

# もう悩まない！ FTIR異物・不良解析のテクニック

株式会社島津製作所 分析計測事業部

## 目次

- 1 FTIRとは
- 2 ATR法、透過法、反射法の測定
- 3 赤外顕微鏡を使った測定
- 4 解析に役立つライブラリ

## 目次

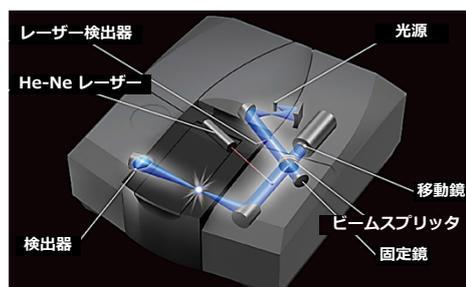
- 1 FTIRとは
- 2 ATR法、透過法、反射法の測定
- 3 赤外顕微鏡を使った測定
- 4 解析に役立つライブラリ

3

## FTIRとは

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

- ◆ 分析試料に赤外光を照射し、透過光/反射光を測定します
- ◆ 官能基の推定や有機化合物の定性・定量分析を行います



## 非破壊分析

化学的な前処理が不要

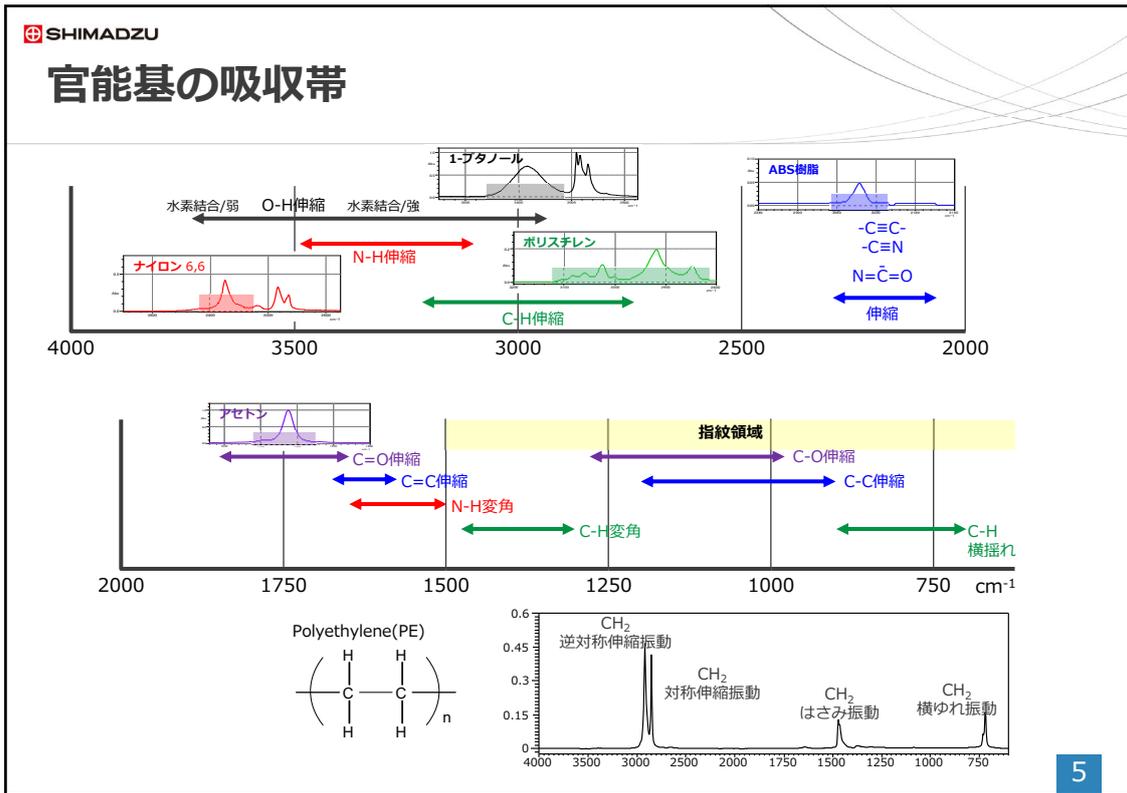
## 迅速分析

1測定 数十秒～数分程度

## 定性分析

豊富なデータベース

4



**SHIMADZU**

## 異物分析や不良解析で使われるFTIR

無機分析  
元素情報

EDX (EDXRF)

