

## 赤外ラマン顕微鏡AIRsightを用いた 多層フィルムの測定

丸山 かれん

### ユーザーベネフィット

- ◆ 赤外ラマン顕微鏡を用いることで、測定対象物を動かすことなく同一ステージ上で赤外測定とラマン測定が可能です。
- ◆ 多層フィルム中に10 μm未満の層や無機化合物層がある場合、ラマン分光法が有効です。
- ◆ 広視野カメラや顕微カメラで取得した画像から、薄膜の厚みを計測できる測長機能を搭載しています。

### ■はじめに

食品や医薬品などの包装フィルムの役割の1つに製品の品質保持があり、多層フィルムがよく利用されます。これは、複数の単層フィルムを組み合わせて多層とすることにより、耐熱性や耐衝撃性、遮光性、酸素遮断性など、内容物に合わせて、包装フィルムに様々な特性を持たせることが可能となるためです。

多層フィルムの各層における材質や厚みの確認は、新規材料の開発や品質管理において重要です。また、競合製品と自社製品の比較・他社製品調査にも役立ちます。

赤外ラマン顕微鏡AIRsightは、赤外顕微鏡内部にラマンユニットを組み込んだ、新しい顕微鏡です（図1）。これまで別々の装置で行っていた2つの分析を、1台で行うことが可能で、試料を移動させることなく、同一箇所における赤外・ラマンスペクトルを取得可能です。また、赤外およびラマン測定を1つのソフトウェアAMsolutionで制御できるため、操作も非常に簡単です。

赤外測定では、主に10 μm以上の厚みを持った層の定性が可能ですが、ラマン測定では、赤外測定と比較して

- ①レーザー光を用いることによる優れた空間分解能
- ②低波数側の測定が可能

などの利点により、多層フィルム中の極薄層（10 μm未満）および低波数側に特徴的なピークを持つ無機化合物層の定性に効果を発揮します。

今回は、AIRsightで測定可能な赤外／ラマン分光法を用いて、包装材に使われる多層フィルムを解析した事例を紹介いたします。

### ■前処理方法と測定条件

試料として頭髪用の浴用化粧品であるリンスの包装材を用意しました。試料の切片作製にはライカマイクロシステムズ製ミクロトームHistoCore AUTOCUT Rを使用しました。切削方式は自動／手動モードを選択でき、切削厚は 0.5～600 μm まで設定可能です。今回は15 μm厚の切片を作成し、フッ化バリウム窓板の上に乗せ、測定を行いました。赤外／ラマンの各マッピング測定条件を表1に示します。

表1 測定条件

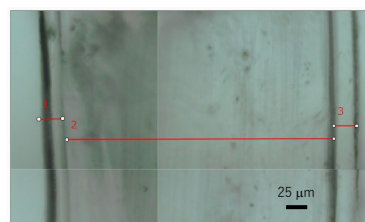
装置	: IRXross™, AIRsight
<b>赤外分光測定</b>	
分解	: 8 cm <sup>-1</sup>
積算回数	: 15
アポダイズ関数	: SqrTriangle
アパーチャーサイズ	: 10 μm×30 μm
ステップ幅	: 2 μm
マッピング範囲	: 30 μm×410 μm
検出器	: T2SL
<b>ラマン分光測定</b>	
積算回数	: 2
露光時間	: 5.0 sec
対物レンズ	: 50倍
励起波長	: 532 nm
レーザー径	: 5 μm
ステップ幅	: 5 μm
マッピング範囲	: 5 μm× 85μm
検出器	: CCD



図1 IRXross™とAIRsight™の概観図

### ■多層フィルム各層における厚みの確認

AIRsightを制御するAMsolutionソフトウェアには、広視野カメラ画像または顕微画像上で任意の点間の距離を計測する測長機能が標準装備されています。この機能を用いて、各層の厚みを確認しました。測長に用いた多層フィルム断面の赤外用顕微カメラ画像と各層の厚みを図2に示します。今回確認できた層は3層であり、各層の厚みは以下のように確認できました。



No.	長さ(μm)
1	28
2	314
3	27

図2 各層の測長結果

## ■ 赤外分光法による測定

赤外透過法で多層フィルム断面のマッピング測定を行いました。測定領域は前述の通り10×30 μmに設定し、2 μmステップでマッピングを行いました。そして、得られたマッピングデータよりケミカルイメージを作成しました(図3)。ケミカルイメージは、マッピング測定の結果より、ピーク高さ・多変量解析(PCR/MCR)・対象スペクトルとの一致度などを使って作成し、成分分布を可視化することができます。

今回の試料では、スペクトルの一致度を用いてケミカルイメージの作成を行いました。一致度が高い部分を濃い色となるように示します。

1層目と3層目はナイロン(Nylon)、2層目はポリエチレン(PE)であることがわかりましたが、層の境界付近からは混合物のスペクトルが得られたことから、赤外分光法では測定が困難な極薄層も存在していると思われます。

