

Application News

赤外ラマン顕微鏡 AIRsight™

赤外ラマン顕微鏡AIRsightを用いた輸送機分野向け金属機械加工品表面上のシミ様付着物分析

顔旭、丸山かれん

ユーザーベネフィット

- ◆ AIRsightを用いることで、測定対象物を移動させることなく赤外・ラマン両手法を素早く切り替えて測定できます。
- ◆ 最大40 mm厚の部品でも破壊することなく直接測定できます。
- ◆ ラマン分光測定は、測定領域が数 μm オーダーのため、微小部分の測定に加え、凹凸部の測定が可能です。

■はじめに

金属機械加工品の製造工程では、工作機械の防錆油や洗浄液等が金属部品に残留し、シミ様の付着物となる可能性があります。そして、このようなシミは潤滑油と反応したり、めっきの密着不良につながるなど、様々なトラブルの原因となります。

本稿では、赤外ラマン顕微鏡AIRsightを用いて、輸送機分野向けの金属機械加工品表面上に発見されたシミ様付着物を測定した事例をご紹介します。

■シミ様付着物の分析

シミ様付着物などの異物分析は、付着物のサイズや厚みなどによってさまざまな分析装置を使い分ける必要があります。また、正確さとスピードが求められます。

金属機械加工品表面上のシミ様付着物が無機物の場合には、電子線マイクロアナライザ（EPMA）などの無機物分析装置が有効です。一方で、付着物が有機物の場合には赤外顕微鏡やラマン顕微鏡が有効です。赤外顕微鏡を用いた赤外分光法では、赤外光を試料に照射するため、試料にダメージを与えず測定が可能です。また、シミ様付着物が非常に薄い場合には、高感度反射対物鏡（以降GAO）を用いた高感度反射法が有用性を発揮する場合があります。一方、ラマン顕微鏡を用いたラマン分光法では、可視光レーザーを光源として使用するため、数 μm オーダーの微小領域の測定が可能です。

AIRsightは、赤外顕微鏡内部にラマンユニットを組み込むことにより、これまで別々の顕微鏡で行っていた赤外測定とラマン測定を1台で行うことが可能な、新しい顕微鏡です。試料を移動させることなく、ソフトウェア上で両測定を素早く切り替えて、赤外およびラマンスペクトルを取得することができるため、シミ様付着物などの異物分析には大変有用な顕微鏡です。

■測定試料

今回は、円形状の輸送機分野向け金属機械加工品（以降円形ワーク）表面に付着した、褐色のシミについて分析しました。シミ様付着物の写真を図1に示します。



図1 円形ワーク表面に付着した褐色シミ

AIRsightでは下部コンデンサ鏡を取り外すことにより、最大40 mm厚までの試料における反射またはATR測定ができます（図2参照）。今回分析した円形ワークは厚さが約35 mmですが、破壊せずにそのままステージに設置して分析が可能となります。

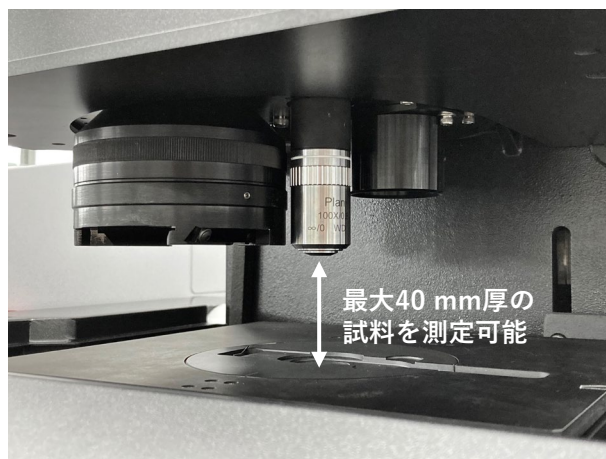


図2 AIRsightの試料ステージ

■試料の表面状態観察

広視野カメラによる褐色シミの観察画像を図3に示します。広視野カメラは最大10×13 mmの視野での観察が可能であり、5倍のズーム機能も有しています。そのため、広い範囲でシミの分布が確認でき、測定に適していると思われる比較的厚く付着した部位の特定が容易です。また、赤外測定用反射対物鏡やラマン測定用対物レンズは、広視野カメラと位置情報を共有しているため、視野がずれることなくスムーズに反射対物鏡や対物レンズに切り替え、測定箇所を設定することが可能です。

