

FTIR

TALK

LETTER

vol. **4**

April 2005



京の匠4：繊細な美しさの花かんざし

ピンポイント濃縮/顕微FTIR法による 材料表面の有機汚染物の定性・定量分析



株式会社 東レリサーチセンター 有機分析化学研究部 研究員 森脇博文

概要

半導体、エレクトロニクスなどの様々な分野で高性能化が進展するなかで、金属、ガラス基板、精密電子部品などの材料表面に付着した微量の有機物に起因する特性低下など製造上のトラブルは、様々な分野で見られ、その内容も多種多様である。分析対象となる表面汚染物が数mg以上存在する場合は、FTIR、NMR（核磁気共鳴法）、GC/MS（ガスクロマトグラフ/質量分析法）など様々な分析手法を駆使して化学構造情報を引き出すことで、原因物質を特定することが可能である。その一方で、表面汚染物が μg 、 ng オーダーといった微量である場合は、適用できる分析手法が限られ、高感度な分析手法が必要である。

本稿では高感度な有機分析手法として、ピンポイント濃縮/顕微FTIR法によるガラス基板表面の有機汚染物の定性・定量分析を実施した例について紹介する。

ピンポイント濃縮 /顕微FTIRとは

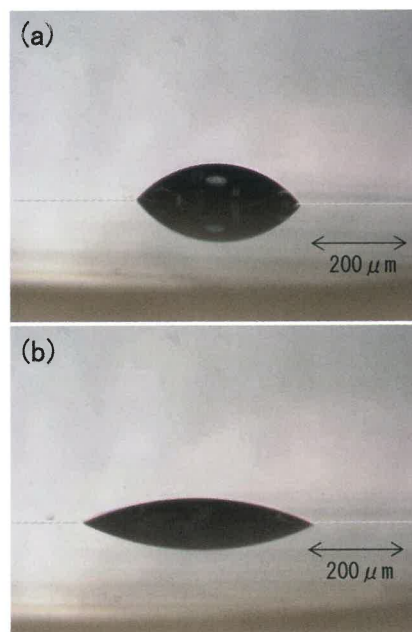
ピンポイント濃縮法とは、鏡面研磨されたステンレス鋼板にフッ素系樹脂がコーティングされたプレート（ピンポイント濃縮用プレート）に試料溶液を1〜数 μL 程度滴下し、有機溶媒を蒸発させて試料溶液を濃縮する方法である。この方法を用いると、フッ素樹脂の撥水作用で溶媒の蒸発に伴い、試料溶液のスポットの外径は徐々に小さくなりながら試料が濃縮され、最終的にはほぼ試料（溶質）のみの微小スポットが形成される¹⁾。

実試料では各種材料に付着した汚染物を有機溶剤で洗浄回収し、その回収液をピンポイント濃縮プレートへ滴下することにより、回収液はプレート上で濃縮され、最後に微小の溶質スポットが形成される。これを反射法でIRスペクトルを測定することによって、汚染成分の定性分析が可能となる²⁾。

ガラス基板表面の 有機汚染物の 定性分析

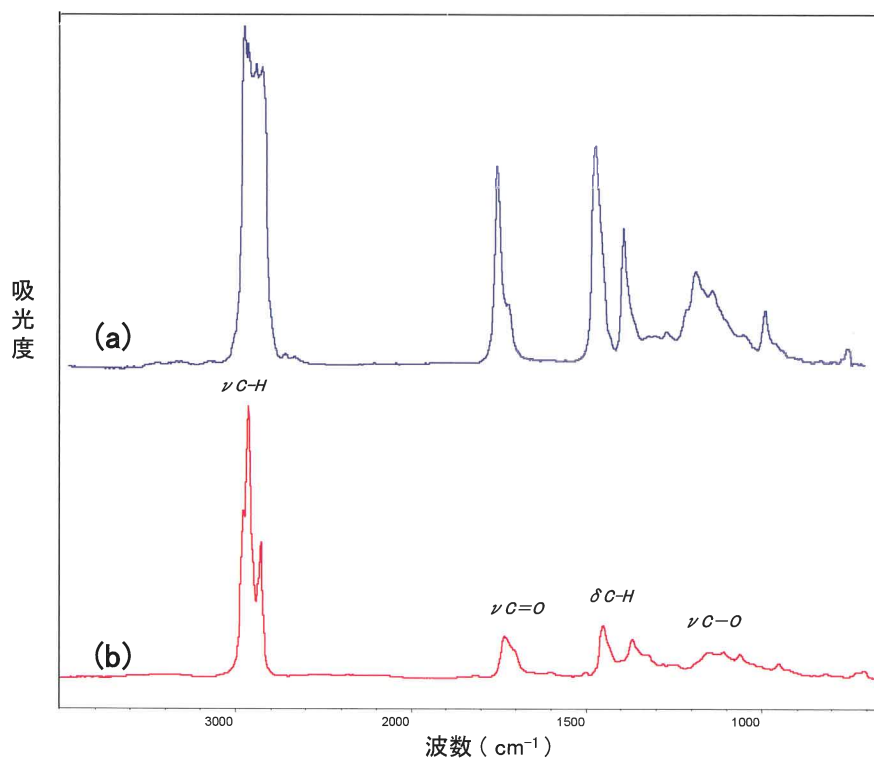
汚染が予想されるガラス基板上の汚染物をトルエンで洗浄回収し、その洗浄回収液の一部をピンポイント濃縮用プレートに滴下した。滴下後、図1(a)に示したような単一の溶質スポットが形成され、この溶質スポットに対して、反射法にてIRスペクトルを測定した。IRスペクトルの帰属より、ガラス基板の表面汚染物は、炭化水素、脂肪族エステル系化合物などと推定された。なお、洗浄回収液から形成された単一の溶質スポットの厚みは大きいいため、測定されたIRスペクトルは

