

# FTIR

## TALK LETTER

Vol. 29  
October 2017



羽二重餅に京きな粉をまぶし備長炭の火であぶり、秘伝の白味噌のたれをかけた一文字屋和輔「あぶり餅」。

顕微赤外分光イメージングで見る光学迷彩 …… P. 2

赤外顕微鏡の対物レンズについて …… P. 6

コンパクトFTIRのご紹介 …… P. 9

# 顕微赤外分光イメージングで 見る光学迷彩



東京工業大学 科学技術創成研究院 未来産業技術研究所  
助教 雨宮 智宏 教授 荒井 滋久

## 1. はじめに

「皆様、ようこそおいで下さいました」

ロンドンのエジプシャン・ホール、並み居る観客を前にして  
ストダー大佐は一礼すると、おもむろに鞆を机に置いた。それ  
を開けた途端、ざわめく観客。中から人間の頭が現れたのだ。  
驚く観客をよそに、ストダー大佐は頭に様々な命令をし始め  
る…。時々に応じて頭が見せる色のある表情、その奇怪な光  
景に観客は大いに沸いた。

1865年にお披露目された歴史的奇術である「スフィンクス」  
のタネは、今でも色褪せることはない。それは、鏡を使って後  
ろの風景を映し、机の下にある胴体を視覚から消すことで、あ  
たかも頭だけがそこに存在しているかのように見せるというも  
のである。そして、この古典とも言える奇術は、そのとき既に‘光  
学迷彩の核心’にも迫っていた。すなわち、「背景を投影する」  
という考え方である。

## 2. 光学迷彩とメタマテリアル

背景が投影されて対象物が消えるためには、伝搬光が反射や  
位相ずれを生じることなく対象物周囲を迂回すればよい。その  
ような装置こそが光学迷彩である。このとき、光を迂回させる手  
法としてすぐに思いつのが、プリズムなどを置いて周囲の屈折  
率を変化させることだろう。しかし、適当な領域が与えられたと  
き、周囲にどのような屈折率の媒質をどのように配置すれば光  
は綺麗に迂回するだろうか？ 特に‘反射や位相ずれを生じること  
なく’という条件が難しそうなことは、感覚的にも分かると思う。

そのような中、2006年に提案された「変換光学」に基づく  
理論により、光学迷彩の条件が定式化された<sup>1,2)</sup>。その理論に  
より導かれたのは、周囲に配置する媒質の性質として‘屈折率’  
そのものではなく、その構成要素である‘誘電率’と‘透磁率’  
が要求されるという点であった。

つまり、理想的な光学迷彩を実現するためには、物質の誘  
電率および透磁率の値を任意に変化させる必要があるという  
ことになる。

さて、物質固有の誘電率や透磁率の値を人工的に作り変え  
ることは容易ではないが、近年の目覚ましい技術の進歩はそれ  
をも可能にする。そのような人工物質を総称して、メタマテリ  
アルと呼ぶが、これらは、マクスウェルがその理論を作り上げ  
た1864年来、古典ともいえる電磁気学の分野に様々な革命を  
もたらした。メタマテリアルは、平たく言えば「金属で構成さ  
れた微細な電気回路の集合体」であり、一つ一つの微細回路  
を原子とみなすことで、特定の周波数に対して所望の誘電率・  
透磁率を得ることが可能となる<sup>3)</sup>。

「変換光学」に基づく理論により、所望の光学迷彩を実現す  
るための誘電率と透磁率の空間分布が分かるので、それらの値  
を持つメタマテリアルを空間の適切な位置に配置すれば、晴れ  
て光学迷彩の完成となる。この手法を用いることで、現在まで  
に様々な形の光学迷彩が実現されているが<sup>4,5)</sup>、特に、可視・近  
赤外光のような高周波帯で動作するメタマテリアル（光メタマ  
テリアル）を用いて光学迷彩の実現を目指す場合、ナノスケール  
の金属構造体を三次元実装することが必要不可欠となる。

## 3. メタマテリアルフィルムとFTIRによる評価

本節では、光学迷彩へ向けた光メタマテリアルの三次元実装  
を目的として、当グループで開発されたメタマテリアルを内包し  
た有機薄膜フィルム（メタマテリアルフィルム）<sup>6)</sup>について解説  
する。メタマテリアルフィルムの特徴は、膜厚500 nmから20  
μmの有機薄膜内にメタマテリアルを内包することで、所望の光  
学特性（誘電率・透磁率）を持ったフレキシブルフィルムを実現  
できる点にある（図1参照）。本フィルムを隆起のある表面に貼  
り付けると、フィルム内部のメタマテリアルは曲面の接線方向に  
セルフアラインに並ぶため、簡単に3次元実装が可能となる。