EPMA

有機分析  
有機化合物情報

FTIR

熱分解GC/MS

各々の優位性を知り、上手く活用することで、確実かつ詳細な異物解析が可能となります

6

SHIMADZU

## 目次

## 1 FTIRとは

## 2 ATR法、透過法、反射法の測定

## 3 赤外顕微鏡を使った測定

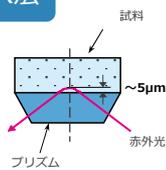
## 4 解析に役立つライブラリ

7

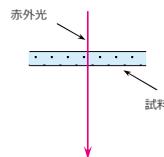
SHIMADZU

## FTIRの分析手法

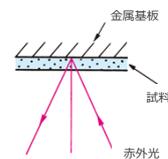
## ATR法



## 透過法



## 反射法



## 赤外顕微鏡



各分析手法の測定例をご紹介します！

分析手法の選択に  
もう悩まない！

8

**SHIMADZU**

# ATR法

**Attenuated Total Reflectance 全反射法**  
 高屈折率から低屈折率の媒質へ光が進むときの全反射を利用した方法

材質		ZnSe/KRS-5/ダイヤモンド	
屈折率 (1000cm <sup>-1</sup> )		2.4	
入射角		45°	60°
もくろこみ深さ	4000cm <sup>-1</sup>	0.5 µm	0.28 µm
	2000cm <sup>-1</sup>	1.0 µm	0.55 µm
	1000cm <sup>-1</sup>	2.0 µm	1.10 µm
	400cm <sup>-1</sup>	5.0 µm	2.80 µm