図2(a)に示したように飽和してしまうことも少なくない。このような場合、トルエンに少量の水を添加したアセトンなどの親水性溶媒を添加すると、溶質スポットは図1(b)のように薄く横方向に広がり、スポットの厚みを減少させることができる。このようにして得られた溶質スポットの厚みの薄い部分を測定した結果、図2(b)のように良好なIRスペクトルを得ることができた。このように親水性溶媒を添加することで、筆者らはピンポイント濃縮法での大きな課題とされたIRスペクトルの飽和を抑制する方法を見出した³⁾。



(a) 親水性溶媒無添加 (b) 親水性溶媒添加

図1 試料溶液（トルエン溶媒）の溶質スポット像（水平方向からの写真）



(a) 親水性溶媒無添加 (b) 親水性溶媒添加
 図2 各試料溶液(トルエン溶媒)の溶質スポットのIRスペクトル比較

濃縮スポットを用いた ガラス基板表面の 有機汚染物の 定量分析

ピンポイント濃縮法で使用される疎水性溶媒の中ではトルエンを溶媒として形成される溶質スポットの形状が最も再現性が高く、溶質スポットの体積と溶質量には良好な相関関係にある⁴⁾。この特徴を生かして、次の方法で溶質スポットの体積から、汚染物量を計算した。

πAh)として近似計算し、これを溶質スポットの体積とした。(スポット面積、高さの計測結果を図4に示す。)

更に、汚染物のIRスペクトルより炭化水素が主成分であると考えられることから、パラフィンオイルの比重(0.875)を用いてスポット体積から汚染物量を算出し、(洗浄回収液量/滴下量)で基板総汚染物量を求め、更にガラス基板の表面積で割返すことによって、単位面積当りの汚染物量を求めることができた。結果を表1に示す。

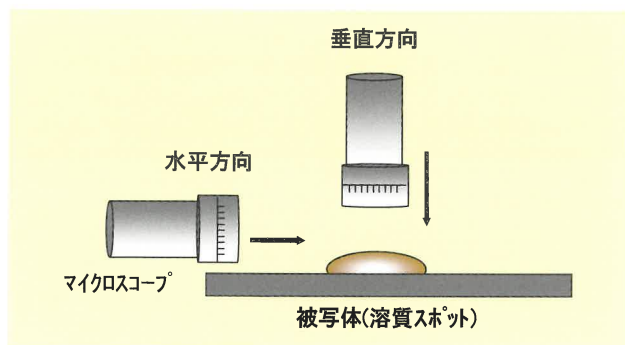


図3 溶質スポット体積の計算方法(模式図)

図3に示すようにプレート上で形成された溶質スポットに対して、垂直方向よりスポット面積(A)、水平方向よりスポット高さ(h)をそれぞれ計測し、それらから球体の一部($V=2/3$

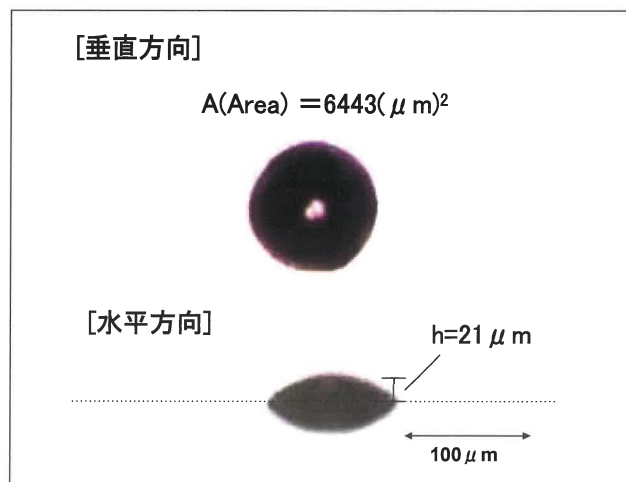


図4 溶質スポット像と計測結果

洗浄回収液量／滴下量	145 μL / 5 μL
溶質スポット体積	$9.02 \times 10^4 (\mu\text{m})^3$
汚染物量 (パラフィンオイル換算)	$7.89 \times 10^{-2} \mu\text{g}$
基板総汚染物量	2.28 μg
洗浄した基板表面積	15.2 cm^2
単位面積あたり汚染物量	0.15 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$

表1 汚染物量の定量結果

有機系材料表面の 有機汚染物の 定性分析

上述のようなガラスや金属など無機材料に付着する有機汚染物は、溶媒洗浄によって少量でも付着物のみが回収

できるが、フィルム、プラスチックなど有機系材料表面の有機汚染物を分析する場合は同様に溶媒洗浄で処理すると、材料そのものから溶出する溶出物が妨害となってしまう、付着物に関する情報を得ることが困難である。そのような場合、アルミホイル(使用前に洗浄したもの)などを使用して、フィルム、プラスチックなどの表面汚染物をアルミホイルに転写させ、そのアルミホイルを溶媒洗浄し、回収液をピンポイント濃縮/顕微FTIR法で分析することで、有機系材料の表面汚染物に関する情報を得ることが可能である。しかし、この方法は少々手間が掛かるため、次のような簡便法もお勧めである。すなわち、試料とプリズムを接触させ、接触後、試料とプリズムを離れた状態で1回反射ATR法で測定する。この場合、表面汚染物がプリズム表面に転写され、表面汚染物のIRスペクトルを得られることが少なくない⁵⁾。操作そのものが非常に簡便なので、まずは上記の1回反射ATR法で検討してみるのが良いと思われる。

