

電子冷却MCT検出器の 微小領域における感度と分析事例のご紹介

川根 航、丸山 かれん

ユーザーベネフィット

- ◆ 電子冷却MCT検出器を用いることにより、液体窒素を使わずに最小25 μmまでの微小領域を測定することができます。
- ◆ 透過法だけでなく、反射法やATR法も選択できるため、様々な試料形態に対応可能です。
- ◆ 25 μm以下の極微小領域の場合、標準検出器(T2SL)を使用することで最小10 μmまで感度よく測定することができます。

■はじめに

赤外分光法は、有機化合物や一部無機化合物の定性分析において、非常に有益な分析手法です。特に、分析が困難な微小領域における測定においては、赤外顕微鏡が活躍します。赤外顕微鏡AIMsightおよび赤外ラマン顕微鏡AIRsightの赤外モードは、最小10 μmの微小領域まで測定可能なT2SL検出器を標準搭載していますが、使用する際はT2SL検出器を冷却するための液体窒素が必要となります。しかしながら、液体窒素は入手の手間や安全面の問題があり、近年では液体窒素を使わずに微小領域を分析するニーズが高まっています。

そこで今回、新たに液体窒素を使わずに、最小25 μmまでの微小領域を高感度に測定できる電子冷却MCT (TEC MCT) 検出器を、オプション検出器としてラインアップしました。本稿では、この新しい検出器と従来検出器との比較、および微小領域における分析事例をご紹介します。



図1 IRTracer™-100とAIMsight™の外観図

■ FTIRで用いられる検出器について

赤外検出器は大別すると熱型と量子型に分けられます¹⁾。

熱型は、赤外線のエネギーを熱に変換し、焦電効果や熱起電力などにより電気信号として取り出すもので、波長範囲が広く、常温で使用できるなどの特長を持つため、汎用検出器として用いられています。しかしながら、赤外顕微鏡を使用した微弱な赤外信号を検出する分析では、熱型検出器では感度不足となることが知られています。

量子型は、赤外光が入射すると光電効果や光起電力効果などにより、素子の抵抗値が変化することを利用した半導体検出器です。熱型と比較して100倍以上の検出能力を持っているため、赤外顕微鏡測定や高感度反射法 (RAS法)、長光路ガスセルを用いたガス分析など、光量の少ない分析時によく用いられます。しかし、量子型検出器は入射するすべての赤外光に対して信号を発生させるため、素子自身の温度を下げなければ、出力信号はノイズに埋もれてしまいます。そのため、一般的に素子の冷却には液体窒素が用いられてきました。しかし、液体窒素は密室で使用した場合、気化した窒素ガスによる酸欠リスクや、使用者の皮膚に触れると重度の凍傷を引き起こす可能性があり、近年では使用に抵抗感を持たれる方が多くなっています。

■3種類の検出器比較

弊社の赤外顕微鏡および赤外ラマン顕微鏡の赤外モードでは、量子型検出器であるT2SL検出器を標準搭載していますが、使用する際には液体窒素が必要です。室温で使用可能な熱型検出器であるDLATGS検出器もオプションとして選択可能ですが、数十μm程度の微小領域における分析においては、感度不足のために良好なデータ取得が困難でした。そこで、今回新たに、ペルチェ素子を使用して冷却する量子型検出器であるTEC MCT検出器をオプションとしてラインアップしました。ここでは、今回新たにラインアップしたTEC MCT検出器と標準検出器であるT2SL検出器、そして熱型検出器であるDLATGS検出器の比較をご紹介します。

試料はポリプロピレン系 (TALC含有) 自動車バンパー用の樹脂で、透過法により測定しました。測定条件は表1に示しました。試料をダイヤモンドセル上にサンプリングし、測定条件に示したアパーチャサイズで測定しました。

表1 測定条件

装置	: IRTracer-100、AIMsight
アパーチャ	: 25×25 μm (TEC MCT、T2SL)、 100×100 μm (DLATGS)
分解	: 8 cm ⁻¹
積算回数	: 20回 (T2SL)、500回 (TEC MCT、DLATGS)
アポダイズ関数	: SqrTriangle
検出器	: TEC MCT、T2SL、DLATGS

