SHIMADZU APPLICATION NEWS
島津アプリケーションニュース
LAAN-A-FT035
●光吸収分析
SPECTROPHOTOMETRIC ANALYSIS
No.A437

フーリエ変換赤外分光光度計（FTIR）と走査型共焦点レーザー顕微鏡（CLSM）による繊維状異物の分析

Analysis of Fiber Contaminants by Fourier Transform Infrared Spectrometry (FTIR) and Confocal Laser Scanning Microscope (CLSM)

食品，医薬品，高分子，電機･電子など様々な業界では，製品の品質管理やクレーム対応のための異物分析や不良解析が欠かせません。これを行う際には，はじめに試料の色や形状などを観察し，最適な分析方法を選択する必要があります。

今回は異物の中でも事例の多い，繊維状異物に着目しました。繊維状異物には，綿やアクリル，ポリエステル，また，動物由来の毛等様々な種類がありますが，FTIRを用いるとこれらの同定を容易に行うことができます。しかし，動物の毛など同じ組成のものに関しては，それ以上の種類の区別は困難です。一方，CLSMでは，その試料の形状や表面の微細な状態などを観察することができます。ここでは，FTIRとCLSMを用いて4種類の繊維状異物の分析を行った事例をご紹介します。

S. Iwasaki　T. Fujii

■FTIRによる繊維状異物の分析
Analysis of Fiber Contaminants by FTIR

はじめに，繊維状異物として，4種類A～Dの試料を用意し，実体顕微鏡（×15倍）を用いて観察しました。観察像をFig. 1に示します。実体顕微鏡下の観察により，それぞれの色や太さの違いが分かります。

次に，これらの種類を同定するために，FTIRによる分析を行いました。今回使用した装置の外観をFig. 2に示します。測定に用いた手法は1回反射ATR法で，プリズム表面に試料を密着させることで容易にATRスペクトルが得られます。

装置および分析条件をTable 1に，これらの試料から得られたATRスペクトルの重ね書きをFig. 3に示します。試料Aは，3300 cm^{-1}付近（O-H伸縮），2900 cm^{-1}付近（3級C-H伸縮），1030 cm^{-1}付近（C-O伸縮）などの特徴的なピークからセルロース系であることが分かります。試料Bは，1710 cm^{-1}付近（C=O伸縮），1240 cm^{-1}付近（C-O-C逆対称伸縮），1100 cm^{-1}付近（C-O-C対称伸縮），720 cm^{-1}付近（＝C-H面外変角，C=O面外変角）などの特徴的なピークからポリエステル系であることが分かります。試料C，Dについては，3300 cm^{-1}付近（N-H伸縮），1630 cm^{-1}付近（C=O伸縮），1520 cm^{-1}付近（N-H変角，C-N伸縮）などの特徴的なピークから，ポリアミド系（タンパク質）であることが分かります。

以上より，FTIRによる分析で4種類の繊維状異物を3グループに分類することができました。

Fig. 1　実体顕微鏡による観察像
Observed Images by Stereoscopic Microscope

Fig. 2　1 回反射型全反射測定装置 MIRacle10 を装着した IRAffinity-1
IRAffinity-1 Attached MIRacle 10 ATR Accessory

Table 1　装置および分析条件
Instrument and Analytical Conditions

Instrument	: IRAffinity-1, MIRacle10 (Diamond/ZnSe prism)
Resolution	: 4.0 cm^{-1}
Accumulation	: 45
Apodization	: Happ-Genzel
Detector	: DLATGS

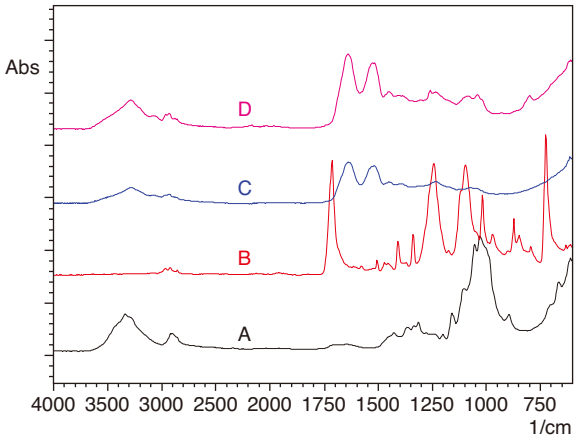

Fig. 3　FTIR による ATR スペクトル
ATR Spectra by FTIR

■CLSMによる繊維状異物の分析
Analysis of Fiber Contaminants by CLSM

次に，FTIRで同じグループに分類された繊維状異物C，Dについて，3D測定レーザー顕微鏡OLS4000を使って，観察を行いました。今回使用した装置の外観をFig. 4に示します。OLS4000では，試料に単一波長のレーザー光を照射することにより，コントラストの高い鮮明な画像が得られます。その結果，高分解能な3D像（三次元形状）観察，計測，粗さ測定を行うことができます。