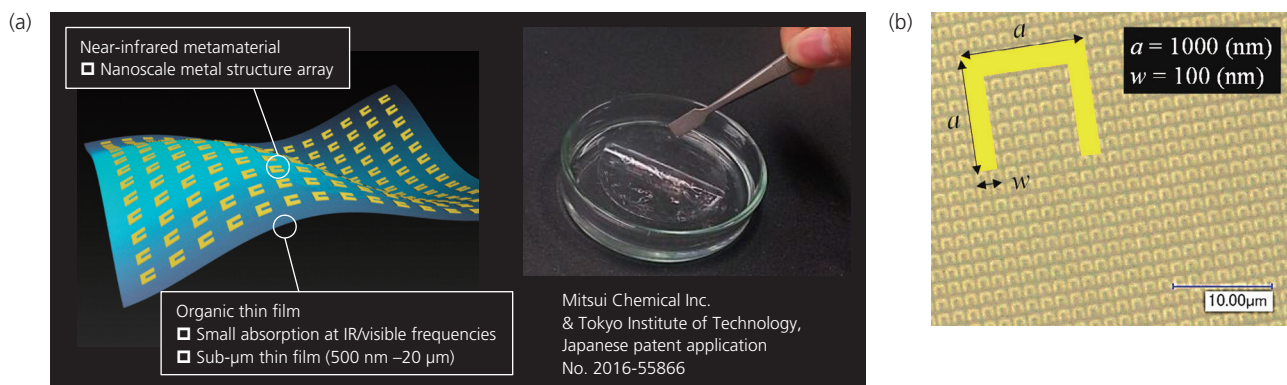


図1 (a) メタマテリアルフィルムの概要図と写真 (b) フィルム内に内包された金属リングアレイの一例

本フィルムを用いて光学迷彩を実現する手法は次節に譲ることとし、本節ではメタマテリアルフィルム自体の光学特性をフーリエ変換赤外分光光度計 (Fourier Transform Infrared Spectrometer: FTIR) を用いて測定する方法を述べる。

メタマテリアルフィルムのベース材料には、ECRIOS® (三井化学) を用いる。ECRIOS®は高耐熱性 (260℃) と高透明性 (可視・近赤外全域) を有するポリイミドであり<sup>7)</sup>、これによって内包されたメタマテリアルの効果を最大限に引き出すことが可能となる。作製については、まず支持基板上にECRIOS®をN-メチル-2-ピロリドンで希釈した状態で塗布し、熱処理により硬化させた。その上に、Ti 10nm/Au 30nmのC型リングアレイを、電子ビーム描画およびリフトオフプロセスを用いて作製し、その後、再度ECRIOS®を塗布・硬化させた。最後に、支持基板からフィルムの剥離を行うことで、メタマテリアルフィルムを形成した (図1参照)。本研究では、リングサイズが異なる5種類のサンプルを用意した (図1bにおいて  $a = 150, 300, 500, 700, 900$  nm、 $w$  は 50 nm で固定)。

メタマテリアルフィルムの誘電率・透磁率については、フィルムを均質であると仮定すると (図2aを参照)、Sパラメータの各要素を用いて、次の式で求めることができる<sup>8)</sup>。

$$\sqrt{\varepsilon}\sqrt{\mu} = \frac{1}{kd} \text{Arccos} \left[ \frac{1}{2S_{21}} (1 - S_{11}^2 + S_{21}^2) \right] \quad (1)$$

$$\frac{\sqrt{\mu}}{\sqrt{\varepsilon}} = \frac{\sqrt{(1 + S_{11})^2 - S_{21}^2}}{\sqrt{(1 - S_{11})^2 - S_{21}^2}} \quad (2)$$

ここで、 $\varepsilon, \mu$  はメタマテリアルフィルムの複素誘電率と複素透磁率、 $d$  はフィルム膜厚、 $k$  は波数である。誘電率・透磁率の正確な導出のためには、 $S_{11}$  と  $S_{21}$  の実部と虚部が必要となるが、これを広帯域にわたって評価するには、非常に複雑な実験系が必要となる。そのため本研究では、FTIRを用いることでフィルムの透過強度 ( $S_{21}$  のノルム) を測定し、それに対して理論フィッティングを行うことで、 $S_{11}$  および  $S_{21}$  の実部と虚部を推定、その後、(1) (2) 式から誘電率・透磁率を導出した。

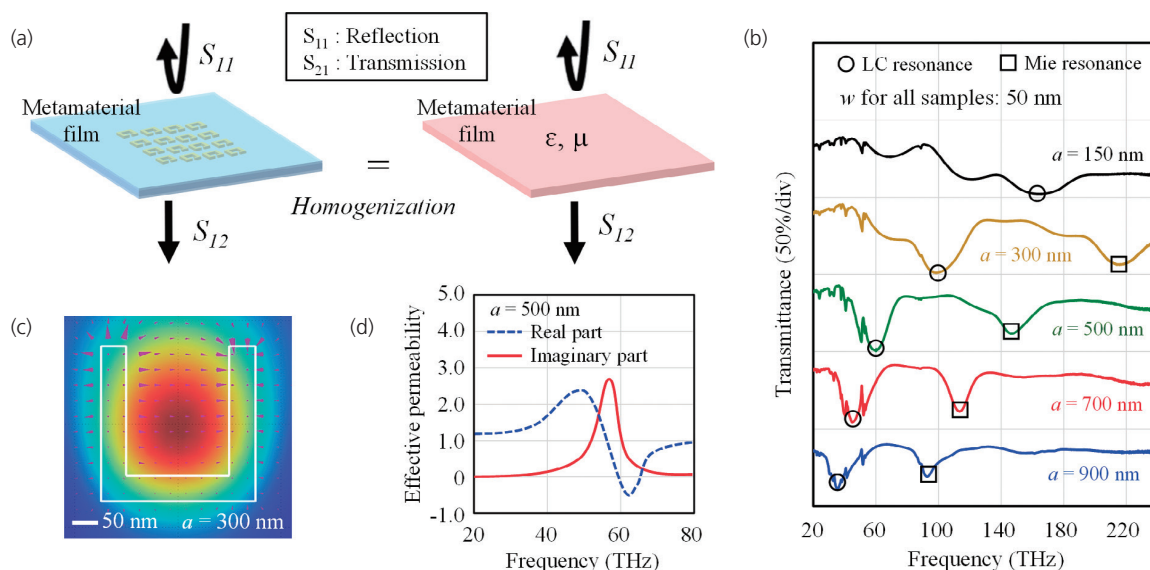


図2 (a) メタマテリアルの光学定数推定 (b) FTIRによるメタマテリアルフィルムの透過スペクトル (c) LC共振時における金属リング周囲の電磁界分布 (計算値) (d)  $a = 500$  nmのリングが内包されたメタマテリアルフィルムに対する透磁率の推定値

