

試料室設置型赤外顕微鏡SurveyIRによる微小物の分析

岩崎 祥子

ユーザーベネフィット

- ◆ IRSpirit-Xの試料室内に試料室設置型赤外顕微鏡SurveyIRを設置することで、コンパクトなスペースで微小物分析を行えます。
- ◆ 100 μm程度の微小物を簡便に測定でき、また測定箇所画像も保存することができます。
- ◆ FTIR本体の室温検出器を使用するため、液体窒素が使用できない環境でも測定が可能です。

■はじめに

IRSpirit™-Xシリーズは、クラス最高のS/Nと分解能を兼ね揃えたコンパクトなFTIRです。本体サイズは390 (W) × 250 (D) × 210 (H) mmと設置面積はA3サイズ以下で、間口の狭い場所でも設置できるように、2面からのアクセスを可能にしています。また、装置本体がコンパクトでありながら、試料室が大きく、液体セルやKBr錠剤といった透過測定用の付属品はもちろん、1回反射型ATR測定装置や拡散反射測定装置などの既存付属品や市販付属品をそのまま使用できます。さらに、IRSpirit-Xシリーズには、赤外検出器としてDLATGSを搭載したTXおよびZXモデルと、LiTaO₃を搭載したLXモデルがありますが、DLATGS検出器は温度調節機能を備えており、測定環境の温度変化が測定結果に及ぼす影響を最小限に抑えることができます。

本稿では、IRSpirit-Xシリーズの中で最も高感度であるIRSpirit-TXと試料室設置型赤外顕微鏡SurveyIR（サーベイヤー）を組み合わせ、試料室設置型赤外顕微システムによる微小物の分析例をご紹介します。

■試料室設置型赤外顕微鏡 SurveyIR

SurveyIRは、FTIR本体の試料室内に設置し、微小部を測定できる簡易顕微鏡です。赤外スペクトルの検出にはFTIR本体の室温検出器を使用します。対象となる試料の大きさが100 μm程度であれば、SurveyIRで測定可能です。

測定モードは透過／反射／ATR（ダイヤモンド、Geプリズム）が使用でき、アパーチャ形状は円形であり、全6種類（2,000、250、200、160、100、60 μm）から選択可能です。また、X、Yステージは手動で自由に動かすことが可能なため、測定対象が点在している場合でも、対象物を動かすことなく複数箇所を測定することができます。

島津FTIRのIRSpirit-XシリーズとSurveyIRを組み合わせ、システム外観を図1に示します。



図1 試料室設置型赤外顕微システム (IRSpirit™-TX/SurveyIR) の外観

■透明な微小物の分析（透過法）

透明な微小物をダイヤモンドセル上にサンプリングし、透過測定用に薄く圧延しました。圧延後の微小物画像を図2に示します。SurveyIRの試料ステージにはダイヤモンドセルをそのまま設置可能であるため、圧延による前処理から測定へスムーズに進むことができます。図2を見ると、微小物は約200×100 μmであるため、アパーチャサイズをφ160 μmに設定しました。その他の測定条件は表1に示します。

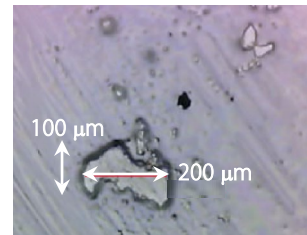


図2 圧延後の微小物の観察画像

表1 測定条件

装置	: IRSpirit-TX、SurveyIR
分解	: 8 cm ⁻¹
積算回数	: 128
アボダイズ関数	: SqrTriangle
検出器	: DLATGS

ダイヤモンドセル上で圧延された微小物について、透過測定を行いました。得られた赤外スペクトルと検索結果を図3に示します。島津標準ライブラリより、微小物は油と糖類の混合物であることがわかりました。

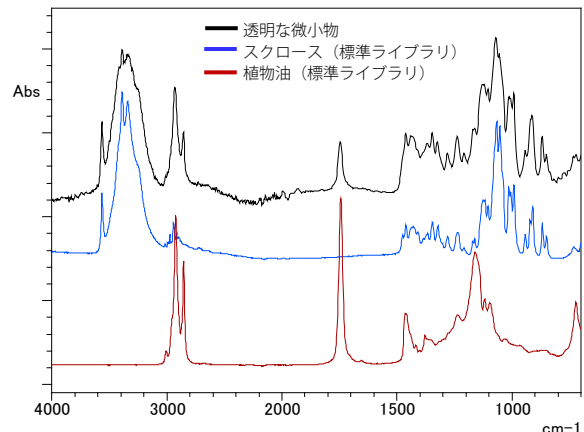


図3 透明な微小物の赤外スペクトルと検索結果

■ 繊維状異物の分析（透過法）

異物として見つかった繊維を、前述の透明な微小物と同様にダイヤモンドセルで圧延し、透過法を用いて測定しました。図4に圧延後の繊維状異物の観察画像を示します。短辺が約100 μm であり、長辺は繊維状で長いことがわかります。そこで、アパーチャサイズを160 μm に設定しました。その他の測定条件は表1と同様です。