おわりに

本稿ではガラス基板上の微量有機汚染物の分析法として、ピンポイント濃縮/顕微FTIR法について紹介した。

また、定性的な情報を得るための他の手法として、更に

XPS(X-ray Photoelectron Spectroscopy)、TOF-SIMS(Time-of-Flight Secondary Ion Mass Spectrometry)などの表面分析法も有効であり、これらの手法を併用することによって、更に多くの情報を引き出すことができる。なお、ピンポイント濃縮/顕微FTIR法から求められた定量値は、有機物の総量(但し、高揮発性成分を除く)である。材料表面の有機汚染物が複数の揮発性成分で構成されている場合は、更に熱脱着GC/MSなどを併用して、定性、定量分析を実施するのが望ましいと考えられる。

参考文献

- 1) 池田昌彦,内原博,ぶんせき,4(1995)
- 2) 森脇博文,The TRC News,55(1996)
- 3) 森脇博文,佐藤信之,第7回高分子分析討論会 講演要旨集,p45(2002)
- 4) 森脇博文,佐藤信之,第8回高分子分析討論会 講演要旨集,p81(2003)
- 5) 島津製作所,アナリシスイノベーションセミナー テキスト,p9(1997)



FTIRのバリデーション

分析計測事業部 スペクトロビジネスユニット 和田 潔

今回は、FTIRのバリデーションの方法についてお話します。英語でvalidateには『(法的に)有効にする』といった意味があります。デパートなどで買い物した後、レジで駐車券に『無料』のスタンプを押してもらおう(アメリカではValidと押されます)のも英語ではvalidateと言います。装置に必要な検査をして、その装置が正しく動作していることを確認して、『使えますよ』と『有効にする』ということからvalidateは『正当性を立証する、～を認証する』という意味で使われ、名詞のvalidationも『検証、妥当性確認、確認、合法化』という意味で使われるようになりました。

ここでは、FTIRのハードウェアバリデーションとソフトウェアバリデーションについてお話します。

ハードウェアのバリデーション

FTIRのハードウェアのバリデーションとは、FTIRが正しく動作していることを検査・確認することといえます。

分散型IRでは、ポリスチレンフィルムのスペクトルを測定して、波数の校正を兼ねてピーク波数を読み取って点検していました。FTIRではパワースペクトルに装置の状態が現れることが多いので、パワースペクトルの形状や大きさを確認する方法が簡単な方法として使われます。

当社のFTIR装置でも日常点検として、パワースペクトルの形状と大きさの確認を採用しています。

より、細かくFTIRを検査する方法としていくつかの公的機関が規格を出しています。工業系の規格として日本工業規格(JIS)、American Society for Testing and Materials (ASTM、アメリカ版のJIS)などに、薬局方では日本薬局方、ヨーロッパ薬局方(EP)に規定があります。

それぞれがどのような規格を定めているかを見てください。

日本工業規格(JIS)

JISでは赤外分光分析方法通則(JIS K0117)に規定があります。『6.3 分光光度計の補正及び検査方法』に検査の方法が記載されています。波数(精度)・透過0%・透過100%・直線性・分解能・繰り返し性について記述されています。JISに記載されている方法を簡単に紹介します。ただ、具体的な手順や規格値についてはJISには記載されていません。

波数(精度)

ピーク波数位置がよく知られた物質(例えば、大気中の二酸化炭素、水蒸気、ポリスチレン、アンモニア、インデンなど)のピーク波数位置と装置の指示値との誤差から求める。

透過0%

光を透過しない試料を測定して透過率0%、つまり、迷光や試料の二次放射スペクトルによる誤差を検査する。

透過100%

試料を入れないで透過率を測定し、透過率100%を検査する。

直線性

吸光度と濃度との検量線を作成し、その直線性を調べる。

分解能

アンモニア、大気中の二酸化炭素などを用い、吸収ピークの分離度合い(分解能)を検査する。

繰り返し測定精度

安定な試料を、短い時間内に2回以上測定し、波数や透過率の測定値のばらつきが規定の精度内にあることを確認する。

ASTM

ASTMでは、E1421-99 Standard Practice for Describing and Measuring Performance of Fourier Transform Mid-Infrared (FT-MIR) Spectrometers Level Zero and Level One Testsに記載されています。ASTMではJISや後述する薬局方とは異なり、パワースペクトルやポリスチレンフィルムのスペクトルを測定し、短期間や長期間でのFTIRの不調や大きな変化がないかを検査します。ASTM E1421-99 Level Zeroに記載されている方法を簡単に紹介します。

