

赤外顕微鏡による紙上異物の分析

赤外顕微鏡には透過法、正反射法、ATR法などの測定手法があり、さまざまな状況、状態で発生する不良解析に対応することができます。これらの測定手法のうち透過法は、試料のサンプリングや厚さの調整などの前処理が必要ではありますが、光量利用率が高く、試料の膜厚を調整することによりピーク強度を変更することが可能なことなどから、感度や応用性の高い測定手法と言えます。今回は、この透過法を用いて行なった紙上異物の分析例をご紹介します。

赤外顕微鏡を用いて異物の透過測定を行なう場合、基材など異物の周辺状況や異物の大きさなどの問題で直接測定できないことがほとんどです。このため、異物を取り出し、赤外光が透過する適当な厚さに調整した上で赤外透過材の上に移すという前処理が必要となります。異物を取り出しには精密針や精密ピンセットがよく用いられ、赤外透過材にはKBr、BaF₂の窓板やダイヤモンドセルが用いられます。なかでもダイヤモンドセルは2枚のセルで圧延することにより試料の厚さを調整できるので便利です。実体顕微鏡下で作業すれば試料の状態を観察しながら圧延することも可能です。

図1は紙上で見つかった異物をダイヤモンドセルで圧延した後の顕微鏡写真です。圧延後の異物サイズは約100 μ mと比較的大きかったため、アパーチャサイズ20 μ m□の設定にて複数の位置で透過測定を行ないました。図1の青枠で示した位置での測定結果を図2に示します。

どちらの赤外スペクトルも1500-1400cm⁻¹や1200-900cm⁻¹などにピークを持ちますが、そのピーク強度比に違いが見られます。また、他の位置での測定でも同様の結果が得られたことから、異物は1500-1400cm⁻¹にピークを持つ成分と1200-900cm⁻¹にピークを持つ成分とが不均一に混合しているものと推測することができます。そこで、それぞれの成分による影響を除去するために係数を調整して差スペクトル(黒-赤と赤-黒)を求めました。結果を図3(黒-赤)、図4(赤-黒)に示します。

図3、4はそれぞれ炭酸マグネシウムとセルロースの赤外スペクトルを示していることがわかります。このうち、セルロースは異物をかき取った際に紙繊維が付着したものと考えられるため、異物は炭酸マグネシウムであると考えられます。

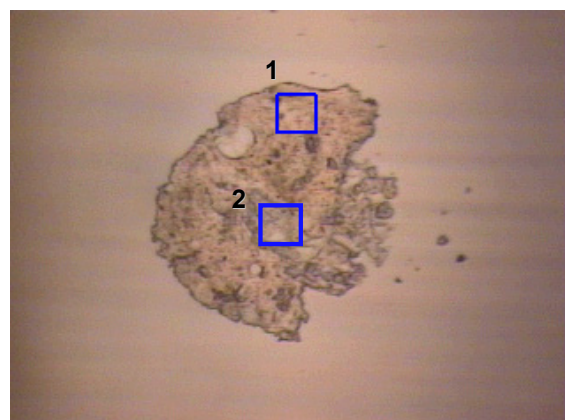


図1 紙上異物の顕微鏡写真
青枠: 20x20 μ m

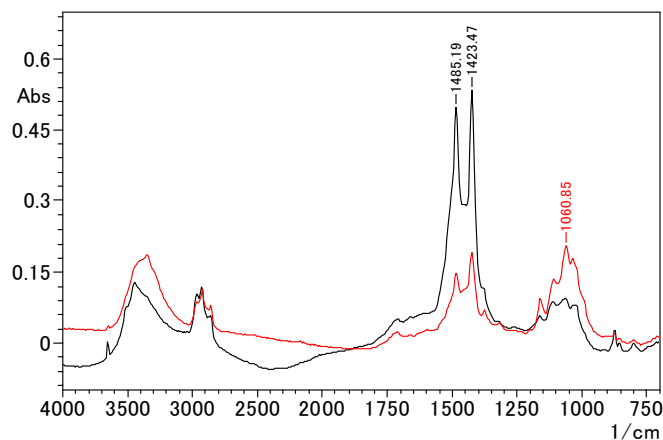


図2 異物の測定結果
黒: 1、赤: 2

測定条件

Resolution	: 8cm ⁻¹
Accumulation	: 100
Detector	: MCT

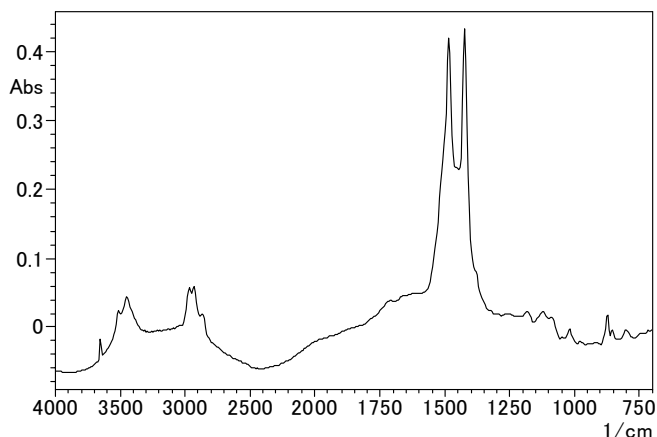


図3 差スペクトル 黒-赤(1-2)
⇒ 炭酸マグネシウム

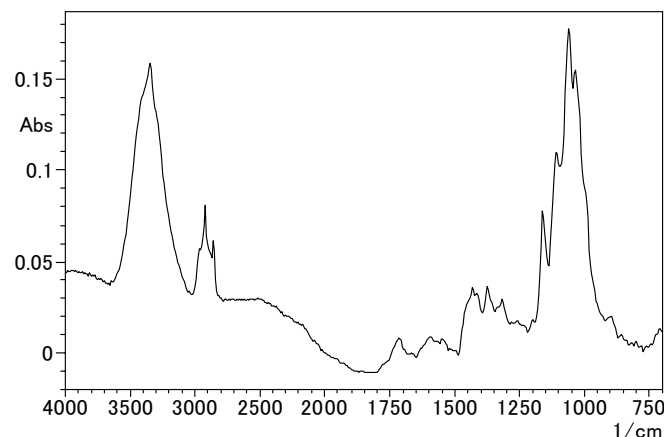


図4 差スペクトル 赤-黒(2-1)
⇒ セルロース(紙)