IR Spirit™+QATR-S

- 👍 ATR法は複雑な前処理が不要で、簡単に分析できる
- ⚠️ 試料の表層の情報しか測定できないので注意

9

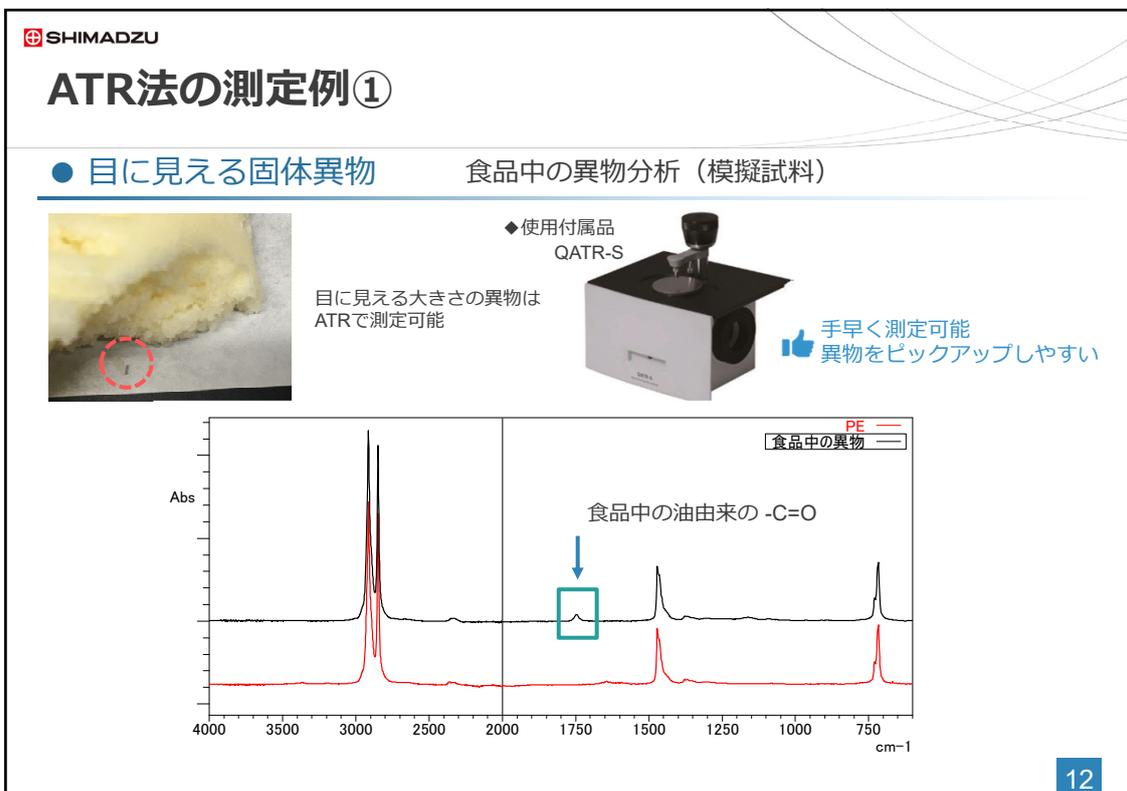
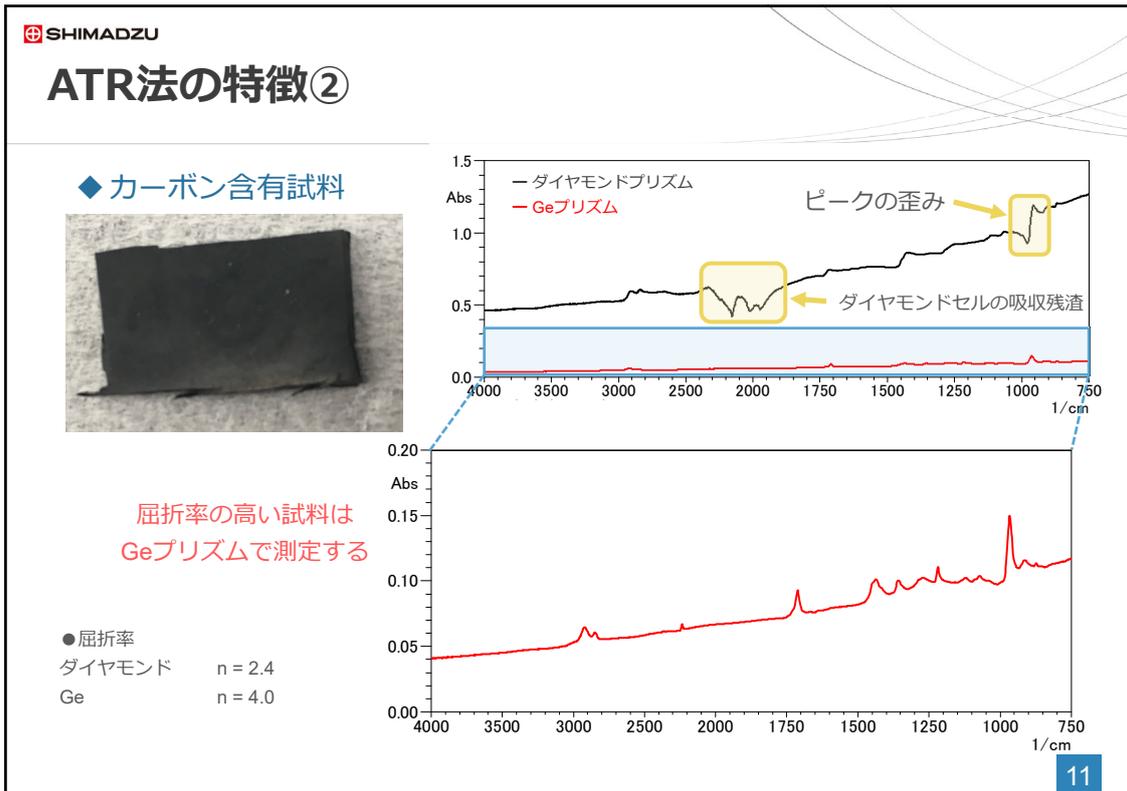
**SHIMADZU**

