 程度の場合には、MCT 検出器を搭載した赤外顕微鏡を用いた分析が効果的です。

例として、図 1 には島津 FTIR の IRSpirit™ (以下、IRSpirit) と SurveyIR を組み合わせたシステム外観を示します。

IRSpirit は、クラス最高の SN 比と最高分解能を兼ね揃えたコンパクト FTIR です。本体サイズは 390 (W) × 250 (D) × 210 (H) mm と A3 サイズ以下で、間口の狭い場所でも設置できるように、2 面からのアクセスを可能にしています。また、液体セルや KBr 錠剤といった透過測定用の付属品はもちろん、1 回反射型 ATR 測定装置や拡散反射測定装置などの既存付属品や市販付属品をそのままお使いいただける特長もあります。

IRSpirit は、赤外検出器の選択として DLATGS 検出器を備えたモデル (IRSpirit-T) と、LiTaO3 検出器を備えたモデル (IRSpirit-L) の 2 種類があります。このうち、DLATGS 検出器は温度調節機能を備えた高性能な検出器で、測定環境の温度変化が測定結果に及ぼす影響を最小限に抑えています。

本稿では、IRSpirit-T タイプを使用した試料室設置型赤外顕微システムによる微小物の分析例をご紹介します。

R. Fuji



図 1 試料室設置型赤外顕微システム (IRSpirit-T / SurveyIR)

■ ATR 法によるファイバーの分析

図 2 に示す直径 80 μm 程度のファイバーを ATR 法を用いて測定しました。ダイヤモンド結晶を通して測定部分を可視観察することにより、正確なセンタリングと試料を観察しながらの測定が可能です。表 1 に測定条件を示します。

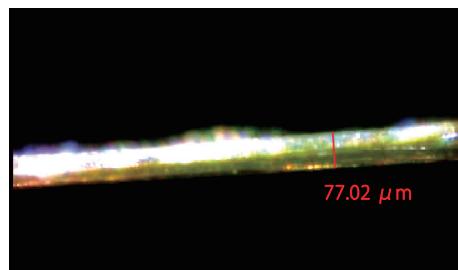


図 2 ファイバー

表 1 測定条件

装置	: IRSpirit-T (KRS-5 窓板) SurveyIR
分解積算回数	: 8 cm ⁻¹ : 128
アポダイズ関数	: SqrTriangle
アパーチャサイズ	: 100 μm
検出器	: DLATGS
ATR プリズム	: ダイヤモンド

図 3 に島津標準ライブラリを用いて、得られた赤外スペクトルを検索した結果を示します。検索の結果、ファイバーはポリエステルに類似した素材であることが判明しました。

SurveyIR を用いることにより、試料の観察画像が鮮明で測定箇所を指定しやすく、従来の 1 回反射 ATR 付属品とは異なり、試料サイズに合ったアパーチャを選択できるため、良好な赤外スペクトルを得ることができました。

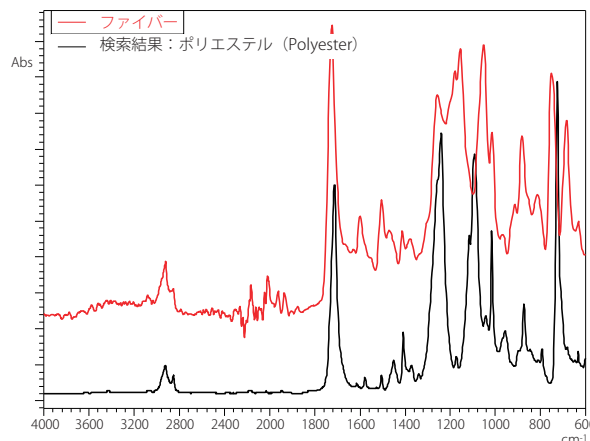


図 3 ファイバーの赤外スペクトルと検索結果

■ ATR 法による白色微小物の分析

図4に示す大きさ130 μm程度の白色微小物をATR法を用いて測定しました。SurveyIRは、X、Yステージを手動で自由に動かすことができるため、測定すべき微小物が離れて複数点存在する場合でも、一点一点を正確にセンタリングし測定できます。また、Z軸の微調機能により、凹凸のある試料でもピントの合った画像を取得しやすいという特長もあります。