FTIRにより得られたメタマテリアルフィルムの透過スペクトルを図2bに示す。図2bにおいて2ヶ所の透過強度の減少は、それぞれLC共振(図2bの○)、Mie共振(図2bの□)に依るものであり、LC共振が起きる周波数近傍でフィルムの光学特性(誘電率・透磁率)が変化する(LC共振時は、電気回路内に強い自由電子の振動が現れ、それに伴って誘導磁界が生じている—図2c参照)。

一例として、 $a = 500 \text{ nm}$ のリングが内包されたメタマテリアルフィルムに対する透過スペクトルに理論フィッティングを行い、(1)(2)式を用いて誘電率・透磁率を求めた。結果を図2dに示す。これにより、60 THz近傍において透磁率が大きく変化しており、FTIRによる透過測定のみでフィルムの誘電率・透磁率を推定できていくことが見て取れる。

#### 4. 顕微赤外分光イメージングで見る光学迷彩

本節では、前述のメタマテリアルフィルムを用いて光学迷彩を実現する手法について、近中赤外(60 THz)における評価と共に紹介する。メタマテリアルフィルムを用いた光学迷彩の実現手法の概要を図3aに示す。本研究では、予めフィルム内に特定の誘電率・透磁率分布を持つようにメタマテリアルを内包させておき、それを図3bに示すように対象に巻き付けることで光学迷彩を実現する。迷彩対象として円柱を仮定した場合、フィルム内の誘電率・透磁率分布を以下の式で与えると、特定の偏光に対してフィルムを巻き付けた領域が透明化される。

$$\varepsilon_z = \left( \frac{R_2}{R_2 - R_1} \right)^2 \mu_r = \left( \frac{\frac{t}{2\pi} \theta - R_1}{\frac{t}{2\pi} \theta} \right)^2 \quad (3)$$

$$x = \sqrt{\left( \frac{df}{d\theta} \right)^2 + \left( \frac{dg}{d\theta} \right)^2} d\theta \quad (4)$$

$$(f(\theta), g(\theta)) = \left( \frac{t}{2\pi} \theta \cos \theta, \frac{t}{2\pi} \theta \sin \theta \right)$$

ここで、 $\varepsilon_z, \mu_r$ はフィルム内の誘電率と透磁率、 $t$ はフィルム膜厚、 $R_1$ は遮蔽する円柱の直径、 $R_2$ は円柱にフィルムを巻き付けたときの直径である。図3cに、60 THzにおいて直径100  $\mu\text{m}$ の円柱を透明化するための、フィルム内の誘電率・透磁率分布を示す(ここで、フィルム膜厚は4  $\mu\text{m}$ とし、円柱に25回巻きつけるモデルを考えている)。この状況では、誘電率はフィルムを構成している有機材料と同一(=2.25)となることから、透磁率だけをメタマテリアルを用いて変化させればよい。

上記の透磁率分布を実現するために、フィルム内に予め分布させるべきメタマテリアルの形状を図3dに示す。本研究では、前節と同じTi 10nm/Au 30nmのC型リングを使用し、一辺を600 nmに固定、リングのアーム長 $a$ を変化させた(図3a参照)。これにより、リングのアーム長 $a$ を位置 $x$ に対して、ほぼ線形で変化させればよいことが分かる。図3eにフィルムを用いて作られる迷彩周囲の電磁場分布を併せて示す(このとき、電磁波の周波数は60 THz、入射方向は左からとした)。右端に到達した電磁場には若干の強度分布が見られるものの、等位相面に乱れはないことが見て取れる。