# ATR法の特徴①

◆ 試料とプリズムの密着性

試料とプリズムの密着性が上がると、ピーク強度が高くなります

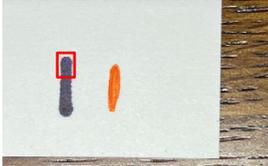
10



**SHIMADZU**

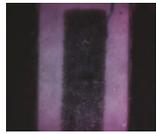
## ATR法の測定例②

● **カメラ付きATR** 厚紙上のインク



MicromATR Visionで撮影

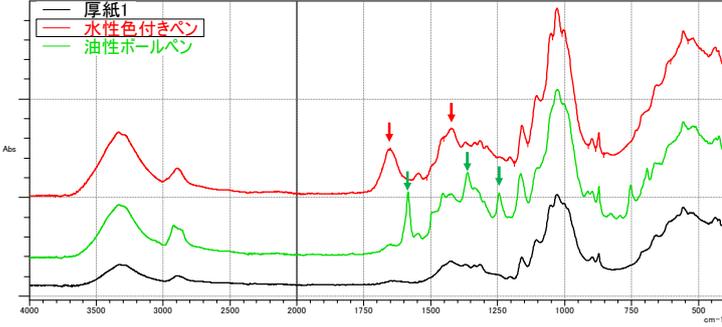
◆使用付属品 MicromATR Vision





USB接続

厚紙に油性ペンと水性ペンで書かれた部分を測定しました。



緑の矢印↓が  
ペン特有のピークを示している

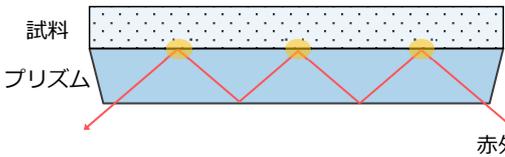
**カメラ付きATRを使えば  
異物がある場所を狙いやすい**

13

**SHIMADZU**

## ATR法の測定例③

● **多重反射ATR** ヘキサン中のジメチルポリシロキサン (PDMS)

