

赤外顕微鏡用ダイヤモンドATR対物レンズ DAOSを用いた繊維状異物の分析

藤里砂

ユーザーベネフィット

- ◆ DAOSを用いることで可視画像を確認しながら、確実にATRプリズムと試料を密着させることができます。
- ◆ DAOSの内部LEDにより、明るい視野で可視観察が行えます。
- ◆ DAOSはダイヤモンドATRプリズムであるため、破損の心配が少なく、比較的硬い試料の測定も行えます。

■はじめに

大きさ100 μm程度より小さな微小異物の分析には赤外顕微鏡が用いられます。赤外顕微鏡ではFTIRと同様に、透過法、反射法、ATR法の各手法を試料にあわせて選択することが可能です。このうちATR法は、ATRプリズムと試料を密着させることで試料表面からの反射光を検出する方法で、製品に付着した異物を直接分析したい場合などに有用です。

本稿ではプリズム密着時の可視観察が可能な赤外顕微鏡用ダイヤモンドATR対物レンズ DAOSを使用して、フィルタに捕集された繊維状異物を分析しました。

■ATR法

ATR法では、ATRプリズムと試料を確実に密着させることで良好な赤外スペクトルを得ることができ、異物など対象の成分を正確に判断することができます。ATRプリズムの代表的な種類としてはダイヤモンドとゲルマニウムがあります。両者の特徴を表1に示します。

表1 ダイヤモンドプリズムとゲルマニウムプリズムの特徴

プリズムの種類	ダイヤモンド	ゲルマニウム
屈折率	2.42	4.00
もぐり込み深さ (入射角45度、 $4,000\text{cm}^{-1}$ の場合)	約0.50 μm	約0.17 μm
プリズムの強度	◎	○
可視観察	可	不可
メリット	<ul style="list-style-type: none"> ・試料との接触時に可視観察ができ位置調整がしやすい ・もぐり込み深さが深いため強いピーク強度が得られる 	<ul style="list-style-type: none"> ・屈折率が高い試料（黒色ゴムなど）の測定が可能 ・もぐり込み深さが浅いため薄膜や表面劣化の分析に向いている

■DAOS

株式会社エス・ティ・ジャパン製 DAOSの外観を図1に示します。DAOSは赤外顕微鏡 AIM-9000に取り付けて使用します。DAOS内部にはLEDが搭載され、明るい視野の画像を容易に得ることができ、明るさの調整も可能です。なお、DAOSのプリズム径はΦ2 mmです。



図1 DAOSの外観

■DAOSを用いた異物分析

フィルタに捕集された繊維状異物をDAOSを用いて分析しました。広視野カメラの画像を図2に、測定条件を表1に示します。測定対象は図2赤枠の繊維です。

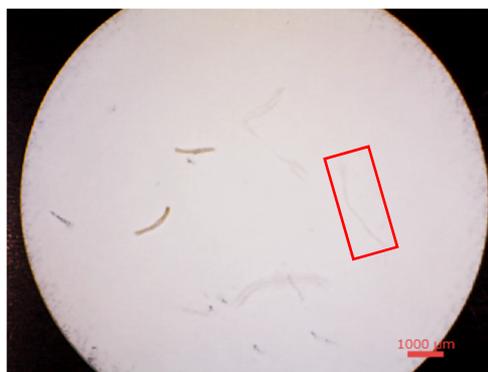


図2 広視野カメラの画像

表1 測定条件

装置	: IRTracer-100 AIM-9000
分解	: 8 cm^{-1}
積算回数	: 40
波数範囲	: $4,000\sim 700\text{ cm}^{-1}$
アポダイズ関数	: SqrTriangle
検出器	: MCT

測定装置を図3に、ATRプリズムと試料が密着する直前、および密着した状態における画像を図4, 5に示します。密着時には画像が変化し、ATRプリズムが確実に試料に接触していることを目視で確認することができます。



図3 測定装置 (IRTracer™-100, AIM-9000)