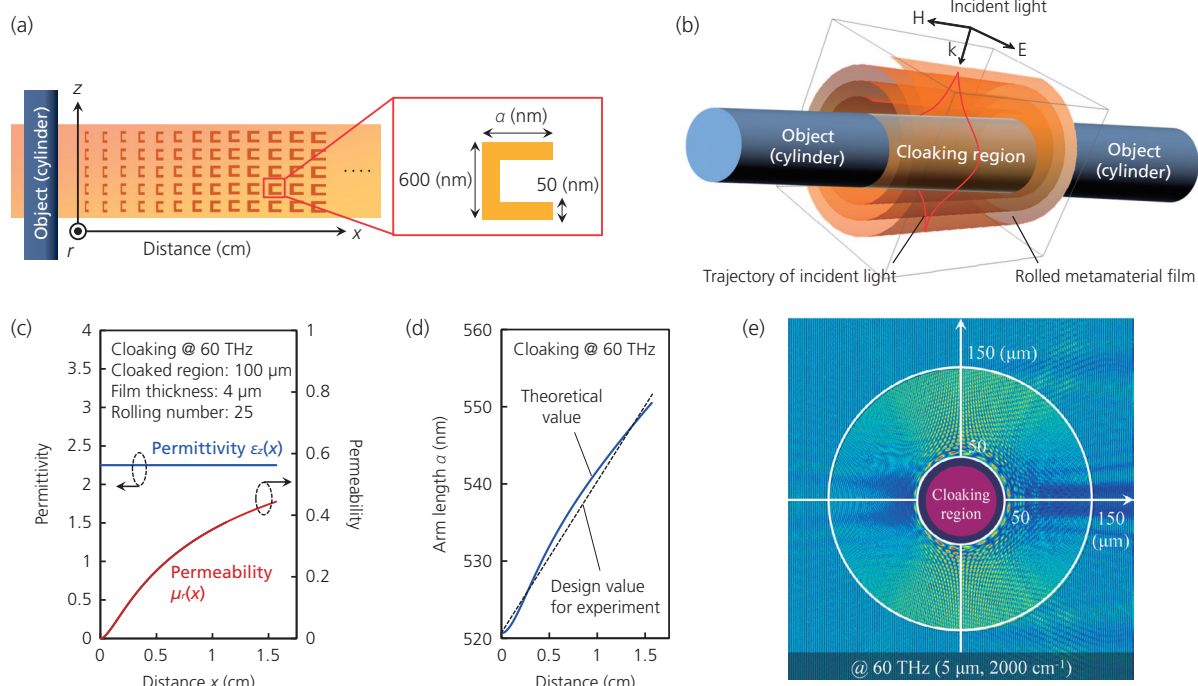


図3 (a) 巻き付ける前のフィルム状態：形状の異なるメタマテリアルを分布配置 (b) 円柱に巻き付けられたメタマテリアルフィルム(巻き付けられた部分が透明化する) (c) 光学迷彩を実現するための、フィルム内の誘電率・透磁率分布の計算結果 (d) フィルム内に分布させるメタマテリアルの形状の計算結果 (e) 巻き付けられたフィルム周囲の電磁場分布@60 THz

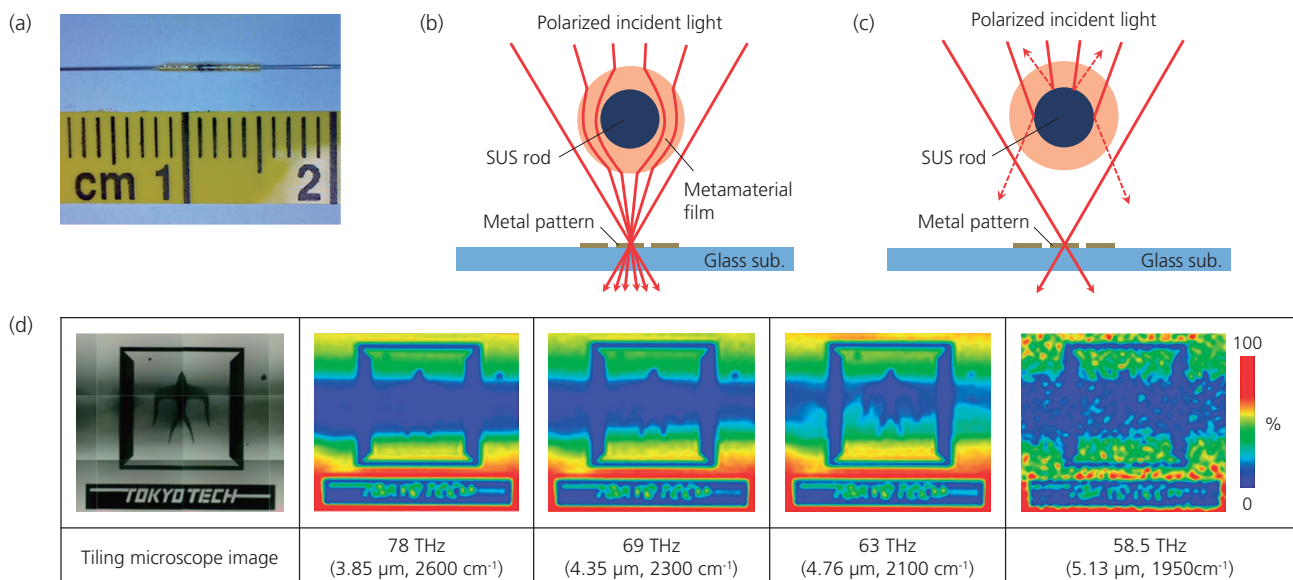


図4 (a) 作製したデバイスの写真 (b) 動作周波数における顕微FTIRでの光線の軌跡  
(c) 動作周波数外における顕微FTIRでの光線の軌跡 (d) 各周波数におけるフーリエ変換赤外分光イメージング画像

上記解析に基づいて、実際にメタマテリアルフィルムを作製した。このとき、フィルムの膜厚は4  $\mu\text{m}$ とし、内包するリングアレイの形状分布については、図3dの点線に従って設定した。その後、作製したメタマテリアルフィルムを直径100  $\mu\text{m}$ のSUSロッド（伊藤製作所 イトーマイクロシリンジ）とともにスライドガラスに挟み、滑走させることで巻き取りを行った。完成したデバイスの写真を図4aに示す。

測定については、図4bcに示すように、金属パターンが形成されたガラス直上にデバイスを配置し、FTIRによるイメージング（島津製作所 IRTTracer-100 & AIM-9000）を行った（ここで、入射偏光は図3bに示した状態になるよう設定した）。図4dにその結果を示す。周波数63 THzにおいて、SUSロッド直下のパターンが観測できていることから、巻き付けられたメタマテリアルフィルムが光学迷彩として働き、図4bのようにカセグレン鏡からの入射光が迂回していることが示唆される。それ以外の周波数においては、SUSロッド直下のパターンが見えないことから、フィルム内のメタマテリアルが作動せず、図4cのように入射光がロッドで散乱されていることが予想される。なお、58.5 THzにおいて画像が乱れているのは、金属パターンが形成されたガラスの透過性を反映したものであり、光学迷彩の性質とは直接関係はない。