Energy Spectrum Test - パワースペクトルの変化

レファレンスと検査時のパワースペクトルを比較し、長期間での変化を検査します。

One Hundred Percent Line Test - 短時間での100%ライン変化

検査時に連続して測定したパワースペクトルで100%トランスミッタンスを計算し、短時間での変化を検査します。

Polystyrene Test-ポリスチレン測定データのレファレンスとの比較

レファレンスと検査時のポリスチレンフィルムのスペクトルの差を求めて評価します。

FTIR-8400S/IRPrestige-21では、ASTM E1421-99のLevel Zeroテストに準拠したバリデーションプログラムを標準で装備しています。

日本薬局方とヨーロッパ薬局方

第十四改正日本薬局方第一追補の一般試験法 赤外吸収スペクトル法の中の装置及び調整法の項に記載されています。分解、波数精度、波数再現性、透過率再現性という4つの検査項目に対して、手順と規格値が定められています。また、第十四改正日本薬局方第一追補からヨーロッパ薬局方(EP2000)との規格の共通化(標準化)が行なわれました。

当社では、FTIRのハードウェアのバリデーションの方法として、工業目的で手順がはっきり定められていないJIS・ASTMによる手法ではなく、製薬業界向けで手順や規格がはっきり定められている日本薬局方に基づいたバリデーション方法を採用しています。

アメリカ薬局方

アメリカの薬局方(USP)にもFTIRの記述があるのですが、おもしろいことに

Detailed instructions for operating spectrophotometers are supplied by manufacturers. To achieve significant and valid results, the operator of a spectrophotometer should be aware of its limitation and of potential sources of error and variation. The instruction manual should be followed closely on such matters as care, cleaning, and calibration of the instrument, and

すなわち『具体的手法は、製造メーカーの取扱説明書等に従いなさい』と書かれています。

日本薬局方準拠バリデーションプログラムの内容

それでは、FTIR-8400S/IRPrestige-21で採用されているバリデーションプログラムを紹介します。検査する項目は、パワースペクトル、分解、波数精度、波数再現性、透過率再現性の5項目で、測定結果と規格値を比較することで装置の性能を検査します。

パワースペクトル

FTIRの最も基本的な性能評価はパワースペクトルの大きさで行なうことができます。指定された波数におけるパワースペクトルの大きさが規格値より大きいかを判定し、指定されたすべての波数で規格値を上回っていれば正常です。

分解

分解については、第十四改正日本薬局方第一追補およびEP2000において以下のように記述されています。

厚さ約0.04mmのポリスチレン膜の吸収スペクトルを測定し、得られた吸収スペクトルの2870 cm^{-1} 付近の極小と2850 cm^{-1} 付近の極大における透過率(%)の差が18%以上であること、および、1589 cm^{-1} 付近の極小と1583 cm^{-1} 付近の極大における透過率(%)の差が12%以上であること

それぞれの透過率の差を判定し、両方とも規格値を上回っていれば合格と判定されます。

波数精度

波数精度の性能評価について第十四改正日本薬局方第一追補およびEP2000には以下のように記述されています。

波数目盛りは、通例、ポリスチレン膜の下記の特性吸収波数 (cm^{-1}) のうち、いくつかを用いて補正する。なお、() 内の数値はこれらの値の許容範囲を示す。

3060.0 (± 1.5) cm^{-1}
 2849.5 (± 1.5) cm^{-1}
 1942.9 (± 1.5) cm^{-1}
 1601.2 (± 1.0) cm^{-1}
 1583.0 (± 1.0) cm^{-1}
 1154.5 (± 1.0) cm^{-1}
 1028.3 (± 1.0) cm^{-1}

このプログラムでは判定に用いる上記波数での、測定されたポリスチレンフィルムのスペクトルのピーク波数を求め、許容範囲に入っているかどうかを判定します。指定されたすべてのピーク波数が許容範囲に入っていれば合格と判定されます。

波数再現性

波数の再現性について第十四改正日本薬局方第一追補には以下のように記述されています。

透過率および波数の再現性は、ポリスチレン膜の $3000 \sim 1000 \text{cm}^{-1}$ における数点の吸収を2回繰り返し測定するとき、...波数の差は 3000cm^{-1} 付近で 5cm^{-1} 以内、 1000cm^{-1} 付近で 1cm^{-1} 以内とする。

このプログラムではピーク波数を3点指定し、各点での実際のピーク波数をポリスチレンフィルムの2回の測定において求め、それらの間の誤差が許容範囲内にあるかどうかで判定します。指定された波数のピーク波数がすべて許容範囲に入っていれば合格と判定されます。なお、EP2000では波数再現性は記載されていません。

透過率の再現性

透過率の再現性については、第十四改正日本薬局方第一追補およびEP2000において以下のように記述されています。

透過率および波数の再現性は、ポリスチレン膜の $3000 \sim 1000 \text{cm}^{-1}$ における数点の吸収を2回繰り返し測定するとき、透過率の差は0.5%以内とし、...とする。

このプログラムではピーク波数を3点指定し、各点での透過率を2回の測定において求め、それらの間の誤差が許容範囲内にあるかどうかで判定します。透過率の差が許容範囲にすべて入っていれば合格と判定されます。

プログラムの動作

日本薬局方対応のバリデーションプログラムは、FTIR-8400S/IRPrestige-21を制御するIRsolutionソフトウェアに標準で搭載されています。IRsolutionのメニューから選ぶだけで実行でき画面に表示されるメッセージに従うだけで、操作ができます。ポリスチレンフィルムが搭載されている外部光束取り出しキットを使用すると全自動で検査ができます。