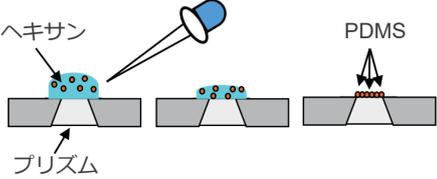


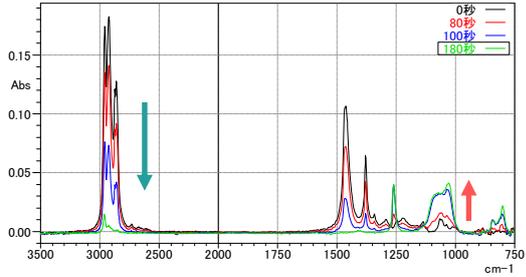
◆使用付属品

11回反射ATR  
Siプリズム

複数回反射させることで  
低濃度試料も測定可能

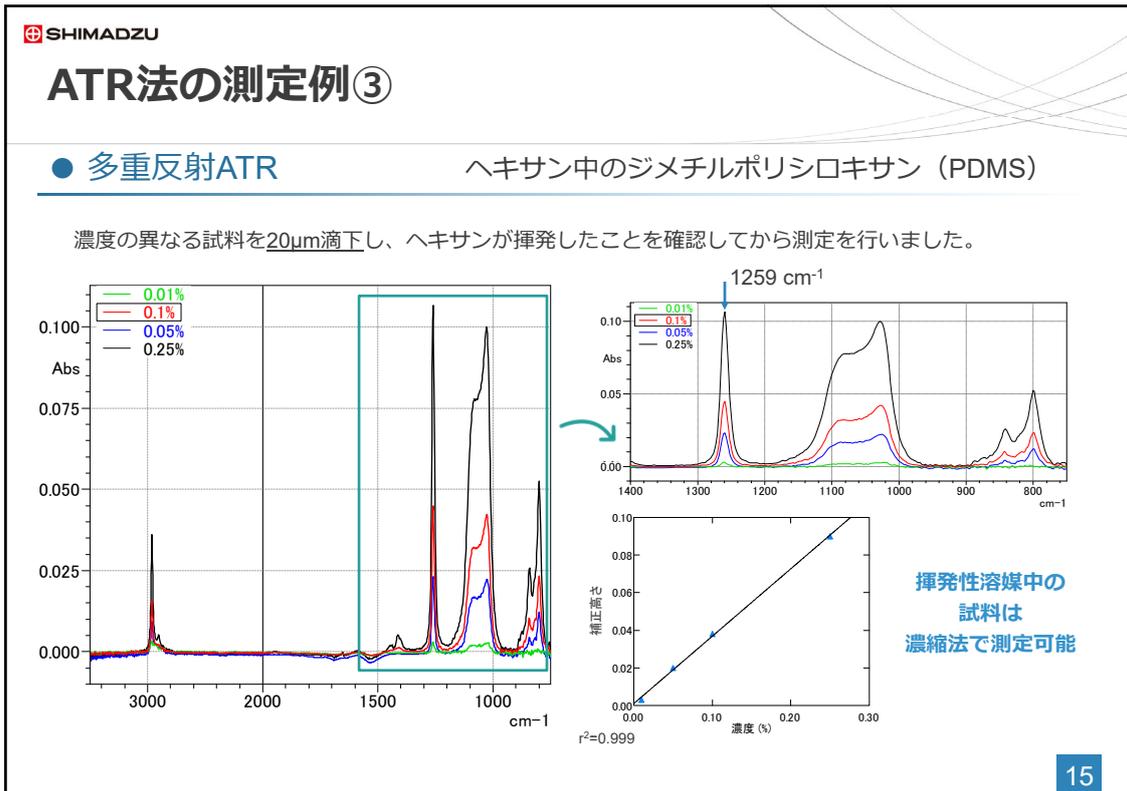
揮発性溶媒の場合、乾燥させて目的物質のみ測定する  
(濃縮法)