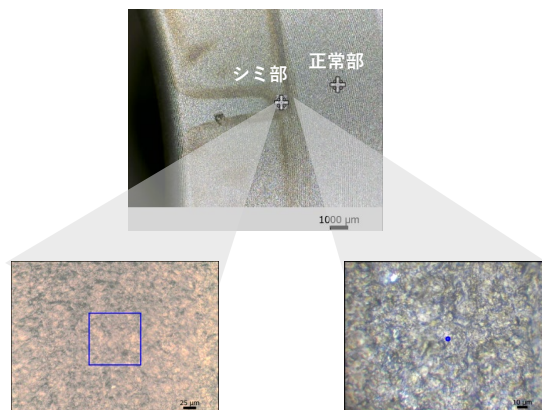


図3 広視野カメラ（上側）と赤外測定用反射対物鏡（左下側）およびラマン測定用対物レンズ（右下側）による褐色シミの観察画像

■ 測定条件

シミ部と正常部に対して同一箇所における赤外およびラマン分光測定を行いました。各々の測定条件を表1に示します。

表1 測定条件

装置	: IRXross™、AIRsight
赤外分光測定	
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	: 100 μm×100 μm
検出器	: T2SL
ラマン分光測定	
積算回数	: 45
露光時間	: 10.0 sec
対物レンズ	: 50倍
励起波長	: 532 nm
検出器	: CCD

■ 赤外分光法による測定

シミ部と正常部に対して赤外分光測定を行いました。

赤外分光測定は15倍反射対物鏡とGAOの2種類の対物レンズを用いました。測定結果をそれぞれ図4と図5に示します。

15倍反射対物鏡による測定では、微小ですが、2,920および2,850 cm⁻¹付近に有機物特有のCH₂由来のピークが確認できます（図4参照）。また、GAOによる測定でも、同様の結果となりました（図5参照）。なお、両測定結果とも得られたピーク強度が非常に弱く、さらにCH₂由来のピーク以外が検出されないことから、シミの原因解明には至りませんでした。この理由としては、試料表面に凹凸があり、検出器に到達する反射光が少ないためと考えられます。