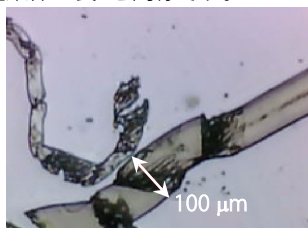
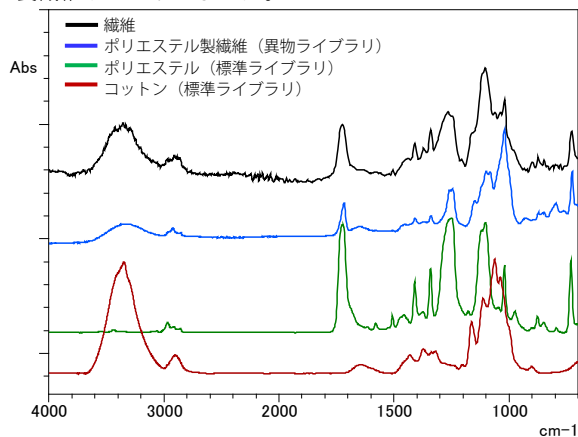


図4 繊維の観察画像

島津標準ライブラリと島津オリジナルの異物ライブラリ（オプション）を用いて、得られた赤外スペクトルを検索した結果を図5に示します。標準ライブラリからはポリエステルとコットンが別々にヒットしましたが、異物ライブラリからはポリエステルとセルロースが混在したポリエステル製繊維がヒットしました。



「ポリエステル製繊維」の赤外スペクトル情報
材質：ポリエステル、セルロース 主要元素：1%未満 色：紫 形状：繊維 硬さ：柔らかい 金属光沢：無 測定法：ATR(ダイヤモンド)

図5 繊維の赤外スペクトルの検索結果とヒットした異物ライブラリデータの詳細情報

標準ライブラリでは、数多くの単一成分が登録されていますが、異物が混合物の場合、解析には一定の知識が必要となります。しかし、異物ライブラリには、実際に捕集された異物（水道事業体、食品会社ご提供）やパッキンなどの混合物のデータが収録されているため、単一成分のみが登録されたライブラリのみを使用した検索よりも、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。

■ 無色微小物の分析（ATR法）

図6に無色微小物の観察画像を示します。サイズが約600×400 μm 程度と大きく、無色にもかかわらず図6の画像が黒色であることから、厚みも非常に厚いことが予想されます。このため、そのままダイヤモンドセル上で圧延しただけでは、透過法に適した厚さに調整することは困難と考えられます。そこで、ここでは前処理を行わずATR法（プリズム：ダイヤモンド）で分析を行いました。

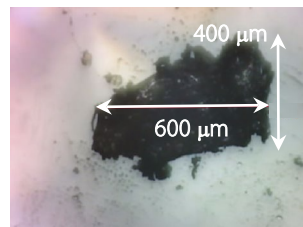


図6 無色微小物の観察画像

なお、ATR法ではATRプリズムと試料の接触面積が重要であり、接触面積よりも大きいアパーチャを設定した方が多くの光量を使用することができるため、良好なスペクトルを取得することが可能です。今回は最大のアパーチャサイズ2,000 μm に設定してATR測定を行いました（SurveyIRのダイヤモンドATRのサイズは $\phi 3$ mmで若干ラウンドしているため、硬い試料の場合には点接触となります）。

得られた赤外スペクトルと検索結果を図7に示します。測定条件は表1と同様です。無色微小物は、アクリル系の接着剤であることがわかりました。

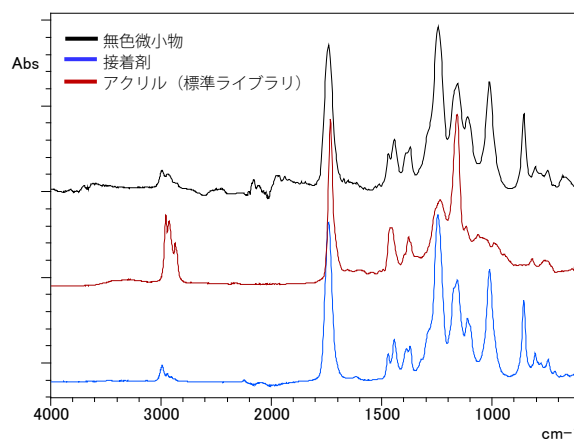


図7 無色微小物の赤外スペクトルと検索結果

なお、測定対象物がカーบอนを多く含んだ黒色ゴム様材料の場合には、ダイヤモンドプリズムではスペクトルに歪みが生じる場合もあります。そのような場合には、Geプリズムをご使用ください。

■ まとめ

試料室設置型赤外顕微システムにより、微小物の分析も感度良く行うことができました。また、赤外スペクトルの検索に島津オリジナルの異物ライブラリを活用することにより、混合物でも精度よく解析を行うことができました。

SurveyIRは観察機能に優れており、Z軸の微調機能によりスムーズに鮮明な画像が取得でき、試料の測長も行うことができます。また、透過／反射／ATR 測定への切り替えが容易で、試料に適した手法を選択できます。ATR法にはダイヤモンドとGeの2種類のプリズムが用意されており、ダイヤモンドではプリズム越しに試料を確認しながら試料とプリズムを密着させることが可能です。さらに、プリズム損傷防止のためのコンタクトアラートをオプションでご用意しています。

なお、測定対象物のサイズが数 μm ～数十 μm 程度の場合には、液体窒素を用いて冷却するT2SL 検出器を搭載した赤外顕微鏡 AIMsight™や赤外ラマン顕微鏡 AIRsight™ をご使用ください。

IRspirit、AIMsight、およびAIRsight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。