測定が終了すると、検査結果をまとめたレポートが自動的に印刷されます。

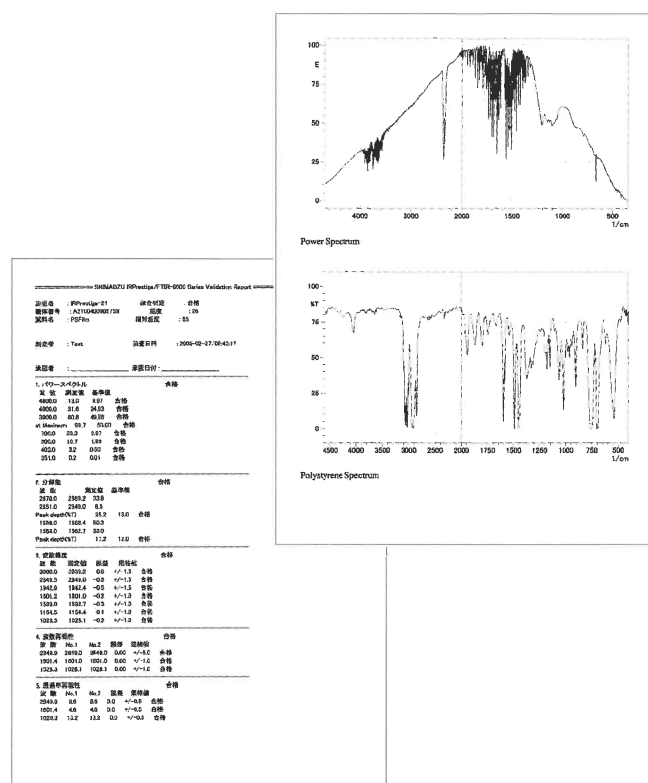


図1 日本薬局方対応バリデーションの実行結果

検査に使用するポリスチレンフィルム

検査に使用するポリスチレンフィルムは、当社のFTIRに同梱されているものを使用することができます。しかし、トレーサビリティが必要な場合は、NIST (National Institute of Standards and Technology) の標準ポリスチレンフィルム SRM 1921a - Infrared Transmission Wavelength Standard (Polystyrene Film) をご使用ください。

SRM 1921aには、厚さ約 $38 \mu\text{m}$ 、直径 25mm のポリスチレンフィルムが $5 \times 11 \text{cm}$ の紙製のホルダーに取り付けられています。付属のCertificate (保証書) には、取扱方法や保管方法、有効期限などが記載されています。

2004年12月の時点では、2008年12月31日まで有効なものが入手できるようです。

ポリスチレンフィルムを使わないときは付属のカバーをしてデシケーターに保管してください。また、ポリスチレンフィルム表面を触らないようにし、ほこりは乾燥したきれいな空気で吹き飛ばすようにしてください。当然ですが、ポリスチレンフィルムを傷つけてしまったり汚染したものは有効ではありません。

第十四改正日本薬局方第一追補での変更点

すでに、旧版の日本薬局方に基づいてバリデーションを行わ

れている方もいらっしゃると思います。平成14年12月27日に公布された第十四改正日本薬局方第一追補では、表1のように『分解』と『波数精度』が改正されました。特に波数精度では、誤解の多かった()内の数値の定義がはっきりしました。

バリデーションと定期点検・運転時適格性評価 (Operational Qualification)

バリデーション、定期点検、運転時適格性評価(OQ)は同じ考え方のものであります。いずれも、定期的に定められた手順でFTIR装置の点検・校正を行なう方法です。当社では、定期点検やOQにバリデーションプログラムを推奨しています。

表1 日本薬局方の改正点

項目	第十四改正日本薬局方	第十四改正日本薬局方第一追補
分解	得られた吸収スペクトルの2870cm ⁻¹ 付近の極小と2851cm ⁻¹ 付近の極大における透過率(%)の差が18%以上であること、および、1589cm ⁻¹ 付近の極小と1583cm ⁻¹ 付近の極大における透過率(%)の差が10%以上であること。	得られた吸収スペクトルの2870cm ⁻¹ 付近の極小と2850cm ⁻¹ 付近の極大における透過率(%)の差が18%以上であること、および、1589cm ⁻¹ 付近の極小と1583cm ⁻¹ 付近の極大における透過率(%)の差が12%以上であること。
波数精度	波数目盛りは、通例、ポリスチレン膜の下記の吸収帯のうち、いくつかを用いて補正する。なお、括弧内の数値はこれらの値が定められたときの正確さを表す。 3027.1 (±0.3) 1801.6 (±0.3) 1069.1 (±0.3) 2924 (±2) 1601.4 (±0.3) 1028.0 (±0.3) 2850.7 (±0.3) 1583.1 (±0.3) 906.7 (±0.3) 1944 (±0.3) 1181.4 (±0.3) 698.9 (±0.5) 1871.0 (±0.3) 1154.3 (±0.3)	波数目盛りは、通例、ポリスチレン膜の下記の特性吸収波数(cm ⁻¹)のうち、いくつかを用いて補正する。なお、()内の数値はこれらの値の許容範囲を示す。 3060.0 (±1.5) cm ⁻¹ 1154.5 (±1.0) cm ⁻¹ 2849.5 (±1.5) cm ⁻¹ 1028.3 (±1.0) cm ⁻¹ 1942.9 (±1.5) cm ⁻¹ 1601.2 (±1.0) cm ⁻¹ 1583.0 (±1.0) cm ⁻¹