乾燥中のスペクトル変化

14



**SHIMADZU**

## 透過法

赤外光

試料

試料に光を透過させる

- ・表層だけでなく、内部を含んだ全体の測定
- ・試料に厚みがあると光が透過しないので注意

異物解析では厚みが薄い試料が少ないのであまり使われない

**KBr錠剤法**

KBr粉末と試料を混合しペレット（錠剤）にして測定

👍 薬局方では主流の分析方法

- ・KBrは湿気に弱いので注意

**ガス分析**

気体を測定するとき使用する。濃度に応じて適切な光路長を選択する。

**液体セル**

液体セル      固定セル

溶液の濃度によって様々な光路長を選択可能。窓板に試料を塗って測定する方法もある。

👍 油分の微量測定などに有効

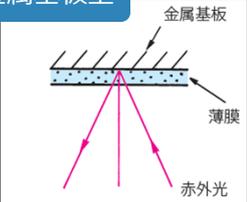
- ・溶媒によって窓板を選択する

16

**SHIMADZU**

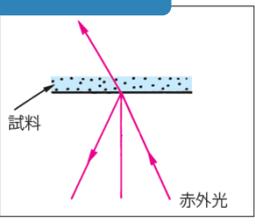
## 反射法

**金属基板上**



赤外光は試料を通過したのち金属基板で反射透過法と同様のスペクトルが得られる

**樹脂試料のみ**



入射光が試料表面で反射される場合、反射スペクトルが得られる  
クラマース・クローニツヒ解析 (K-K解析) により吸収スペクトルが求められる

👍 平滑な表面を持つ試料は削り取ったりせず測定可能  
ATRのようにプリズムを密着させる必要がない

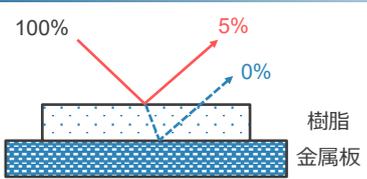
17

**SHIMADZU**

## 反射法の測定例

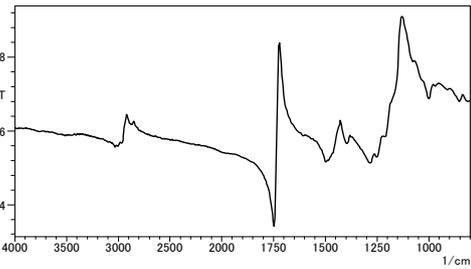
● 赤外顕微鏡

金属板上の厚みのある樹脂

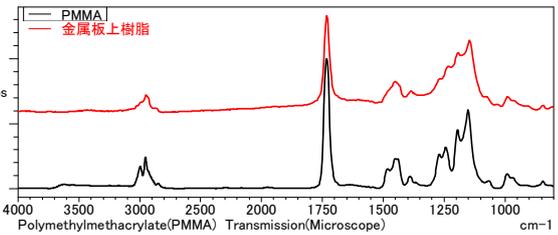


金属板上の樹脂であっても、試料が厚い場合K-K解析が必要

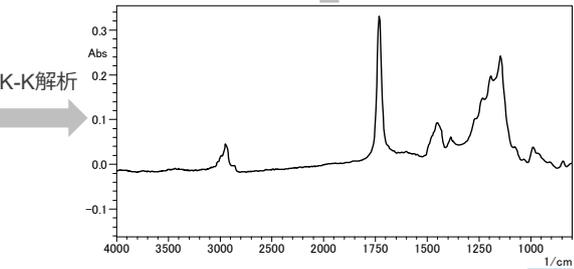
測定スペクトル



金属板上樹脂



検索



18

SHIMADZU

## 目次

- 1 FTIRとは
- 2 ATR法、透過法、反射法の測定
- 3 赤外顕微鏡を使った測定
- 4 解析に役立つライブラリ

19

SHIMADZU

## 赤外顕微鏡

測定したい領域  
大 ← 100 μm 10 μm → 小



本体ATR



赤外顕微鏡 AIM-9000

試料を可視光で観察し、  
赤外光で分析する装置です



20

**SHIMADZU**

## 赤外顕微鏡の特徴

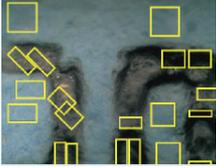
● AIM-9000

見る



広視野カメラ/顕微カメラ  
で対象物を確認

測る



異物自動認識システムで  
測定位置を自動セット

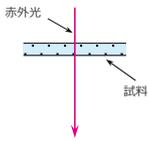
判る



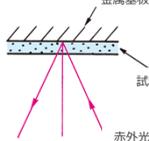
異物解析プログラムで  
自動定性

試料の状態や  
各測定の特徴を踏まえて  
選択する

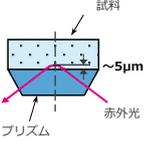
**透過法**



**反射法**



**ATR法**



赤外顕微鏡の測定に  
もう悩まない!