## 5. おわりに

メタマテリアルの研究の中でも、光学迷彩はホットトピックの一つであり、多くの研究が行われている。しかし、従来の手法ではメタマテリアルを三次元的な作製技術が必須となる上、広範囲に光学迷彩を実現することが困難であった。

当グループでは、予めフィルム内に特定の誘電率と透磁率分布を持つようにメタマテリアルを内包させておき、それを‘対象物に巻き付けるだけ’で光学迷彩を実現する手法を提案している。これにより、従来問題となっていた複雑な三次元構造の作製技術を省略することができる上、対象波長に比べて非常に大きいサイズの領域を透明化できるようになる。本手法は汎用性のある技術であり、様々な周波数帯への適用が期待される。

本研究は、JSPS科研費（#15H05763, #16H06082）、JST-CREST（JPMJCR 15N6）の援助により行われた。

## 参考文献

- 1) J. B. Pendry et al., "Controlling Electromagnetic Fields," Science 312, 1780 (2006)
- 2) U. Leonhardt and T. G. Philbin, Geometry and Light: The Science of Invisibility, Dover Books on Physics (2012).
- 3) S. A. Ramakrishna and T. M. Grzegorzczak, Physics and Applications of Negative Refractive Index Materials, CRC Press and SPIE Press (2008).
- 4) T. Ergin et al., "Three-Dimensional Invisibility Cloak at Optical Wavelengths," Science 328, 337 (2010).
- 5) X. Ni et al., "An ultrathin invisibility skin cloak for visible light," Science 349, 1310 (2015).
- 6) T. Amemiya et al., "Metafilm: metamaterial array embedded in organic thin film," The Conference on Lasers and Electro-Optics 2016 (CLEO 2016), FTh1D.2 (2016).
- 7) K. Fukukawa et al., "Transparent Polyimide and Precursor Thereof," PCT application No. PCT/JP2014/062474.
- 8) D. R. Smith et al., "Electromagnetic parameter retrieval from inhomogeneous metamaterials," Phys. Rev. E 71, 036617 (2005).

# 赤外顕微鏡の対物レンズについて

分析計測事業部 スペクトロビジネスユニット

馬路 健

## 1. はじめに

カメラの性能はレンズの性能で決まるといわれることがありますが、顕微鏡にとって対物レンズは性能を決める最重要部品となります。

赤外顕微鏡 AIM-9000 は対物レンズ（鏡）の開口数（NA: Numerical Aperture）を 0.5 から 0.7 へ大きくすることにより、従来機種 AIM-8800 に対して性能を向上させました。

AIM-8800 と比較しながら、赤外顕微鏡の対物レンズの構造と、性能が向上した理由を解説します。



図1 自動不良解析システム AIM-9000

## 2. 赤外顕微鏡の対物レンズ（カセグレン鏡）

赤外顕微鏡は、①赤外線透過できる光学材料の選択肢が少ない、②赤外線は波長範囲が広く色収差の影響を受けやすい、ということからレンズ系ではなくカセグレン鏡という反射対物鏡を使用しています（図2）。

従来機種 AIM-8800 の対物レンズの構造の比較を図3に示します。カセグレン鏡は凹面鏡と凸面鏡で構成されています。AIM-9000 のカセグレン鏡の倍率は x15 で、試料ステージ上のサンプルの像をアパーチャ位置に結像させます。顕微可視観察カメラと赤外検出器はそのアパーチャ位置に出来たサンプル像を観察しています（図3）。カメラの場合レンズの明るさを FNO（F 値：（1）式）で表しますが、対物レンズでは開口数（NA: Numerical Aperture、以下 NA：（2）式）で表します。

図3にあるように NA が大きいほど取り込める光の角度が大きくなり像が明るくなります。

AIM-8800 の対物レンズ（鏡）の  $NA = \sin 30^\circ = 0.5$  に対して、AIM-9000 では  $NA = \sin 45^\circ = 0.7$  に改善しています。

$$FNO = f/D \quad (1)$$

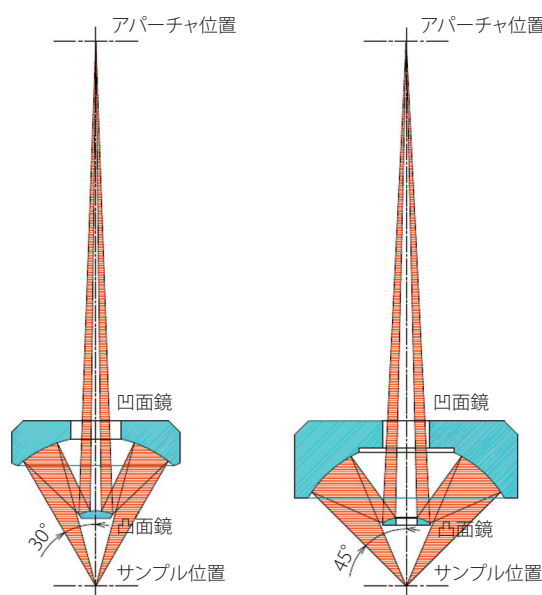
$$NA = 1/(2 \cdot FNO) = \sin \theta \quad (2)$$

f: 対物レンズの焦点距離

D: 対物レンズの有効系



図2 カセグレン鏡外観（AIM-9000）



AIM-8800 の対物レンズ (NA:0.5)