ソフトウェアのバリデーション

ハードウェアが正しく動作していることを点検することと同様に、ソフトウェアも正しく動作していることを検証する必要があります。しかし、FTIRのソフトウェアは大規模なものになってきていて、全ての機能をユーザーがテストデータのインプット/アウトプット等のブラックボックステストで検査することは不可能です。

ただ、ハードウェアと違って、ソフトウェアの場合には個々の製品の製造過程が製品の品質に及ぼす影響は少なく、ほとんど開発過程で製品品質が決定されます。したがって、ユーザー側ではソフトウェアを構成するファイルが壊れたり、削除されたりしないことを改ざんチェックプログラムを用いて確認するとともに、セキュリティ機能や基本データ解析機能などの主要な機能が正常に動作することを検証します。

一方で、ソフトウェアが正しく開発されているかは、開発時のコンピュータバリデーションが適切に実施されていることで検証します。

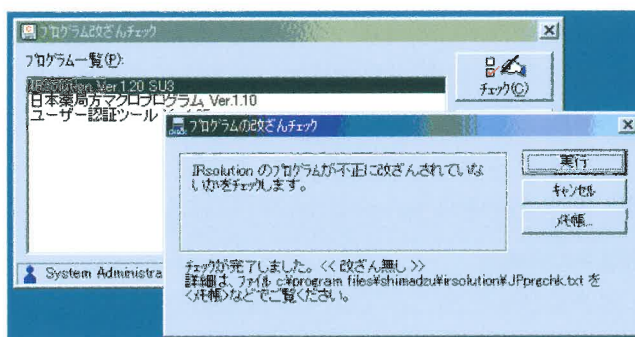


図2 改ざんチェックプログラムの実行

参 考

日本工業規格 (JIS) <http://www.jisc.go.jp/>
 ASTM www.astm.org
 日本薬局方 www.mhlw.go.jp/topics/bukyoku/iyaku/yakkyoku/
 ヨーロッパ薬局方 <http://www.pheur.org/>
 アメリカ薬局方 <http://www.usp.org/>
 NIST <http://www.nist.gov/>

顕微鏡アクセサリの使い方

分析計測事業部 応用技術部 東京カスタマーサポートセンター 安部 寛一

FTIR TALK LETTER Vol.3では赤外顕微鏡測定でサンプリングをうまく行うために使われる道具や最低限必要なもの、あれば便利なものなどの紹介を行いました。今回は質のよいスペクトルを得るために赤外顕微鏡のアクセサリの使い方についてご紹介します。

赤外顕微鏡透過測定

赤外顕微鏡において透過測定を行う場合、透過測定用窓板を利用してサンプルの圧延やサンプルの測定を行います。透過測定用窓板としてはKBr、BaF₂、ダイヤモンド、シリコンウエハなどいくつか材料で作成された窓板が知られています。これらはそれぞれ特長があり実際の測定の際に使い分けられています。

1.KBr

特長：よく用いられます。安価で、赤外光の透過度も90%と非常に高い(図1)ことが特長。波数領域も4000~400cm⁻¹と広いので良好なスペクトルが得られます。

注意点：比較的やわらかく傷がつきやすい。水分を含んだサンプルではKBrが溶解してしまうので測定に不向きです。また保存は湿度50%以下で行ってください。湿度の高いところで保存しますと潮解性があるためKBrの窓板が曇り良好なスペクトルは得られなくなります。

2.BaF₂

特長：よく用いられます。安価で、赤外光の透過度も90%と非常に高い。KBrと比較して耐水性に優れています。

注意点：比較的やわらかく傷がつきやすい。800cm⁻¹より低波数側にBaF₂の吸収があり720cm⁻¹前後までしか測定できません(図1)。酸とアンモニアを含んだサンプルではBaF₂が溶解してしまいます。

3.ダイヤモンド

特長：よく用いられます。取り扱いが簡単です。最も硬い物質で非常に傷がつきにくい。化学的にも比較的安定でいろいろなサンプルに対応可能です。赤外光の透過率は70%前後と良好です。

注意点：KBr、BaF₂などと比べて高価です。測定可能な部分が小さく、比較的大きなサンプルの場合切断してサンプルをセットしなければならないことがあります。また窓板の端の部分は測定には適しません。

2000cm⁻¹付近にダイヤモンドの吸収があるため、2000cm⁻¹付近でのS/Nが低下します(図1)。また屈折率が2.4と比較的高く一般的なサンプルとの屈折率差があり干渉縞が出やすくなります。

4.シリコンウエハ(高抵抗タイプシリコンウエハ)

特長：あまり用いられていません。比較的硬く取り扱いは容易です。洗浄に水が使えます。

注意点：赤外光の透過率は55%と比較的低く良好なスペクトルは得られにくいです。可視光による透過観察ができないという欠点もあります。また屈折率が3.4と高くサンプルとの屈折率差が大きく干渉縞が出やすくなります。