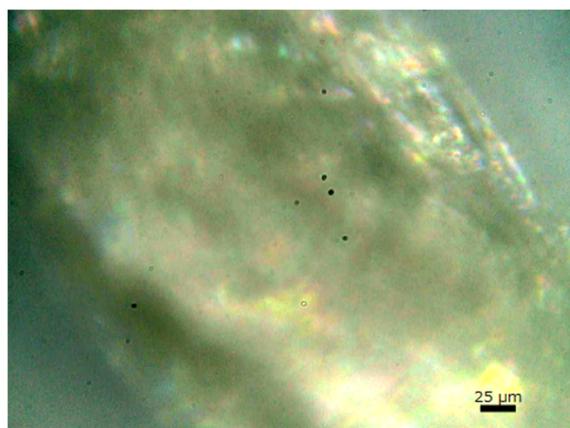


図4 ATRプリズムと試料が密着する直前の画像

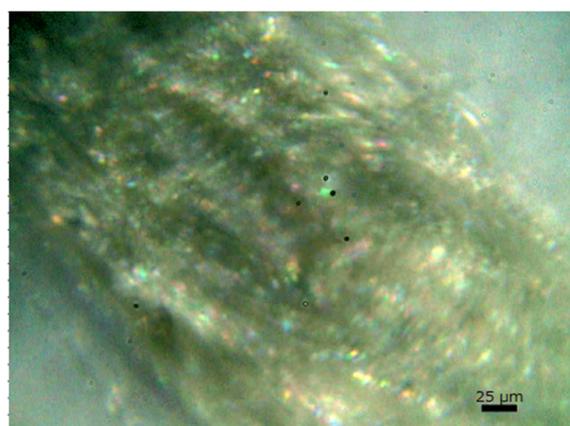


図5 ATRプリズムと試料が密着しているときの画像

測定結果とライブラリ検索結果の重ね描きを図6に示します。島津オプションライブラリである異物ライブラリより、セルロースとカルボン酸塩の混合物がヒットしました。異物は混合物であることも多いため、混合物が登録されたライブラリと比較すると定性を行いやすくなります。

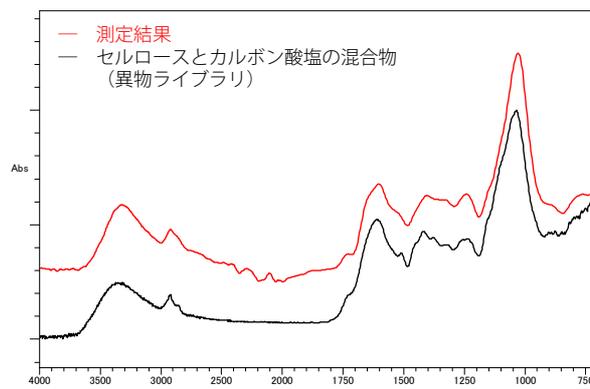


図6 測定結果とライブラリ検索結果の重ね描き

■異物ライブラリの特長

異物ライブラリは、当社FTIRの装置制御・データ解析を行うソフトウェアLabSolutions™ IRにオプションとして追加いただくことで、標準ライブラリと同様に使用いただけます。本ライブラリには、実際に捕集された異物（水道事業体、食品会社ご提供）やパッキンのような混合物など、485点にも及ぶデータが収録されているため、単一成分のデータのみを収録した市販のライブラリとは異なり、検索精度が格段に向上しています。

異物ライブラリには、1回反射ATR法で取得した赤外スペクトルの他、主要元素、色、形状、硬さ、金属光沢の有無などの詳細情報が含まれています。収録されている試料すべてにおいて蛍光X線分析装置 (EDX) による分析も行っているため、異物ライブラリでヒットした試料について、該当するEDXプロファイルデータベースをPDFファイルにより閲覧することができます。これには、定性プロファイルと定量分析結果、試料の写真が記載されています。異物ライブラリは様々な製品中の異物分析に大変有用です。ぜひご活用ください。

■まとめ

DAOSを用いることで、可視観察を行いながらATRプリズムと試料を確実に密着させ、良好な赤外スペクトルを得ることができました。また、解析には異物ライブラリを用いることで、容易に定性することができました。

注) DAOSのご購入を検討されているお客様は、弊社代理店および営業にご相談ください。

IRTracer, IRAffinity, およびLabSolutionsは、株式会社 島津製作所の日本およびその他の国における商標です。

株式会社 島津製作所 分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

01-00003-JP 初版発行：2021年2月

島津コールセンター ☎ 0120-131691

本文中に記載されている会社名および製品名は、各社の商標および登録商標です。本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。

改訂版は会員制サイト Solutions Navigator で閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>
閲覧には、会員制情報サービス Shim-Solutions Club にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

© Shimadzu Corporation, 2021

＞ アンケート

関連製品 一部の製品は新しいモデルにアップデートされている場合があります。



＞ IRTracer-100
フーリエ変換赤外分光光度計



＞ IRAffinity-1S
フーリエ変換赤外分光光度計



＞ FTIRシリーズ セミカ
スタム品

関連分野

＞ 石油・化学工業

＞ 電気・電子

＞ 食品・飲料

＞ 価格お問い合わせ

＞ 製品お問い合わせ

＞ 技術お問い合わせ

＞ その他お問い合わせ