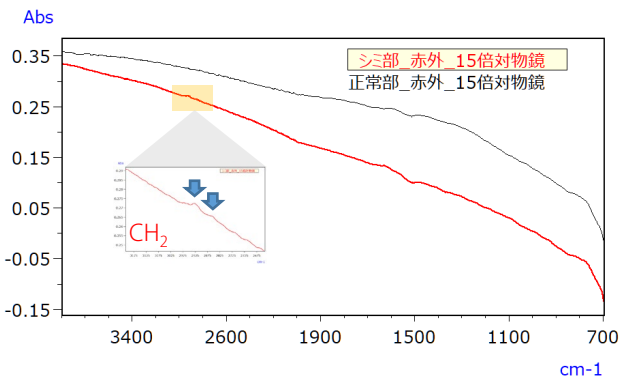


図4 15倍反射対物鏡を用いて測定したシミ部と正常部の赤外スペクトル

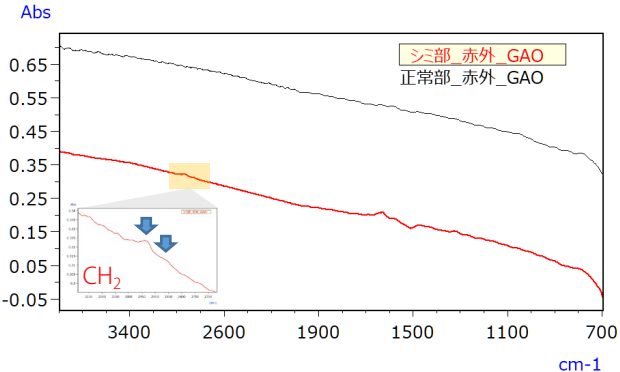


図5 GAOを用いて測定したシミ部と正常部の赤外スペクトル

AIRsightまたはIRXross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 分析計測事業部
<https://www.an.shimadzu.co.jp/>

01-00512-JP 初版発行：2023年6月

島津コールセンター ☎ 0120-131691

■ ラマン分光法による測定

シミ部と正常部に対してラマン分光測定を行いました。得られた結果を図6に示します。2,900 cm⁻¹と1,450 cm⁻¹付近にシミ部特有のピークが明瞭に確認できます。50倍対物レンズを用いたラマン分光測定では、測定領域が5 μm以下と小さいため、赤外分光測定ではピーク検出が困難である凹凸のある試料に有効であることがわかります。

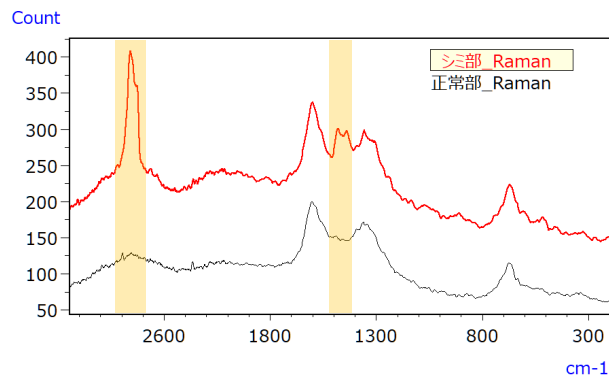


図6 50倍対物レンズを用いて測定したシミ部と正常部のラマンスペクトル

次にシミの原因を特定するため、Wiley社製ラマンスペクトルデータベースを用いて、シミ部から得られたラマンスペクトルの検索を行いました。なお、図6の色塗りされた波数域に限定した検索の結果、図7に示すようにデカン酸エチルがヒットしました。検索でヒットしたデカン酸エチルは円形ワークに使用する防錆油または洗浄液自体の成分でないことから、両成分が反応して残留したもの、もしくは外部から付着したものであると推測されます。

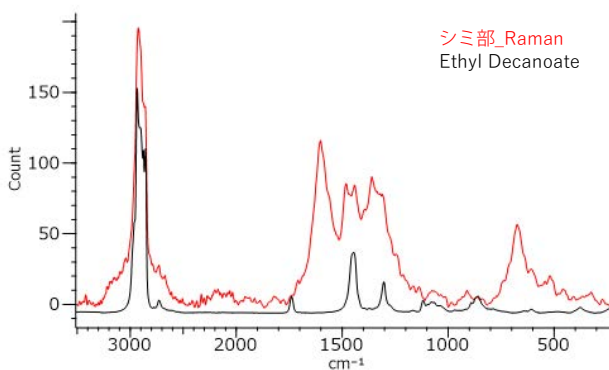


図7 シミ部のラマンスペクトル検索結果

■ まとめ

輸送機分野向けの金属機械加工品表面上で発見されたシミ様付着物について、AIRsightを用いて分析した事例をご紹介しました。今回用いた円形ワーク表面には凹凸があるため、赤外分光法ではシミ成分の定性が困難でしたが、ラマン分光法により定性することができました。

AIRsightは、試料を移動させることなく、赤外・ラマン両方を素早く切り替えて測定でき、未知試料の定性に大変有用です。また、金属機械加工品のような厚みのある試料でもそのままセットでき、破壊することなく測定可能です。