

赤外顕微鏡AIMsight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

- ◆ 赤外顕微鏡AIMsightを用いることで、測定ポイントを可視観察しながらスペクトルを測定することができます。
- ◆ 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ます。
- ◆ マッピング機能を用いて成分分布を可視化するケミカルイメージの作成が可能です。

■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ることで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。赤外顕微鏡は、10 μm～数百μmの測定領域における定性分析が可能のため、多層フィルムの分析に適しています。

AIMsightは試料の測長機能とスペクトルアドバイザー機能（特許出願中）を搭載した赤外顕微鏡です。測長機能では、観察画像から任意の点を選択し、2点間の距離を測定することが可能です（詳細は後述します）。また、スペクトルアドバイザー機能は、赤外顕微鏡の測定でミスしやすい事象を対話形式で確認することができるため、分析経験が少ない方でも取得したスペクトルの良否を判断することができます。スペクトルアドバイザー機能については、アプリケーションニュース01-00456-JPも参照ください。

今回は、AIMsightの測長機能を用いて、お菓子の包装材料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

日本製（A社）と海外製（B, C社）のポテトチップスの包装材料の多層フィルムを3種類用意しました。試料の切片作製にはライカマイクロシステムズ製マイクロトームを使用しました。HistoCore AUTOCUT Rの写真を図2に示します。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。今回は多層フィルムの一部をエポキシ樹脂で包埋させた後、20 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。測定条件を表1に示します。



図2 ライカマイクロシステムズ製 マイクロトーム
HistoCore AUTOCUT R

表1 測定条件

装置	: IRTracer™-100、AIMsight
分解	: 8 cm ⁻¹
積算回数	: 45
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×120 ~ 154 μm
検出器	: T2SL



図1 IRTracer™-100とAIMsight™の概観図

■ 広視野カメラと測長機能

AIMsightは顕微カメラに加えて広視野カメラを標準搭載しており、測定対象物の広い範囲を効率よく観察・確認することが可能です。広視野カメラは10×13 mmの視野での観察が可能で、さらに最大5倍(2.0×2.6 mm)の可変デジタルズーム機能も備えています。また、「タイリング画像」機能を用いて、顕微カメラの画像を繋ぎ合わせて広範囲の可視画像を合成することも可能です。

測長機能は、広視野カメラ画像または顕微画像上だけでなく、タイリング画像上においても、任意の点間の距離を測ることができます(ライブ画像上では測長できません)。各試料の測長結果を図4に示します。各社で層の数や厚みが異なることが分かりました。

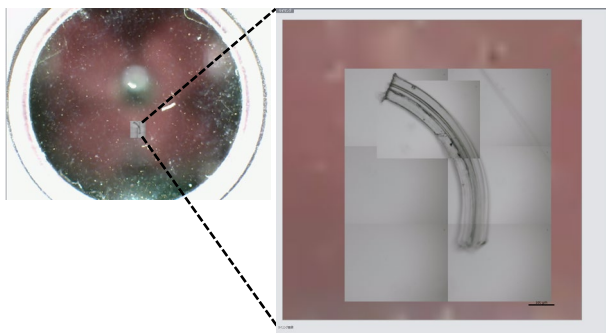
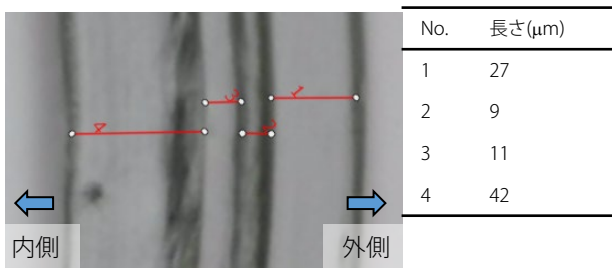
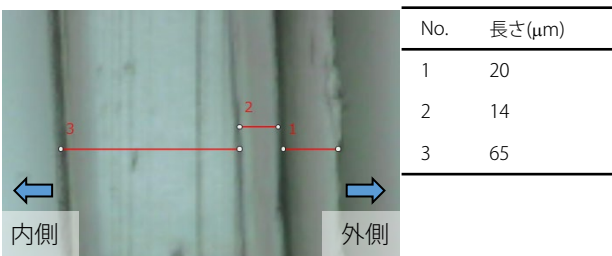


図3 広視野カメラ画像(左)と顕微鏡カメラのタイリング画像(右)

A社 (4層)



B社 (3層)



C社 (5層)

