

赤外顕微鏡によるフィルム中異物の分析

赤外顕微鏡は試料サイズ10 μm 程度までの微小物、微小領域の赤外スペクトルを測定することができ、試料の状態や分析目的などに合わせて透過法、正反射法、ATR法などの測定手法を選択することができます。測定対象が試料表面に存在する場合は正反射法やATR法を用いて前処理なく直接測定することが可能ですが、フィルムや樹脂などの内部に混入した異物の場合は直接測定することが困難なため、内部から取り出す必要があります。異物のサンプリングにもそのサイズや状況に応じて様々な方法がありますが、今回はフィルム中異物に対し、マイクロームを用いてサンプリングし分析した結果についてご紹介します。

マイクロームは多層フィルムの断面や切片を作成する際によく用いられますが、フィルムやシートなどの内部に混入した異物をサンプリングする場合にも利用することができます。

図1はフィルム中異物をマイクロームでサンプリングする際のイメージです。フィルムの切片を作成する要領で、異物を含んだ部分のフィルムを切断します。繊維などある程度長さのある異物の場合、異物の一部のみを取り出し、残りの大部分を保存することができるため複数の方法で多角的に分析する際に有効です。

図2は上記の方法で作成したフィルム切片の顕微鏡写真です。また図3は異物とフィルム部分に対し赤外顕微鏡を用いた透過法で測定した結果です。図3より、異物の測定結果はフィルムとほぼ同様ですが、 1000cm^{-1} 付近や $1600\text{-}1500\text{cm}^{-1}$ などに違いが見られます。図4は異物とフィルムの差スペクトル(異物-フィルム)とそのスペクトル検索結果です。図4より、差スペクトルはステアリン酸カルシウムなどのカルボン酸塩とケイ酸マグネシウムなどのケイ酸塩が混合したものと推測されます。

以上の結果より、異物はフィルムの中にカルボン酸塩やケイ酸塩が分散したものと考えられます。

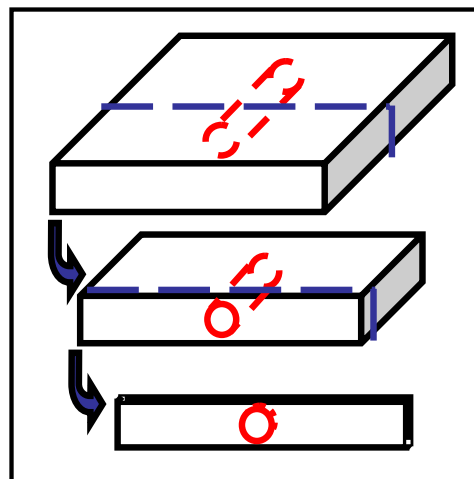


図1 マイクロームによるサンプリング(切片作成)イメージ

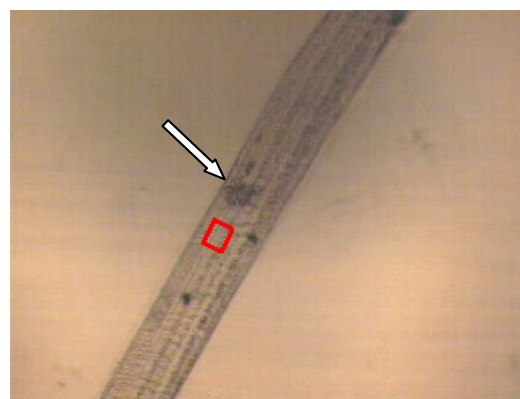


図2 異物(矢印)を含んだフィルム切片の顕微鏡写真
写真中赤枠: $20 \times 25 \mu\text{m}$

測定条件

Resolution	: 8cm^{-1}
Accumulation	: 40
Detector	: MCT

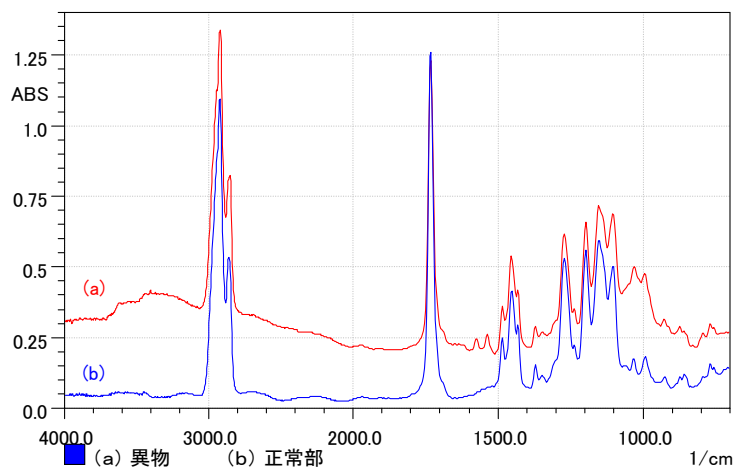


図3 異物(a)とフィルム(b)の測定結果

COPR. (c) 1980, 1981-2001. BIO-RAD, SADTLER DIVISION. ALL RIGHTS RESERVED.

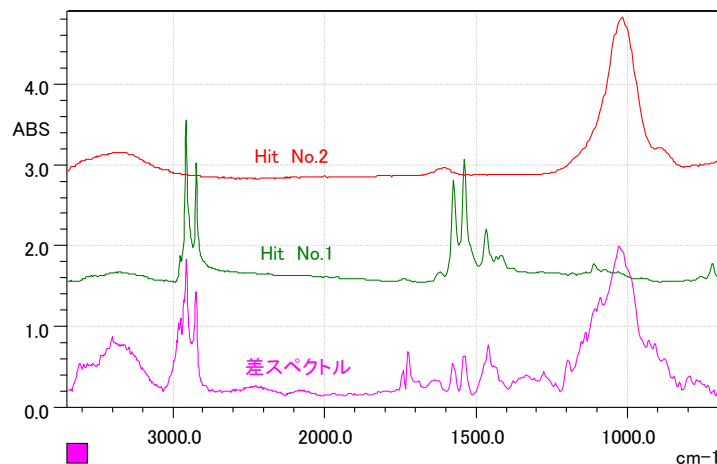


図4 差スペクトルと検索結果