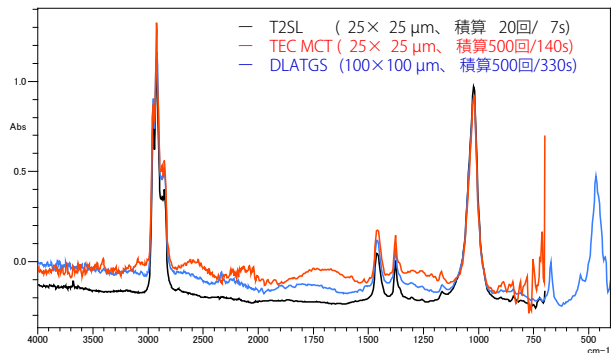


図2 3種の検出器で取得した赤外スペクトルの比較

図2に、これら3種の検出器で取得した赤外スペクトルの比較を示しました。図2より、TEC MCT検出器では25×25 μmという微小領域で、ノイズの少ない赤外スペクトルを取得できることがわかります。ただし、T2SL検出器と比較するとより多くの積算回数を必要とします。なお、DLATGS検出器では、数十μm程度の微小領域における分析は、感度不足のために良好なデータ取得が困難です。しかし、DLATGS検出器はT2SL検出器およびTEC MCT検出器と比較すると、より低波数領域 (700~400 cm⁻¹) で感度を持っていることから、この波数範囲に吸収を持つ化合物の分析に有用であることがわかりました。なお、標準搭載のT2SL検出器にオプションとして追加できるのはTEC MCT検出器またはDLATGS検出器の一方であり、同時搭載はできません。

TEC MCT検出器でノイズの少ない良好なスペクトルを得るためにはT2SL検出器に比べてより多くの積算回数が必要とすることは前述の通りですが、ここでは、アパーチャサイズと積算回数の評価を行いました。図2のTEC MCT検出器による測定（赤線）では積算回数を500回に設定し、測定時間は140秒でした。

図3には、アパーチャサイズと積算回数（時間）を変更した場合の赤外スペクトルの比較を示しました。設定したアパーチャサイズと積算回数は図中に記載の通りで、その他の測定条件は表1と同様です。

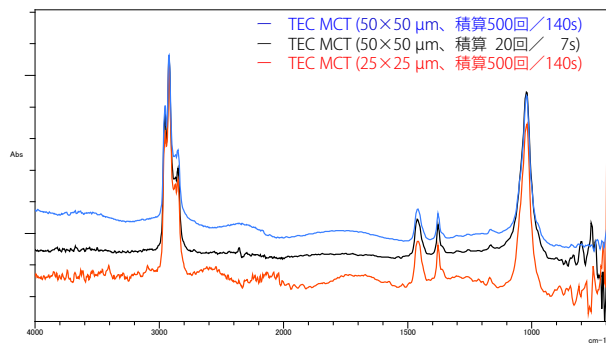


図3 アパーチャサイズと積算回数を変更した場合の赤外スペクトル比較

アパーチャサイズを50×50 μmまで広げると、同じ積算回数では劇的にノイズ量は減少し（図3の青線）、積算回数が20回、測定時間7秒（図3の黒線）であっても良好なデータ取得が可能であることがわかります。

■ 分析事例1（基板端子付着物の反射測定）

電子部品において、異物が基板端子に付着すると導通不良を引き起こします。ここでは基板端子に認められた付着物についてTEC MCT検出器とT2SL検出器を用いて分析を行いました。

図4に基板端子の付着物の外観写真と、TEC MCT検出器およびT2SL検出器で測定した赤外スペクトルを示しました。付着物は基板端子表面にあり、赤外光を反射することが可能であるため、ここでは前処理せず反射法で測定を行いました。アパーチャサイズは30×40 μmに設定し、その他の測定条件は表1と同様です。反射法では、透過法と比較すると光量が少なく感度が幾分下がりますが、液体窒素を使わずに50 μm以下の微小領域で測定可能であることがわかりました。なお、ここでは検索結果を示しませんが、基板の回路パターン以外の部分から採取したものとスペクトル形状が概ね一致したことから、回路パターンを保護するソルダーレジストが基板端子に付着したものと推定されます。