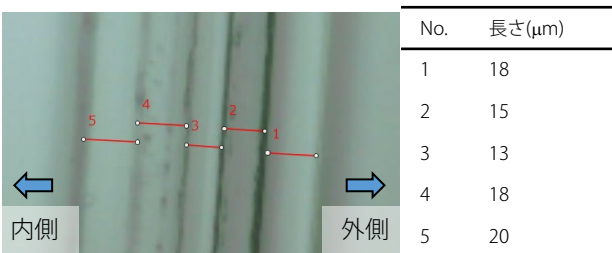


図4 各社の多層フィルムにおける測長結果

■ 多層フィルムのケミカルイメージ

日本製(A社)と海外製(B, C社)の多層フィルム各層から得られたスペクトルと、マッピング測定結果より作成したケミカルイメージを図5~7に示します。マッピング測定の結果より、ピーク高さや面積、多変量解析(PCR/MCR)や対象スペクトルとの一致度を使ったケミカルイメージを作成し、目視では確認できない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。

A社の多層フィルムでは、外側から1層目はポリプロピレン(PP)、2層目はポリエチレンテレフタレート(PET)とPPの混合物、3層目はPET、4層目はポリエチレン(PE)であることが確認できました。なお、各マッピングの範囲は顕微画像で確認した層と一致しています。

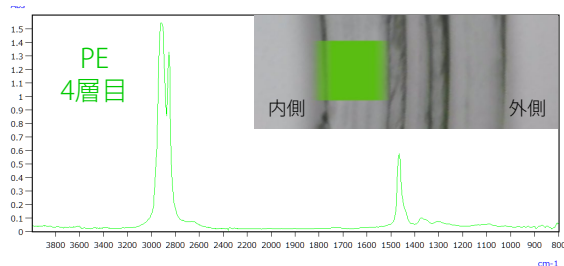
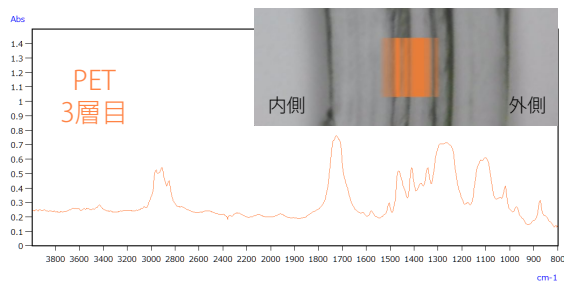
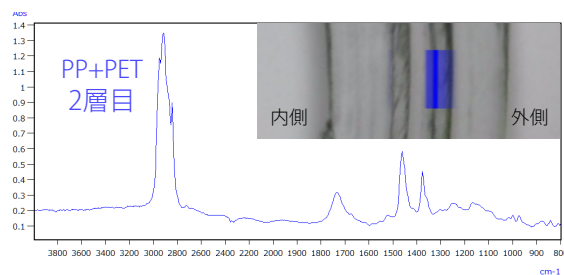
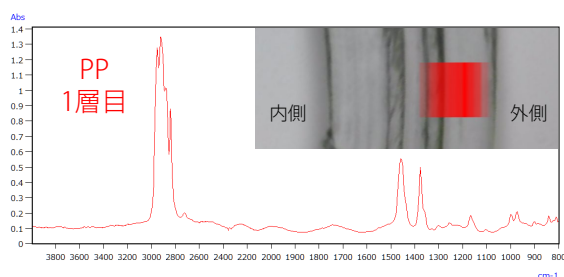


図5 日本製(A社)の多層フィルム各層の透過スペクトルとケミカルイメージ

B社の包装材では、外側から1層目はPP、2層目はPET、3層目はPEであることが確認できました。また、C社の包装材は構成される層の数が最も多く、外側から1および5層目はPP、2および4層目はPE、3層目はPETが確認できました。今回測定した3社の包装材はすべて最も外側の層がPPであることが確認されましたが、これは二軸延伸ポリプロピレン（OPP）フィルムが印刷に適した材料であるためであると思われます。また3社とも中間層にはPETが確認されましたが、これは遮光性やガスバリア性を高めるAl蒸着PETフィルムが使用されているものと思われます。C社の包装材では、最も内側の層にもPPが使用されていますが、これは無延伸ポリプロピレン（CPP）フィルムであると考えられます。CPPフィルムはヒートシール性があり、耐摩擦性に優れていることから、包装材の内側に使われることが多いフィルムです。