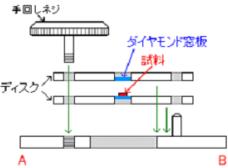
21

**SHIMADZU**

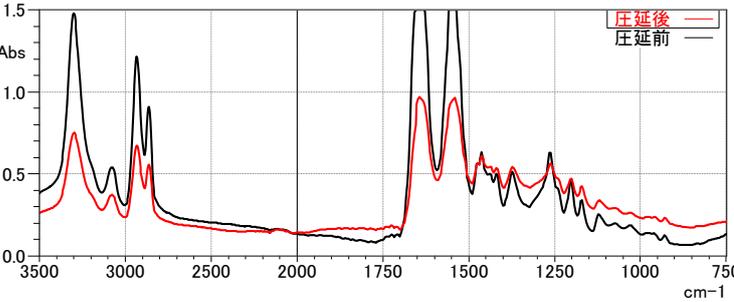
## 赤外顕微鏡の測定例①

● AIM-9000 透過測定      ダイヤモンドセルを用いた測定





- ◆ 実体顕微鏡下でニードルやピンセット、カッターなどで対象試料を取り出し、試料をセルで圧延して使用
- ◆ 透過法だけでなくATR法での測定も可能





圧延後のストッキングの繊維

**圧延することで  
適切な吸光度に調整可能**

22

**SHIMADZU**

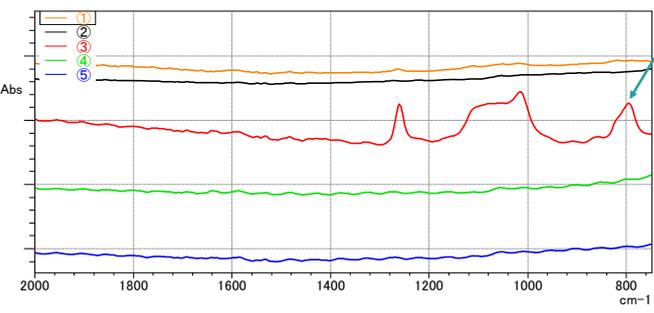
## 赤外顕微鏡の測定例②

● AIM-9000 反射測定 端子上的異物



広視野カメラ

15倍対物鏡



③のみシリコン由来のピークを確認

微小な金属端子上も測定可能

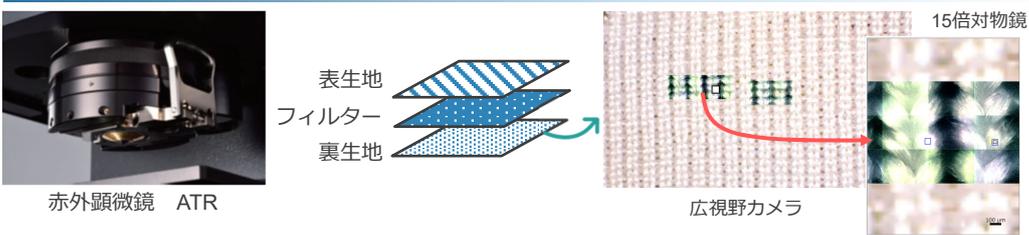
広視野カメラにより、簡単に測定場所を探せる

23

**SHIMADZU**

## 赤外顕微鏡の測定例③

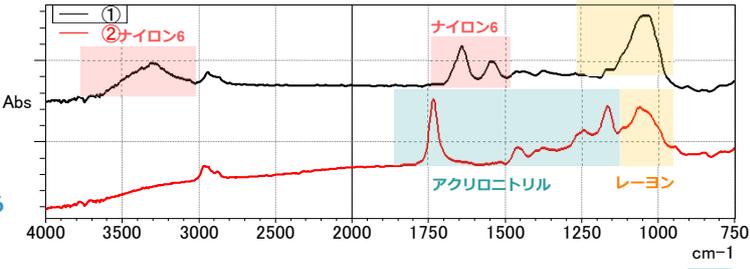
● AIM-9000 ATR法 布マスクの繊維



赤外顕微鏡 ATR

15倍対物鏡

広視野カメラ



①

②ナイロン6

ナイロン6

アクリロニトリル

レーヨン

場所によって繊維の配合率が異なる

ATRなら直接測定可能

24

## 目次

- 1 FTIRとは
- 2 ATR法、透過法、反射法の測定
- 3 赤外顕微鏡を使った測定
- 4 解析に役立つライブラリ

25

## 異物解析のスペクトル検索

## 異物ライブラリ

異物として多く検出される物質を  
混合物のままデータベース登録

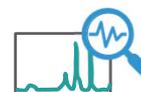
異物の特定に繋がる！



## 異物解析プログラム

混合物の場合でも、**主成分・副成分を検索**  
判別した物質の確度も表示

解析後には自動でレポート作成



## Plastic Analyzer

IRSpirit + ATR



紫外線劣化プラスチックライブラリ

加熱劣化プラスチックライブラリ

IRPilotでの分析プログラム



スペクトル解析で  
もう悩まない！



26

**SHIMADZU**

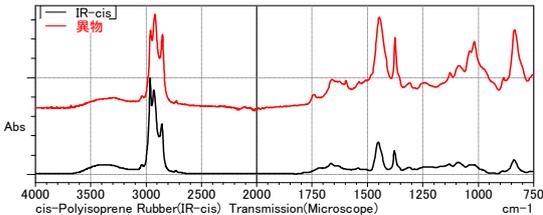