AIM-9000 の対物レンズ (NA:0.7)

図3 対物レンズ比較 (AIM-8800 Vs AIM-9000)

### 3. NA変更による性能向上

この項では、NAを大きくすることで赤外顕微鏡のどの性能がどのように変化するかを解説します。

#### 3.1 分解能が良くなる

対物レンズの分解能は(3)式のレイリー(Rayleigh)の分解能で表します。この式により分母のNAが大きくなるほど分解能が小さく(良く)なることがわかります。AIM-9000では従来機AIM-8800で0.5だったNAを0.7に大きくすることにより、対物レンズの分解能が1.4倍小さく(良く)なり、より細かいものまで観察できるようになりました。

$$\delta = 0.61 \frac{\lambda}{NA} \quad (3)$$

$\delta$ : 分解能

$\lambda$ : 光の波長

#### 3.2 像が明るくなる

開口が大きくなることで多くの光を取り込むことができます。像の明るさは(4)式で表されます。AIM-9000では従来機AIM-8800で0.5だったNAを0.7に大きくすることにより、明るさ(Brightness)が約2倍になりました。他の光学系や検出器アンプの改良など他の要因もありますが、より多くの光を検出器へ取り込めるようになったことでクラス最高のS/N比30000:1を実現しました。

$$\text{Brightness} = K \frac{NA^2}{M^2} \quad (4)$$

K: 定数

M: 対物レンズの倍率

#### 3.3 最大光路長が長くなる

サンプルを通る赤外光の最大光路長を(5)式で表します。開口数大きい(入射角度が深い)ほどサンプル中の最大光路長が長くなるため、サンプルの赤外吸収が強くなります。AIM-9000では従来機AIM-8800で30°だった最大入射角度を45°に大きくすることにより(図4)、最大光路長を1.2倍にしました。これによりサンプルの赤外吸収が強くなりピーク強度が大きくなりました。

$$L = \frac{T}{\cos\theta} \quad (5)$$

T: 試料厚さ

L: 最大光路長

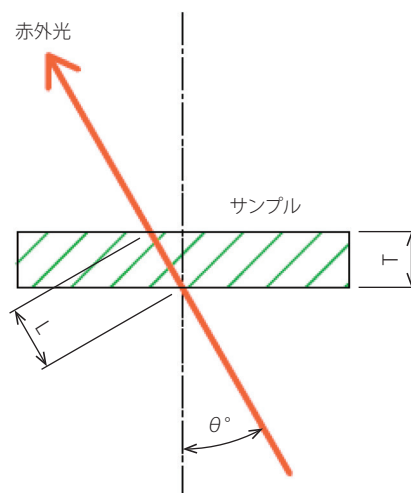


図4 サンプル中の光路長

#### 3.4 ATR法のもぐりこみ深さが小さくなる

ATR法のもぐりこみ深さは、(6)式で表されます。この式により入射角度が大きいほど赤外光のもぐりこみ深さが小さくなります。

$$d_p = \frac{\lambda_1}{2\pi n_1 \sqrt{\sin^2\theta - \left(\frac{n_2}{n_1}\right)^2}} \quad (6)$$

$d_p$ : もぐりこみ深さ

$\lambda_1$ : 赤外波長

$n_1$ : プリズムの屈折率

$n_2$ : サンプルの屈折率

ATR法における性能改善の事例として、カーボンブラック(以下カーボン)を含有した黒色ゴムの測定事例を紹介します。

自動車用タイヤや水道パッキンなどの工業用ゴムには、耐磨耗性を与えるためにカーボンが練りこまれています。カーボンは赤外領域全域に吸収を持つため、ATR法で分析する場合には注意が必要です。

式(6)より、もぐりこみ深さは波長に比例しますが、カーボンの吸収のためベースラインは吸光度表示では右肩上がりになり(FTIR TALK LETTER Vol.11 参照)、スペクトルに歪みが生じる場合があります。

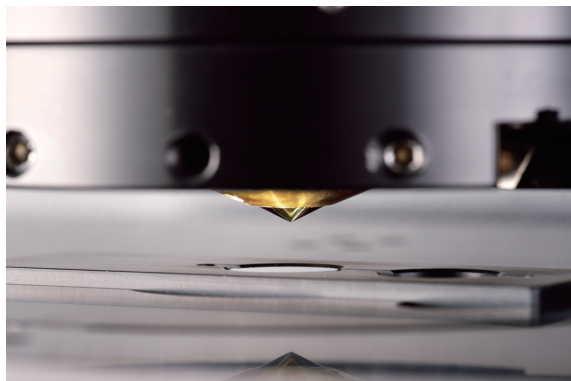
AIM-9000では従来機AIM-8800で30°だった最大入射角度を45°に大きくすることにより、カーボン含有の高屈折率サンプル測定時でも歪みの少ないATRスペクトルを取得することができます。

図5にNBR(アクリロニトリルブタジエンゴム)のATR測定結果を示します。

## 黒色ゴムのATR測定

カーボンが50wt%含まれたアクリロニトリルブタジエンゴム (NBR) をATR対物鏡 (Geプリズム) で測定しました。

従来機では歪んでいた970 $\text{cm}^{-1}$ のC=C-H面外変角振動のピークが明確に測定できました。



サンプル：50 wt%カーボン含有NBR

測定条件：アパーチャサイズ：50×50  $\mu\text{m}$

積算回数：20回 (約10秒)