以上の特長から赤外顕微鏡透過測定においては汎用、硬い試料にはダイヤモンド、高感度分析にはKBr、BaF₂が赤外透過測定用の窓板として適しています。

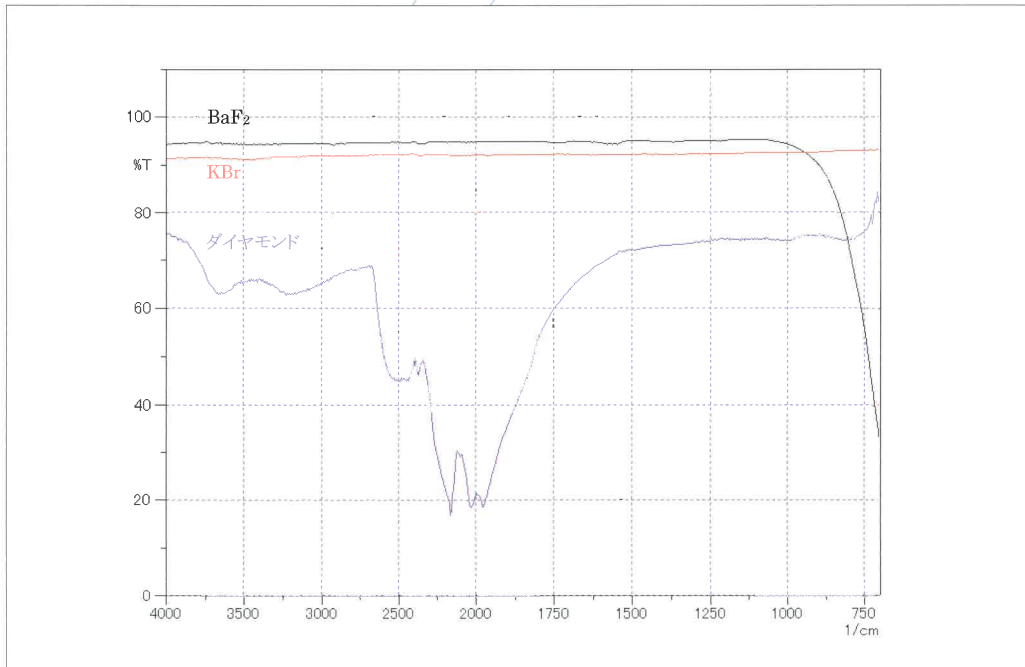


図1：各種窓板材料の透過率

ダイヤモンドセルの使い方 (サンプルを圧延する場合の注意点)

ダイヤモンドセルは2~3mmのダイヤモンドの窓板が埋め込まれたディスクが2枚セットになったものです。硬いサンプルや不定形なサンプルを薄くするのに便利なものです。ただし使い方によってはなかなか良好なスペクトルが得られません。そこでダイヤモンドセルの使い方をご紹介します。

サンプルを適量ディスクの上にのせます。この際ダイヤモンドセル全体に広がるほどサンプルをのせるとバックグラウンド測定を行えませんので注意してください。

上からもう一枚のディスクをのせサンプルを圧延します。柔らかい試料はネジを使わず手で押すだけでもかまいません。小さくて硬い試料はネジで強く圧延する際にまれにダイヤモ

ンドの端にひびが入ることがありますので気をつけてください(図2)。

上側のディスクをつけて測定すると赤外光が二回窓板を透過し透過率が悪くなる、ダイヤモンドの吸収が大きくS/Nが悪くなる、ディスク間が平行になりやすく干渉縞が非常にやすくなるなど良好なスペクトルが得られにくくなります。そこで上側のディスクを取り外します。この際サンプルが上側のディスクについている場合もありますので注意してください。

サンプルがついている側のディスクをホルダにのせて赤外顕微鏡透過測定を行います(図3)。

使用後は窓板の洗浄を行います。洗浄は水やアルコールなどを少量含ませた綿棒を用いてこすり落とすのが簡単です。

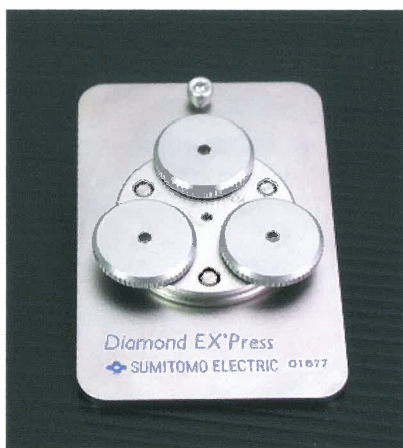


図2：サンプル圧延時



図3：サンプル測定時

Q &

A

今回のQ

スペクトルの $4000\sim 3400\text{cm}^{-1}$ 、 $2000\sim 1300\text{cm}^{-1}$ 付近にノイズが見られるのですがこれをなくすにはどうしたらよいのでしょうか。

