SHIMADZU
Excellence in Science

Application News

赤外顕微鏡　AIMsight™

赤外顕微鏡AIMsightを用いた微小異物分析

岩崎 祥子　丹下 祥之

ユーザーベネフィット

- ◆ 赤外顕微鏡AIMsightにより、10×10 μm程度までの微小領域の赤外スペクトルを測定することができます。
- ◆ 島津オリジナルの異物ライブラリにより、精度の高い定性を行えます。
- ◆ 「スペクトルアドバイザー（特許出願中）」は、取得した赤外スペクトルの良否をチェックするために有効な機能です。

■はじめに

近年、消費者の異物に対する関心が高まり、それに対応すべく解析需要も高まりを見せています。医薬品や食品の一部から異物が見つかるニュースも時折取り上げられていますが、異物の原因は、購入時点での原材料への混入や製造ラインの部品劣化による製品への混入、そして消費者による製品への混入など、様々な過程で発生することが想定され、根絶することは困難です。また、異物の種類も多様化しており、人毛やプラスチック、ゴムなどの有機物に加えて、酸化物や金属片などの無機物もあります。そうしたことから、異物の発生原因を特定するために、定性分析の精度を高めることが要求されています。

赤外顕微鏡AIMsight（図1）はクラス最高のSN比30000：1を有しています。そのため、微小な異物であっても、短時間で良好なスペクトルを取得することが可能です。また、制御ソフトウェアAMsolutionには、試料の測長機能や赤外スペクトルの良否をチェックすることができるスペクトルアドバイザー機能を標準搭載しています。

今回はボタン電池表面に付着した微小な異物について、赤外顕微鏡によるATR測定を行いました。そして、取得した赤外スペクトルについて、当社の経験や解析ノウハウを集約した異物ライブラリを使用した異物解析事例をご紹介します。

図 1　IRTracer™-100（左）とAIMsight™（右）の外観

■広視野カメラと測長機能

ボタン電池を赤外顕微鏡のステージ上にセットし、表面に付着した異物の測定箇所を視野に入れる作業は最も作業時間を要する工程のひとつです。この工程にかかる時間を短縮するため、AIMsightは最大10×13 mm の範囲が観察可能な広視野カメラを標準装備し、最大5倍（2.0×2.6 mm）の可変デジタルズームに対応しています。

また、測定用の顕微カメラ（視野は0.3×0.4 mm）にも最大10倍（0.03×0.04 mm）の可変デジタルズーム機能があり、広視野から狭視野まで、連続的に異物を確認することが可能です。

なお、広視野カメラと顕微カメラは位置情報を共有しており、カメラの切り替えによる視野中心のズレが起こることはありません。

図2には、ボタン電池表面に付着した微小異物の広視野カメラおよび顕微カメラによる観察写真を示します。電池全体像を確認しつつ、付着した異物位置を簡単に探すことができます。

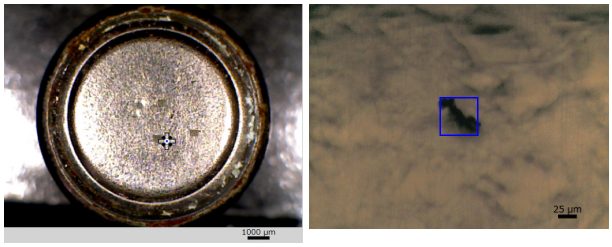


図 2　ボタン電池表面異物の外観
左：広視野カメラによるボタン電池全体の観察画像
右：顕微カメラによるボタン電池表面異物の観察画像

また、AIMsightを制御するソフトウェアAMsolutionには、取得した画像から任意の2点間の距離を計測する測長機能があります。図3に測長機能画面を示します。

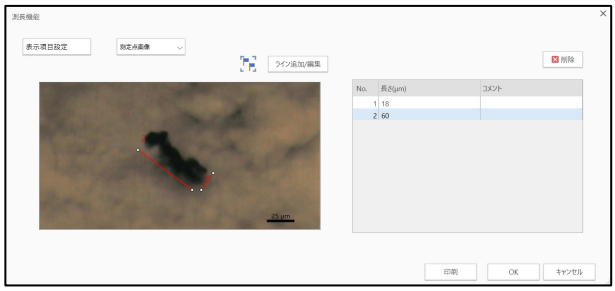


図 3　測長機能画面

始点と終点を決めてクリックするだけで、2点間の長さを計測できます。この機能を用い、ボタン電池表面に付着した微小異物の短辺は18 μm、長辺は60 μmであることがわかりました。

■ボタン電池表面に付着した微小異物のATR測定

ボタン電池表面に付着した微小異物のATR測定を行いました。測定条件を表1に、得られた赤外スペクトルを図4に示します。微小な異物も正確に捉え、高感度に測定することができました。また、歪みのない良好な赤外スペクトルを取得することができています。

表１　測定条件

装置	：IRTracer™-100、AIMsight
分解	：8 cm^{-1}
積算回数	：200
アポダイズ関数	：SqrTriangle
検出器	：T2SL