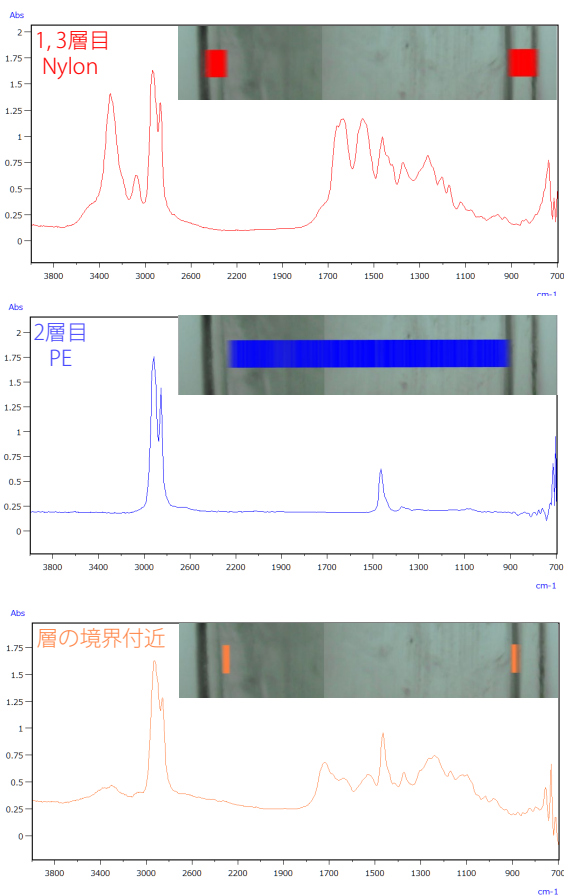


図3 赤外透過法で測定した各層および層の境界付近における赤外スペクトルとケミカルイメージ

## ■ ラマン分光法による測定

50倍対物レンズを用いて、多層フィルム断面のラマンマッピング測定を行いました。測定範囲はφ5 μmであり、赤外分光法より空間分解能の高い測定が可能です。図4, 5には2層目と3層目の境界付近をマッピングしたラマン測定結果を示します。赤外分光法で確認できたNylon、PE以外に、境界付近からはポリエチレンテレフタレート(PET)とTiO<sub>2</sub>由来のピークが確認できました。TiO<sub>2</sub>は低波数側にピークが存在しますが、赤外分光法では特異的なピークが見られず定性が困難です。しかし、ラマン分光法を利用することにより、赤外分光法では困難な微小領域の測定やTiO<sub>2</sub>のような無機化合物の定性が可能となります。

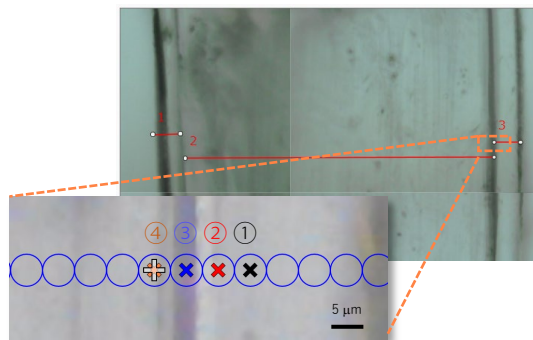


図4 2層目と3層目の境界付近のマッピング測定位置

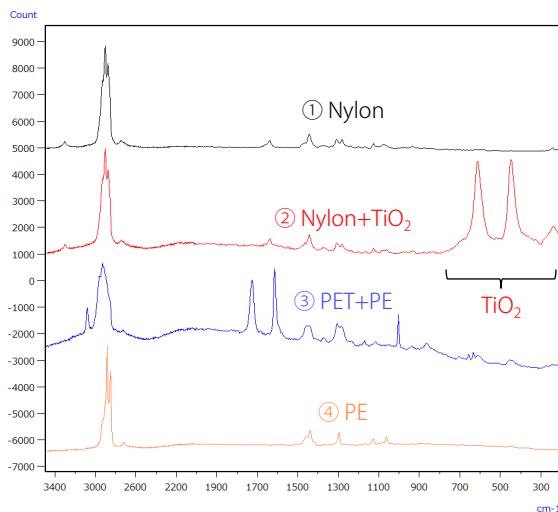


図5 ラマン分光法を用いて2層目と3層目の境界付近を測定したラマンスペクトル

## ■ まとめ

今回は赤外ラマン顕微鏡AIRsightを用いて頭髪用の浴用化粧品であるリンスの包装材をマッピング測定しました。赤外分光法では分析が難しい10 μm未満の微小領域測定や無機化合物の測定において、ラマン分光法が適していることがわかりました。ただし、多層フィルムに使われる樹脂材は蛍光を発するものも多く、そのような樹脂の分析にはラマン分光法ではなく赤外分光法が有効となります。

AIRsightは赤外とラマンの両測定をソフト上で簡単に切り替えることができ、また、マッピング測定結果からケミカルイメージを作成することによって成分分布を可視化することも可能なため、多層フィルムの新規開発や品質管理に有用な装置と言えます。

IRXrossまたはAIRsight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

01-00465-JP 初版発行：2023年1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。

最新版は、島津製作所>分析計測機器の以下のサイトより閲覧できます。

<https://www.an.shimadzu.co.jp/apl/index.htm>

会員情報サービス Shim-Solutions Clubにご登録いただけますと、毎月の最新情報をメールでご案内します。

新規登録は、<https://solutions.shimadzu.co.jp/> よりお願いします。

© Shimadzu Corporation, 2023

▶ 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。



## 関連分野

▶ 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