

顕微ラマンによるラップフィルムの分析

Analysis of Wrapping Film by Micro-Raman Spectroscopy

塩化ビニリデンがその代表的素材としてよく知られている食品包装用のラップフィルムは、厚さが10~20 μ m程度の薄いフィルムです。最近では環境にやさしい製品が消費者に好まれるため、塩素化合物製品の代替品が市場でも目を引きまします。これらのフィルムは多層構造になっているものもあり、3層以上からなる場合は、フィルムの各層の成分を分析するには顕微FTIRよりもより空間分

解能の高い顕微ラマンが有効な手段となります。

このような試料の場合、装置の性能を最大限発揮するためにも、フィルムをいかにうまくスライスするかが、分析の成否を大きく左右することになります。今回は、株式会社日本マイクロトム研究所の協力をいただいてフィルム切片を作成し、3層フィルムについて測定した結果をご紹介します。

フィルム切片の作製

Preparation of Sections of Film

試料として、市販の食品用ラップフィルム（塩素化合物を含まない多層フィルム）を選びました。

フィルム切片の作成には、(株)日本マイクロトム研究所製ロータリーマイクロトムを用いました。氷包埋によって固定したフィルムをスチールナイフを用いて、厚さ5 μ mの設定で切り出しました。

Fig.1は光学顕微鏡で観察した試料切片の拡大写真です。フィルムの厚さは約10 μ mで、3層構造になっているのがわかります。

各層のラマンスペクトル

Raman Spectra of Each Layer

測定にはKaiser社のラマン分光光度計Series5000（レーザー：532nm，顕微鏡：Olympus BX60）を用いました。Fig.2は、100倍の対物レンズを用いたときの顕微ラマンでの観察像です。各層のスペクトルを測定した結果、両側は同一スペクトルで中間層が違うことがわかりました。Fig.3（裏面）は表層のスペクトルと内側のスペクトルを重ね書きにしたものです。

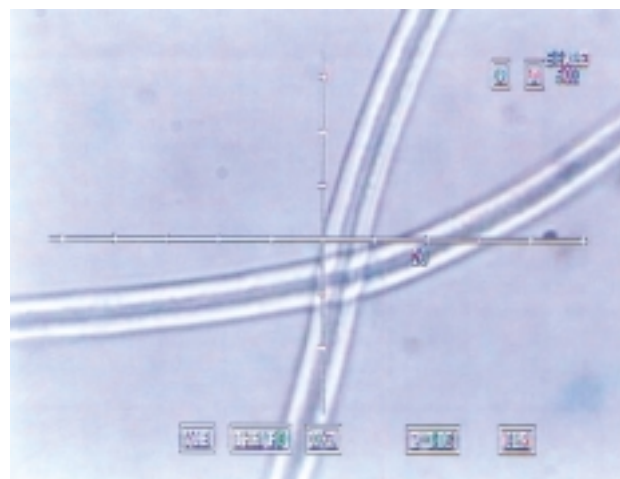


Fig.1 光学顕微鏡によるラップフィルム切片の拡大写真
Micrograph of Wrapping Film by Optical Microscope



Fig.2 顕微ラマンによるラップフィルム切片の拡大写真
Micrograph of Wrapping Film by Raman-Microscope

Table 1 分析条件
Analytical conditions

Laser	: 532nm
ExposureTime	: 20sec
Magnification	: × 100

ラマンスペクトルの検索結果

Search Result of Raman Spectra

Fig.4, 5は、これらのスペクトルをデータベースを用いて検索した結果です。表層のスペクトルはポリプロピレン、中間層のスペクトルはナイロンであることがわかります。