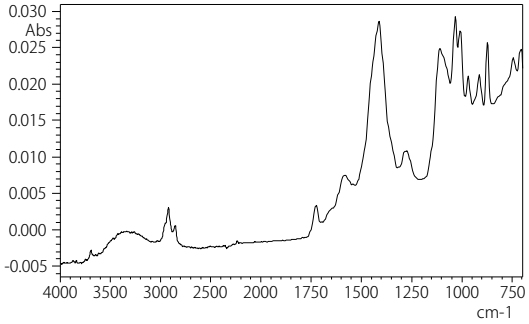


図４　ボタン電池表面に付着した微小異物の赤外スペクトル

微小な異物も正確に捉え、ノイズも少なく、高感度に測定できていることがわかります。

■赤外スペクトルのライブラリ検索

図4の赤外スペクトルについて、島津標準ライブラリを用いて検索を行いました。得られた結果を図5に示します。

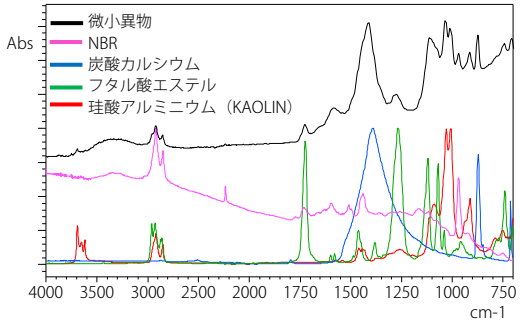
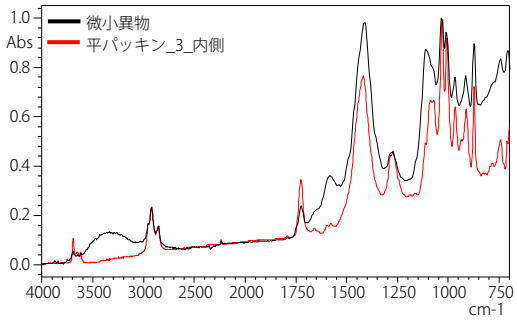


図５　赤外スペクトルの検索結果（標準ライブラリ使用）

微小異物は、主成分がアクリロニトリルブタジエンゴム（NBR）であり、その他添加剤として炭酸カルシウム（$CaCO_3$）、フタル酸エステル、珪酸アルミニウム（KAOLIN）が含まれていると推測されます。なお、異物が複数成分から成る場合、1つ1つの成分を精査する必要があり、スペクトル解析に関する一定の技量が必要となります。

次に、島津オリジナルの異物ライブラリを用いて検索を行いました。得られた結果を図6に示します。



「平パッキン_3_内側」の赤外スペクトル情報
材質：アクリロニトリルブタジエンゴム（NBR）、
炭酸カルシウム（$CaCO_3$）、フタル酸エステル、
含水ケイ酸アルミニウム（KAOLIN）
主要元素：Ca、Si、Cl、Al、S　　色：黒　　形状：ゴムリング
硬さ：柔らかい　　金属光沢：無　　測定法：ATR（Ge）

図６　赤外スペクトルの検索結果とヒットしたライブラリデータの詳細情報（異物ライブラリ使用）

島津オリジナルライブラリである異物ライブラリでは、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のデータを収録しているため、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ます。また、異物ライブラリには、主要元素、色、形状、硬さ、金属光沢の有無などの付加的情報も含まれています。

■スペクトルアドバイザー機能

スムーズな解析を行うために、良好なスペクトルを取得することは重要ですが、分析経験が少ない方にとって、スペクトルの良否を判断することは困難です。スペクトルアドバイザーは、取得した赤外スペクトルの良否をチェックする機能で、ベースラインやピークなど、赤外スペクトルで気になるポイントを対話形式で選択すると、それに応じたスペクトルチェックの結果と解決法が表示される、便利な機能です。対話形式で選択するため、分析経験が少ない方でも簡単に操作することができます（図7参照）。

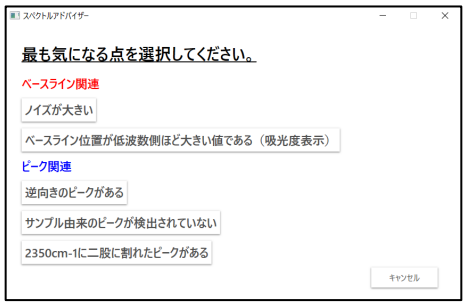


図７　スペクトルアドバイザーの画面

■まとめ

赤外顕微鏡によるボタン電池表面に付着した微小異物の分析について、ご紹介しました。

AIMsightには、広視野カメラや測長機能、スペクトルアドバイザー機能など、異物分析をスムーズに進めるための機能が豊富に備わっています。また、定性分析の精度が求められる異物分析や不良解析の際は、異物ライブラリが役立ちますので、ぜひご活用ください。

AIMsightおよびIRTracerは、株式会社島津製作所またはその関係会社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

01-00456-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
会員制情報サービス Shim-Solutions Club にご登録いただきますと、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。

AIMsight
赤外顕微鏡

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