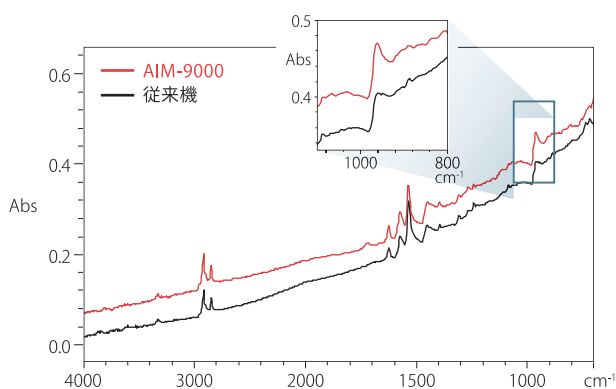


図5 黒ゴムのATR測定事例

## 4. 終わりに

上述のように、AIM-9000ではNAを大きくすることで、従来機AIM-8800と比較して様々な性能を向上させました。例えば透過/反射法ではサンプル内を通過する光路長が長くなることによって得られるピーク強度の増加が期待できますし、ATR法では上記記載のようにカーボン含有黒色ゴムの正確なスペクトル取得を可能にします。

対物レンズのNAはカメラのレンズのFNO (F値) と同様に大きいほうがより良い指標です。しかし、NAを大きく (入射角度が大きく) するほど大きく重くなります。また、光束が近軸から外れ収差の影響が大きくなるため設計の難易度が大きく上がります。性能の向上の裏には優れたレンズ設計技術が隠れているのです。

# コンパクト FTIR のご紹介

分析計測事業部 グローバルアプリケーション開発センター  
谷口 博和

この度、当社はコンパクトな FTIR「IRSpirit」を新しく発売いたしました。IRSpirit は、省スペースで持ち運びできる小さなボディでありながら、様々な新機能を搭載しています。今回は、IRSpirit の特長とその利便性をご紹介します。

## 1. はじめに

IRSpirit は、クラス最高の SN 比と最高分解能を兼ね揃えたコンパクトな FTIR です (図1)。本体サイズは 390 (W) × 250 (D) × 210 (H) mm と 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たユニークなデザインを採用しています。また、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お使いいただけることも特長です。



図1 持ち運び可能な FTIR IRSpirit の外観

## 2. 狭いスペースでも設置可能

図2および図3は IRSpirit をドラフト内に設置して使用している様子です。IRSpirit は、手狭な分析室の限られたスペースに装置を設置したいというユーザーの要望にお応えします。また、間口の狭い場所では、装置の左側面を手前に向けて設置しても測定が可能です。装置起動スイッチの ON/OFF や湿度インジケータの確認も正面/側面の両方向から可能なデザインとなっています。



図2 ドラフト内に設置した IRSpirit  
(試料室一体型の ATR 測定装置を搭載)



図3 左側面を手前に向けて設置した IRSpirit

### 3. 新開発の専用プログラム IR Pilot

IRSpiritのソフトウェアLabSolutions IRは、新開発の専用プログラム「IR Pilot」を備えています。IR Pilotは、確認試験、異物解析、定量分析、膜厚測定の4種類の測定手法について、総数23個のアプリケーションをマクロ化したものです。画面の指示に従って操作するだけで、正しい手順で、測定から解析、印刷まで行うことができます。複雑なパラメータの設定作業などは必要ありません。FTIRを用いた分析作業が不慣れなユーザーでも分析目的と付属品を選択するだけで、簡単に分析作業を実施することができます。複数検体を連続して分析する場合でも、ワンクリックで継続して分析作業が可能です。さらに、よく使用するプログラムをメインメニューに4つまで登録することもできます。

### 4. IR Pilotによる異物解析

FTIRを用いた異物の分析は、一般に次の手順で実施します。

1. サンプルに適した測定手法を選択する。
2. FTIRの測定パラメータを設定する。
3. バックグラウンド測定を行う。
4. 異物を装置にセットする。
5. サンプル測定を行う。
6. 必要に応じてデータ処理を行う。
7. スペクトル検索を行う。
8. 結果の印刷を行う。

これらの作業には留意すべき設定や選択がありますが、IR Pilotは、画面に表示するパネルで手法選択やパラメータ設定を逐次ナビゲートします。

IR Pilotを用いた異物解析事例を紹介します。測定した異物は樹脂製品製造工程で発見された白色異物です。測定パラメータを表1に示します。

表1 装置及び分析条件

|         |                                                 |
|---------|-------------------------------------------------|
| 装置      | : IRSpirit-L (KBr窓板)、<br>QATR-S (広帯域ダイヤモンドディスク) |
| 分解能     | : 4 cm <sup>-1</sup>                            |
| 積算回数    | : 45                                            |
| アポダイズ関数 | : Sqr Triangle                                  |
| 検出器     | : LiTaO <sub>3</sub>                            |

IR Pilotを起動すると、スペクトル測定画面が起動して自動的に装置の初期化が始まります。最初にメインメニューが表示されるので、「異物解析」を選びます。



図4 IR Pilotのメインメニュー

異物解析を選ぶと、図5のように測定手法の選択画面が表示されます。今回はATR法で測定を行いますので「はい」を選びます。それ以外の測定手法を用いる場合は「いいえ」を選びます。