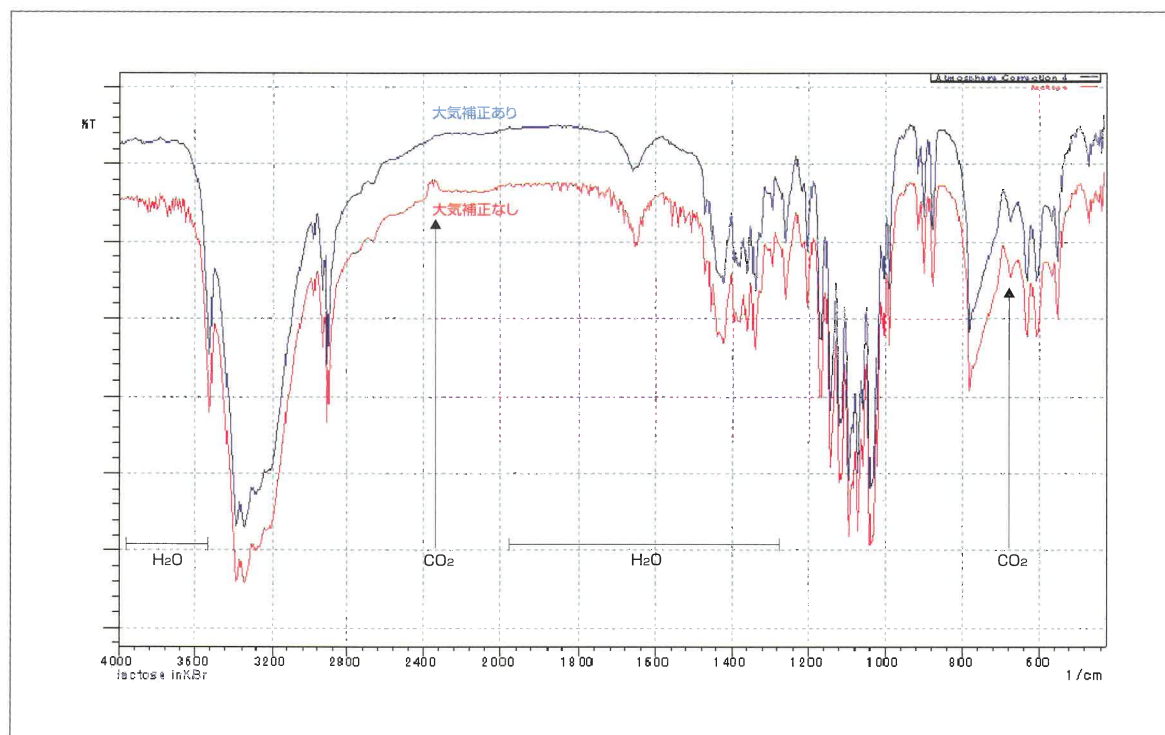
A

$4000\sim 3400\text{cm}^{-1}$ 、 $2000\sim 1300\text{cm}^{-1}$ に見られるのは水蒸気(H_2O)の吸収です。環境の変化により水蒸気量が変化したためノイズのような吸収が見られるようになります。また水蒸気以外にも二酸化炭素(CO_2)の吸収が 2350cm^{-1} 付近と 670cm^{-1} 付近に見られることがあります。

バックグラウンド測定を行ってなるべく直ちにサンプル測定を行うことでできるだけ水蒸気、二酸化炭素の影響を少な

くすることができます。また乾燥空気や窒素によるパージを行うことで影響を少なくする方法があります。しかしパージを行うには乾燥空気供給装置や窒素ボンベなどの設備が必要です。

IRsolutionソフトウェアには大気補正機能が搭載されています。大気補正機能により簡単に水蒸気、二酸化炭素の影響を少なくできるようになりました(下図参照)。



NEW PRODUCTS

紫外・可視・近赤外分光光度計 SolidSpec-3700/3700DUV

世界初、3検出器搭載により高感度化を実現

光電子増倍管、冷却型PbS検出器に加えてInGaAs検出器を搭載した紫外可視近赤外分光光度計で、従来に比べて近赤外領域での感度を大幅に高めました。

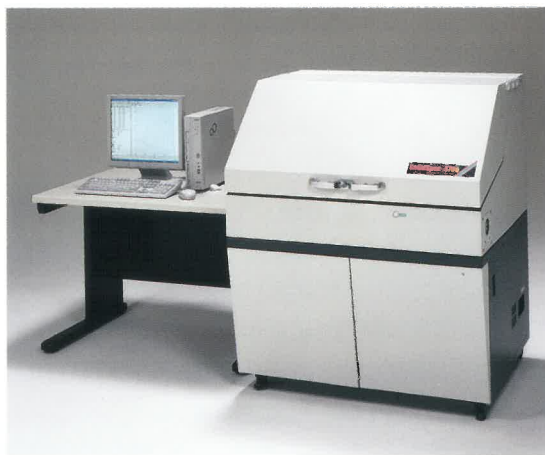
非破壊測定を念頭においた超大型試料室

最大700×560mmの試料を水平置きで測定可能です。また、オプションのオートX-Yステージを使用することで最大310×310mmの試料の多点自動測定が可能です。

190nm以下の深紫外線領域を測定

光路を窒素パージすることにより、SolidSpec-3700DUVは積分球使用時でも175nm～2600nmの範囲で、またオプションを取り付けると165nm～3300nmの範囲で測定可能となります。

紫外・可視・近赤外分光光度計
SolidSpec-3700/3700DUV



紫外・可視・近赤外分光光度計 UV-3600

高感度、3検出器を搭載

光電子増倍管、冷却型PbS検出器に加えて、InGaAs検出器を搭載した紫外可視近赤外分光光度計で、従来に比べて近赤外領域での感度を大幅に高めました。

高分解・低迷光・ワイドな測定範囲

高性能ダブルモノクロメータにより、高分解、超低迷光を実現しました。また、測定波長範囲は185nm～3300nmで、紫外、可視、近赤外にわたって高感度測定が可能です。

豊富な付属品により、幅広いアプリケーションに対応

積分球測定装置、電子冷却式恒温セルホルダー、超マイクロセルホルダー等の豊富な付属品の取り付けが可能で、幅広い応用測定に対応できます。

紫外・可視・近赤外分光光度計
UV-3600