以上のように、10 μ m以下の多層構造からなるフィルムでも、ミクロトームで切片を作成することにより、容易にラマンスペクトルを測定できることがわかります。

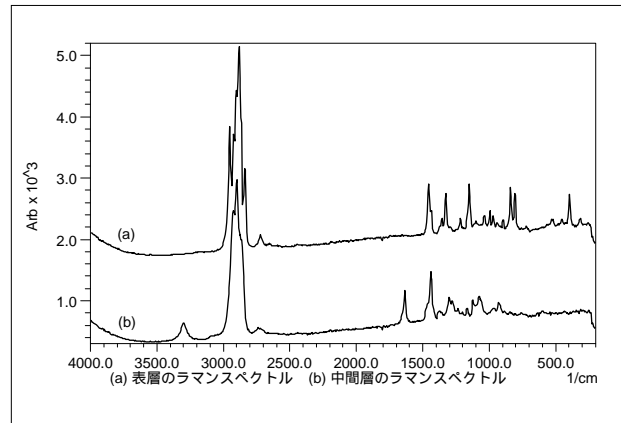


Fig.3 各層のラマンスペクトル
Raman Spectra of Each Layer

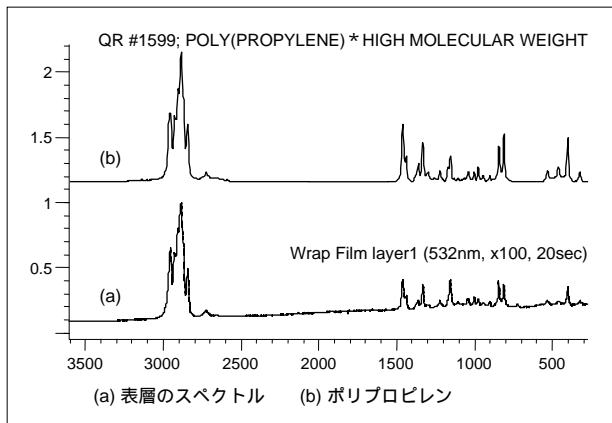


Fig.4 表層スペクトルの検索結果
Search Result of Surface Layer

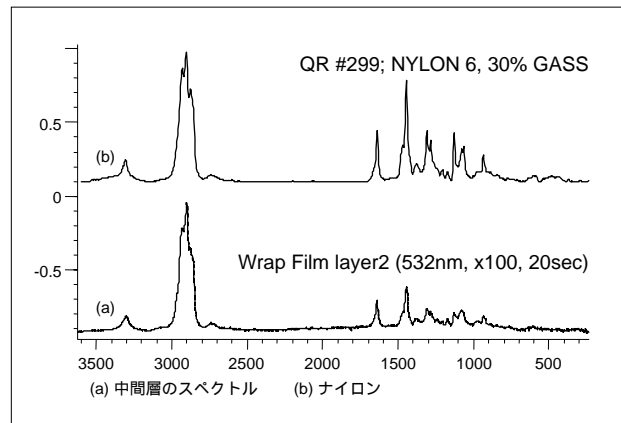


Fig.5 中間層スペクトルの検索結果
Search Result of Middle Layer

顕微FTIRによる測定

Measurement by Infrared Microscope

参考に、同じ試料をダイヤモンドセルに移し取り、プレスした後、顕微FTIRによる透過法で測定しました。Fig.6はベースライン補正後の表層(a)および中間層(b)のスペクトルです。アパーチャーの幅は10 μ m以下の設定であるため、低波数側でスペクトルの分解が悪くなっていますが、顕微FTIRを用いてプレスすることにより定性可能なスペクトルが得られました。

Table 2 分析条件
Analytical conditions

Resolution	: 8cm ⁻¹
Accumulation	: 1000
Apodization	: Happ-Genzel
Detector	: MCT

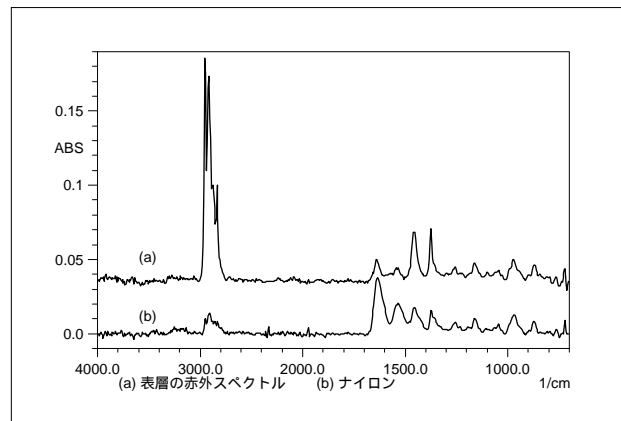


Fig.6 各層の赤外スペクトル
Infrared Spectra of Each Layer