図5 測定手法の選択画面

次に使用するATRプリズムを選びます。ATR法では、ダイヤモンドプリズムがよく用いられます。しかしながら、ダイヤモンドプリズムでは、屈折率の高い黒色ゴムなどのサンプルでスペクトルに歪みが見られることがあります。このため、高屈折率サンプルを測定する場合には、ゲルマニウム (Ge) プリズムが用いられます。ATRプリズムの種類によって測定可能な波数範囲が変わりますが、IR Pilotでは図6のようにプリズムの種類を選択するだけで自動的に測定波数範囲が設定されます。今回の測定はダイヤモンドプリズムを用いました。



図6 ATRプリズムの選択画面

プリズムの選択が完了するとバックグラウンド測定の要否を選ぶ画面が表示されます。プリズム上にサンプルがないことを確認してバックグラウンド測定を行います。バックグラウンド測定が終わると、サンプルのセットを促す画面が表示されるので、サンプルをプリズムに密着させて測定を行います。

サンプル測定が終わると、ATR補正の選択画面が表示されるので、必要に応じてATR補正を行います。ATR補正では、図7に示すいくつかのパラメータを設定します。赤外光の入射角、反射回数はATR測定装置の取扱説明書を参照します。サンプルの屈折率も必要ですが、一般に有機物の屈折率は1.4～1.7程度ですので、わからない場合は1.5を入力します。他にプリズムの屈折率が必要ですが、これは自動で設定されます。実行を選ぶとATR補正が行われます。

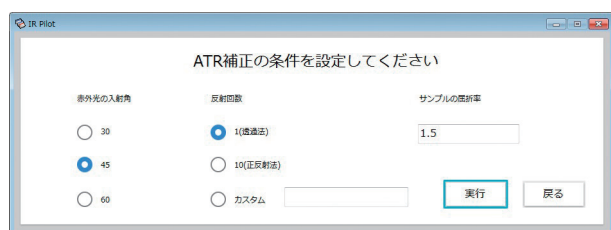


図7 ATR補正の条件設定画面

次に、スペクトル検索の要否を選ぶ画面が表示されます。不明な物質の同定はスペクトル検索機能を活用します。検索パラメータは自動で設定され、ヒットリストが表示されます。さらに、印刷の要否を選ぶ画面が表示され、「はい」を選ぶと印刷が実行されます。スペクトル検索結果の印刷例を図8に示します。サンプルの赤外スペクトルとヒットリストの1番目から3番目の赤外スペクトルを並べて比較が可能です。さらにリストの上位20番目までの成分名や情報が続けて印刷されます。今回測定した白色異物はタンパク質と思われる、皮膚や爪など人的由来の異物である可能性が考えられます。

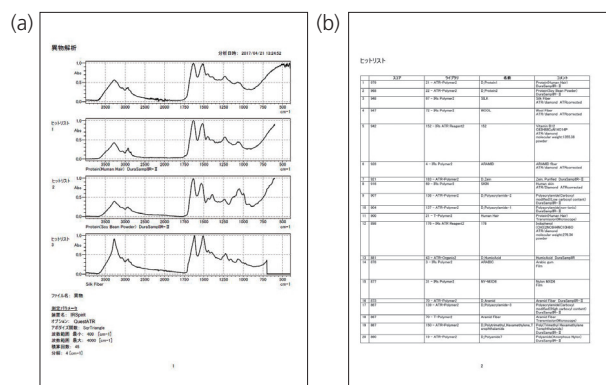


図8 スペクトル検索結果の印刷

- (a) サンプルと上位3位にヒットしたスペクトルの比較  
(b) 上位20番目までのヒットリスト

最後に、図9に示すプログラムの登録画面で一連の流れをメインメニューに登録することができます。

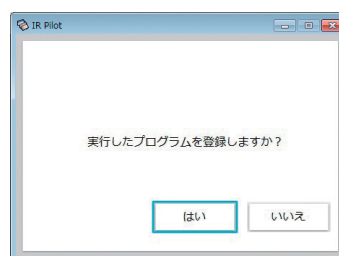


図9 プログラムの登録画面

登録したプログラムは図10に示すようにメインメニューに表示されますので、次回以降は選択項目が短縮され、より簡単にプログラムを実行することができます。



図10 IR Pilotのメインメニュー

## 5. おわりに

IRSpiritは、省スペースで持ち運びできる小さなボディでありながら、様々な新機能を搭載しています。即戦力のコンパクトFTIRを皆様にも実感していただければ幸いです。



## IRSpirit, Ready to Run

### 省スペース、高い拡張性

- ・持ち運びできる小さなボディ
- ・間口の狭い場所でも設置できる2面アクセス設計
- ・当社製付属品や市販の付属品も搭載できる、クラス最大の試料室

### IR Pilotによるeasy naviで誰でも簡単スタート

- ・23種類のアプリケーションをパッケージ化したIR Pilot
- ・日常点検にも便利な確認試験プログラム
- ・不良解析に特化した異物解析プログラム

### 安心して導入できる信頼性

- ・上位モデルから引き継がれたテクノロジーで、低価格でも高い再現性を実現
- ・高湿度環境を考慮した設計(KRS-5窓を選択可能)
- ・装置状態が一目でわかる便利な管理機能
- ・盗難および落下防止のためのキーロックが装着可能

フーリエ変換赤外分光光度計  
Fourier Transform Infrared Spectrophotometer

# IRSpirit



**FTIR**  
TALK LETTER

Vol. 29  
October 2017

発行日 ● 2017年10月5日  
編集・発行 ● 株式会社島津製作所 分析計測事業部 グローバルアプリケーション開発センター  
連絡先 ● 分析計測事業部事業企画部“Shim-Solutions Club”事務局  
〒604-8511 京都市中京区西ノ京桑原町1  
E-mail: analytic@group.shimadzu.co.jp