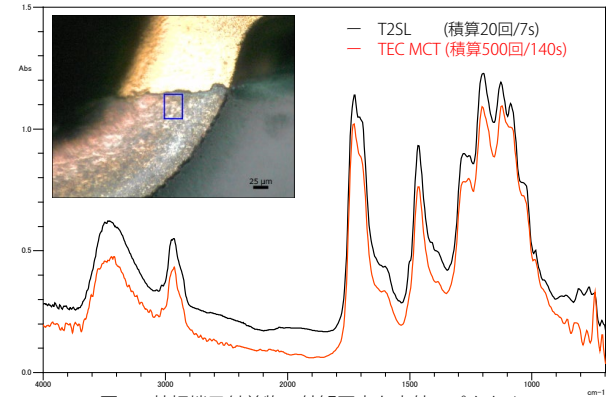


図4 基板端子付着物の外観写真と赤外スペクトル

AIMSight、AIRSight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 分析計測事業部
<https://www.an.shimadzu.co.jp/>

01-00826-JP 初版発行：2025年1月

島津コールセンター ☎ 0120-131691

■ 分析事例2（微小異物のATR測定）

異物による品質トラブルを未然に防ぐためには、製造現場における異物の発生源を調査し、適切に対処する必要がありますが、まずは現場において、どのような異物が存在しているかを把握することが重要です。そのために、製造現場の作業台などを定期的に粘着ローラーなどでクリーニングして異物になり得る物質を採取し、赤外顕微鏡で分析する方法があります。TEC MCT検出器とT2SL検出器を用いて、粘着ローラーで採取した異物を直接ATR測定した赤外スペクトルを図5に示しました。アパーチャサイズは200×200 μmに設定し、その他の測定条件は表1と同様です。ATR法ではプリズムを試料に密着させて測定するため、透過法／反射法の適用が難しい試料についても測定が可能です。なお、ATR法の場合には設定したアパーチャサイズ全領域を測定しておらず、測定領域は検出器受光面サイズと受光面からアパーチャ設定位置までの倍率で決まります。そのため、光量をより多く使用して感度の良いデータを取得するためには、測定対象位置を中心として、より大きいアパーチャサイズを設定することが測定のコツと言えます。

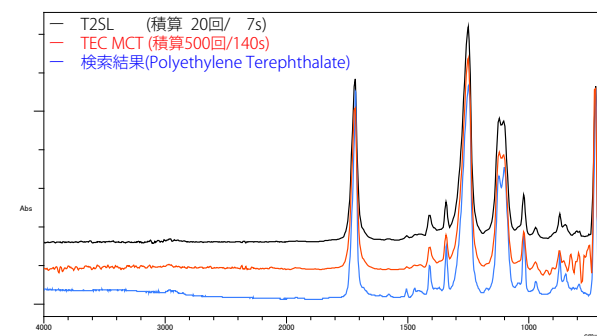


図5 粘着ローラーで採取した微小異物の赤外スペクトルと検索結果

図5を見ると、液体窒素を使わないTEC MCT検出器でもATR法での測定が可能であることがわかりました。なお、ライブラリ検索の結果、ポリエチレンテレフタレートとスペクトル形状が類似していることから、異物はポリエステル系の物質と推定されます。

■ まとめ

今回はTEC MCT検出器について、従来検出器との感度比較と分析事例を2つご紹介しました。液体窒素が不要であるTEC MCT検出器を使用すると、最小25 μmまで感度よく測定を行うことができます。また、透過法だけでなく、反射法やATR法も選択できるため、様々な試料形態に応じて測定が可能となります。

なお、測定対象物が25 μmよりも小さい場合や、積算回数を減らして測定時間を短縮したい場合は、液体窒素が必要なT2SL検出器をご使用ください。ただし、赤外測定ではT2SL検出器を使用しても測定可能領域は最小10 μmまでとなります。それよりも微小な領域での測定を行いたい場合には、赤外ラマン顕微鏡AIRSightのラマン測定で分析可能となります。

<参考文献>

- 1) FTIR TALK LETTER vol.12「赤外検出器の使い方 ― 焦電型検出器―」

▶ 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。



▶ IRTracer-100
フーリエ変換赤外分光光度計



▶ AIMsight
赤外顕微鏡



▶ AIRsight™
赤外ラマン顕微鏡

関連分野

▶ 自動車

▶ 化学

▶ 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