各社構成される素材の種類は似ていますが、層の厚みや積層の順番などは異なることが確認できました。

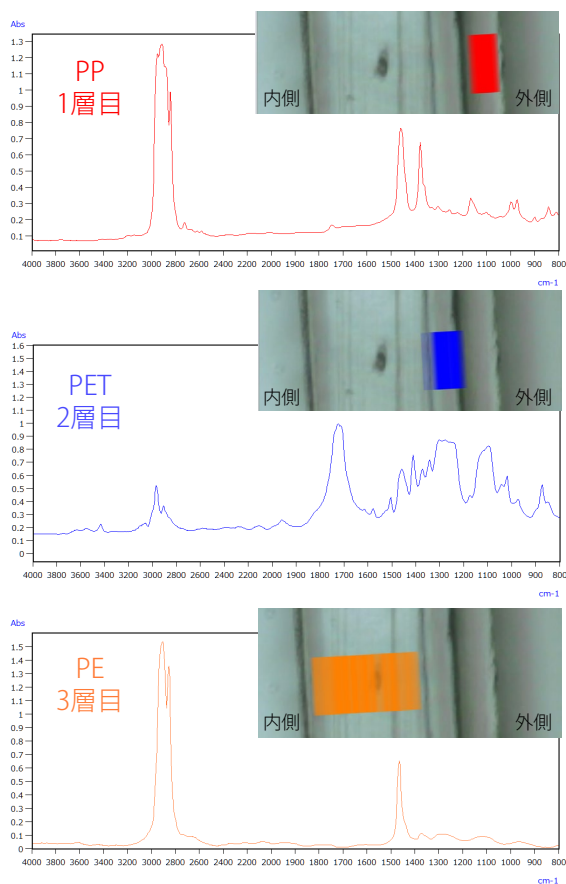


図6 海外製（B社）の多層フィルム各層の透過スペクトルとケミカルイメージ

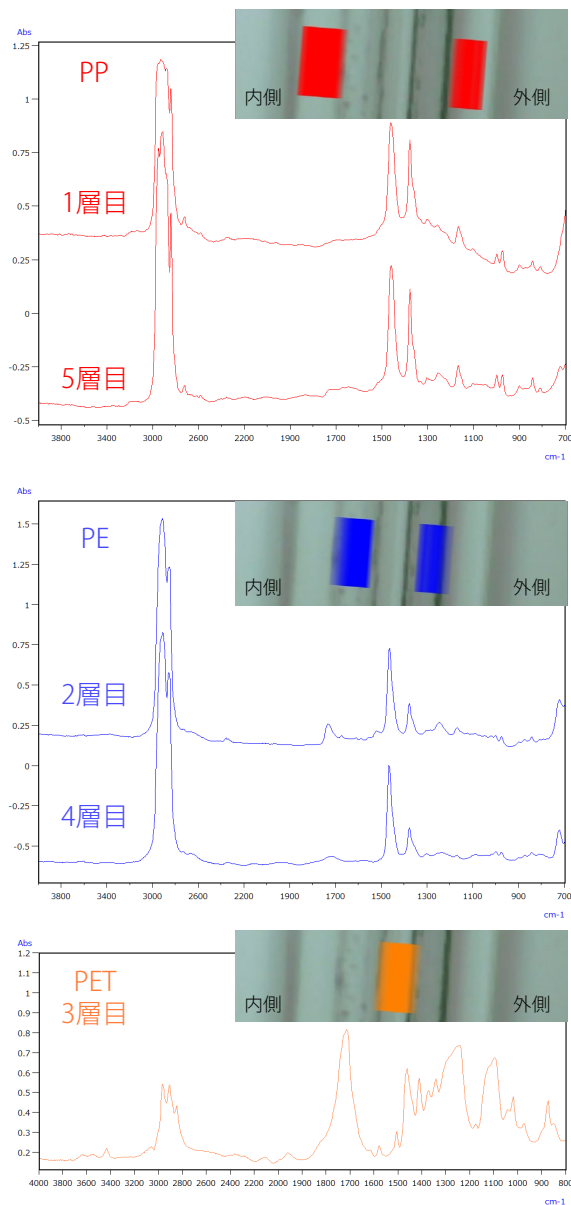


図7 海外製（C社）の多層フィルム各層の透過スペクトルとケミカルイメージ

■まとめ

今回はメーカーの異なる3種類の多層フィルムの分析を行いました。

AIMSightの測長機能を用いると、広視野カメラと顕微カメラ、およびタイリング画像から試料の厚みや大きさの推定が可能です。各層の可視画像とマッピング測定 of ケミカルイメージを重ね合わせることで、各層の成分分布を確認でき、多層フィルムの開発や品質管理に有用です。

AIMSightおよびIRTracer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

01-00455-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