装置および分析条件をTable 2に，繊維状異物C，Dの輝度像と3D像をFig. 5に示します。3D像の断面から直径を計測しました。また，形状については，Cは表面に特徴的な突起（赤丸で示す）が，Dについては，密なキューティクルが見られました。

この観察結果とFTIRで同定された成分より，CとDはポリアミド系の物質であり，これらは動物の毛やヒトの毛髪であると推測されます。そのため，比較試料として，身近なネコの毛とヒトの毛髪の観察を行いました。得られた輝度像と3D像をFig. 6に示します。Fig. 5とFig. 6の結果を比較すると，Cはネコの毛，Dはヒトの毛髪に良く似た構造をしていることが分かりました。

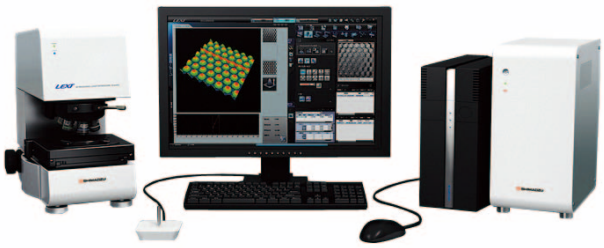

Fig. 4　3D 測定レーザー顕微鏡 OLS4000
3D Measuring Laser Microscope OLS4000

Table 2　装置および分析条件
Instrument and Analytical Conditions

Instrument	: OLS4000
Laser	: 405 nm
Objective lens	: 100 × (NA 0.95)
Field of view	: 128 μm×96 μm

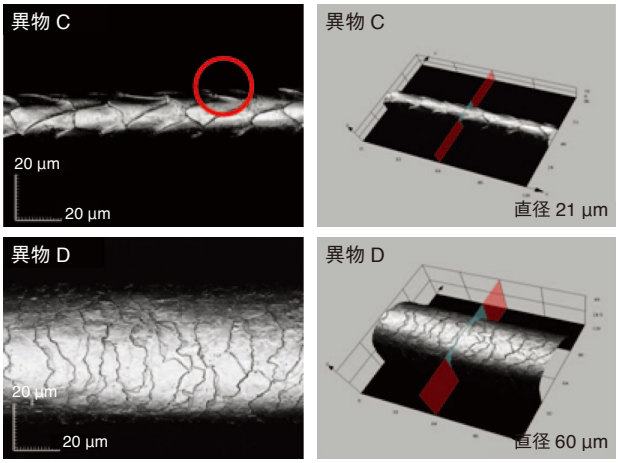

Fig. 5　異物の CLSM による輝度像（左）と 3D 像（右）
Brightness Images and 3D Images by CLSM

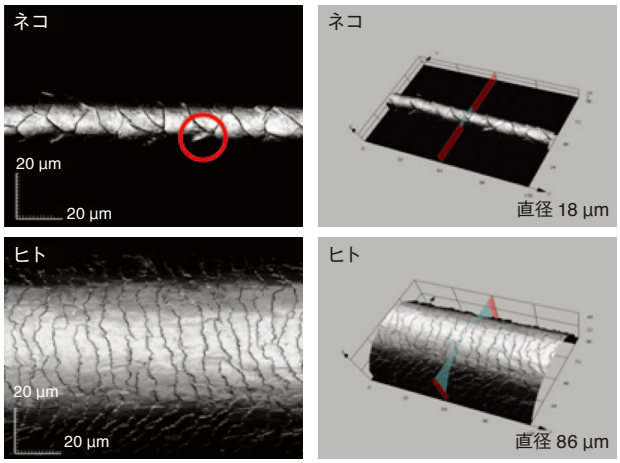

Fig. 6　比較試料の CLSM による輝度像（左）と 3D 像（右）
Brightness Images and 3D Images by CLSM

■まとめ
Conclusion

今回は，4種類の繊維状異物について，FTIRとCLSMを用いて分析を行いました。FTIRでそれぞれの試料の定性分析を行うことができましたが，さらにCLSMを用いることで，同じ組成の試料を区別することができました。

なお，今回は目視可能なサイズの試料であったため，FTIRでは1回反射ATR法による測定を行いましたが，試料サイズが10～100 μm程度と微小な場合，赤外顕微鏡が有効です。

異物分析や不良解析においては，まず目視や実体顕微鏡により，色や形状を観察することが重要です。その後，今回の事例のように，複数の分析装置を組み合わせることで，より詳細な情報を得ることができます。

初 版 発 行：2011年7月

島津製作所 分析計測事業部 応用技術部

島津コールセンター
0120-131691
TEL:075-813-1691

※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。改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。
https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm

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/
会員制 Web の閲覧だけでなく，いろいろな情報サービスが受けられます。

3100-07101-570-IK
2011.7