## 異物ライブラリの活用

● 異物ライブラリ

とある異物



異物ライブラリを使うと...



上位でヒット  
cis-Polyisoprene Rubber(IR-cis)

「輪ゴム」でヒット!

身近な異物を混合物としてライブラリに登録  
定性分析に必要な知識や経験をカバーします

ライブラリには物質名で登録されているので  
直感ではわかりにくい

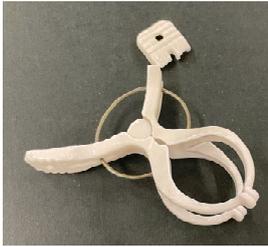
27

**SHIMADZU**

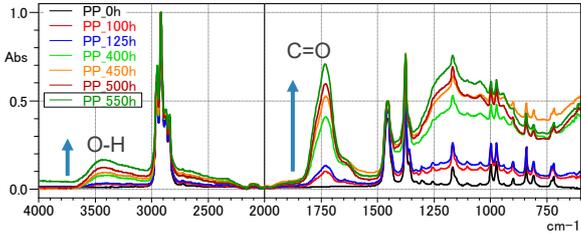
## 紫外線劣化プラスチックライブラリの活用

● 紫外線劣化試料

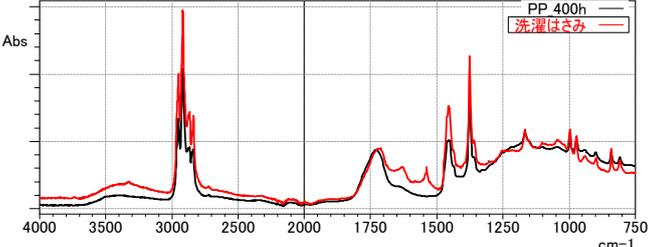
洗濯はさみ



約8年間ベランダで使われた洗濯はさみ



紫外線照射時間を変えたPPの変化



標準品とは異なるスペクトルでも  
劣化状態を反映した  
スペクトル検索が可能

28

**SHIMADZU**

# Plastic Analyzerの特徴

## 1 高い精度の劣化ライブラリ

紫外線/熱によりプラスチックは分子切断や架橋を伴い劣化するため標準品のプラスチックスペクトルとは異なる。

複数種類の劣化をさせたスペクトルを収録

紫外線劣化プラスチック (ABS樹脂)

## 2 分析プログラムによる簡単測定

簡単測定が可能な分析プログラムを搭載し、FTIRに不慣れでも分析が可能！

測定プログラムを選択 → バックグラウンド測定 → 試料測定 → レポート作成

※劣化度を判定する機能ではありません **29**

**SHIMADZU**

# お知らせ

FTIRの分析に役立つ小冊子やアプリケーションニュースを発行しています  
この機会に是非ともご覧ください

**Website :**  
<http://www.an.shimadzu.co.jp/ftir/support/lib/ftirtalk/ftirtalk.htm>  
<https://solutions.shimadzu.co.jp/index.html>

**30**

 SHIMADZU

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

# IRSpirit



ご清聴ありがとうございました

本発表内に記載されている会社名、製品名、サービスマークおよびロゴは、各社の商標および登録商品です。  
なお、発表中では「™」、「®」を明記していません。

31