得られた赤外スペクトルと検索結果を図5に示します。測定条件は前項の表1と同様です。白色微小物は、炭酸カルシウムであることが判りました。

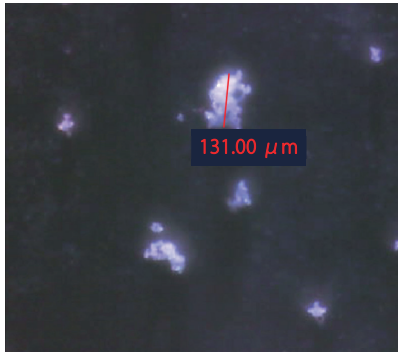


図4 白色微小物

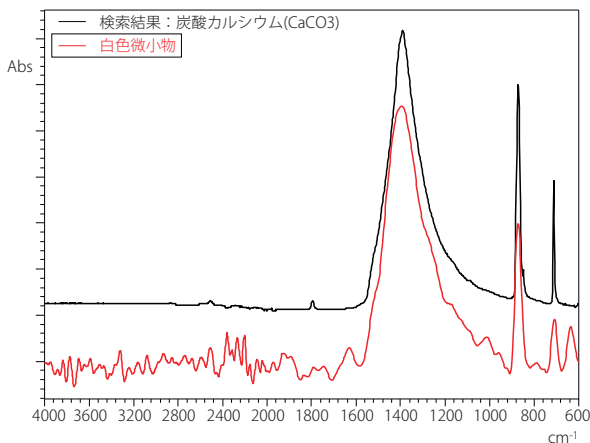


図5 白色微小物の赤外スペクトルと検索結果

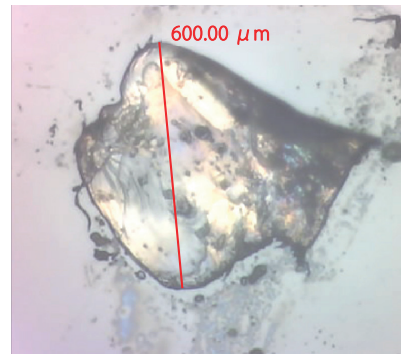


図6 透明フィルム

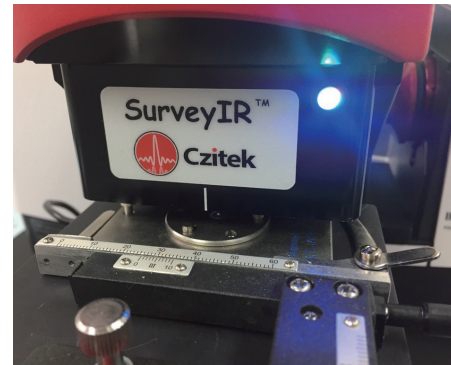


図7 試料ステージにダイヤモンドセルを設置した様子

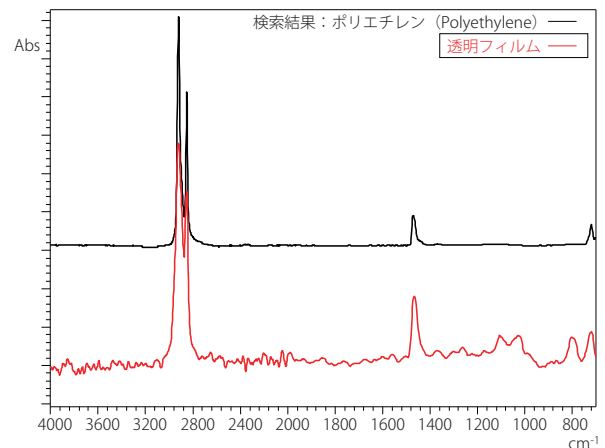


図8 透明フィルムの赤外スペクトルと検索結果

■ 透過法による透明フィルムの分析

図6に示す比較的大きなサイズの透明フィルムをダイヤモンドセルで圧延し、透過法により測定しました。SurveyIRの試料ステージは、一般的な赤外顕微鏡と同様にダイヤモンドセルの設置が可能であるため、前処理から測定へスムーズに進むことができます。設置した様子を図7に示します。

島津FTIRを制御するソフトウェアLabSolutions™ IRでは、スペクトルのモニター測定が可能であるため、画像と赤外スペクトルを確認しながらステージ位置を調整し、最適なピーク強度が得られる測定箇所を見つけることができます。

ここでは、アパーチャサイズを160 μmに設定し測定を行いました。その他の条件は表1と同様です。得られた赤外スペクトルと検索結果を図8に示します。フィルムの素材は、ポリエチレンであることが判りました。

■ まとめ

試料室設置型赤外顕微システムにより、100 μm程度の微小物の分析を感度良く行うことができました。また、観察機能にも優れており、Z軸の微調機能によりスムーズに鮮明な画像が取得でき、試料の測長も行うことができました。SurveyIRでは、透過/反射/ATR測定との切り替えが容易で、試料に適した手法を選択できます。また、6種類のアパーチャにより、試料サイズに合わせた測定が行えます。

なお、対象物サイズが数十 μm 程度の場合には、MCT検出器を搭載した赤外顕微鏡をお使いください。

*1 本文中に S.T.Japan Inc 製のアクセサリとの記載がありますが、本製品は Czitek, LLC のものです。

IRSpirit と LabSolutions は、株式会社島津製作所の商標です。SurveyIR は、Czitek, LLC の商標です。