

よくわかる！良好なFTIRスペクトルを得るコツと目的別ソリューション

株式会社島津製作所 分析計測事業部

目次

- **赤外分光光度計とは**
 - FTIRで何がわかるのか
 - 官能基の吸収帯と赤外スペクトルの例
 - 装置構造・特長
- **良好なFTIRスペクトルを得るコツ**
 - 良好なスペクトルとは
 - KBr錠剤法
 - 液膜法
 - ATR法
 - 測定条件（積算回数、分解、波数範囲、水蒸気・二酸化炭素）
- **目的別ソリューション**
 - 紫外線硬化樹脂の反応追跡
 - 大気汚染に関わるガス種の測定
 - myo-イノシトールの確認試験（EP）
 - 洗浄液中の微量成分の定量
 - 微小異物の分析
- **お知らせ**

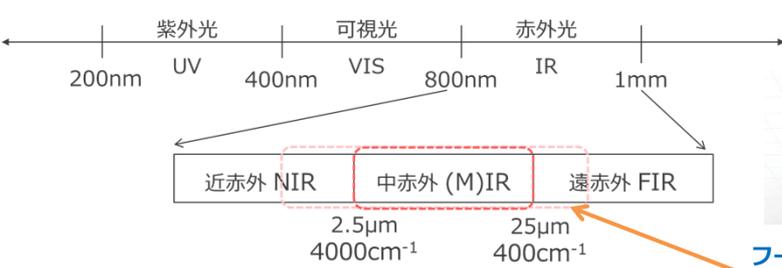
SHIMADZU

赤外分光光度計とは？

- 分光光度計は何をする装置？**
 物質に光を当て、出てきた光を測定する
- 何がわかる？**
 試料中の目的物質の濃度(定量) 試料がどのような物質であるか(定性)
 透過率や反射率などの光学特性



リンゴは白色光のうち、緑色の光を吸収する
→赤色に見える



紫外光 200nm UV 400nm 可視光 VIS 800nm 赤外光 IR 1mm

近赤外 NIR 2.5μm 4000cm⁻¹ 中赤外 (M)IR 25μm 400cm⁻¹ 遠赤外 FIR



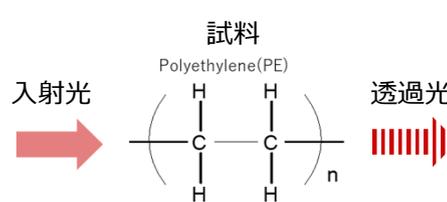
フーリエ変換赤外分光光度計 (FTIR)

3

SHIMADZU

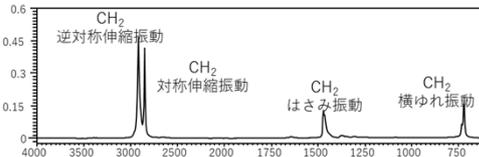
FTIRでは何が分かる？

- 赤外光を物質に当てると…？**



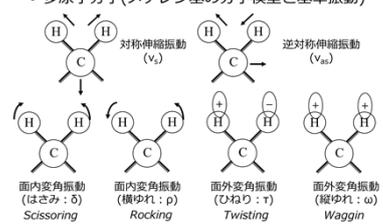
入射光 → 試料 Polyethylene(PE) → 透過光

官能基が振動する位置にピークが出る



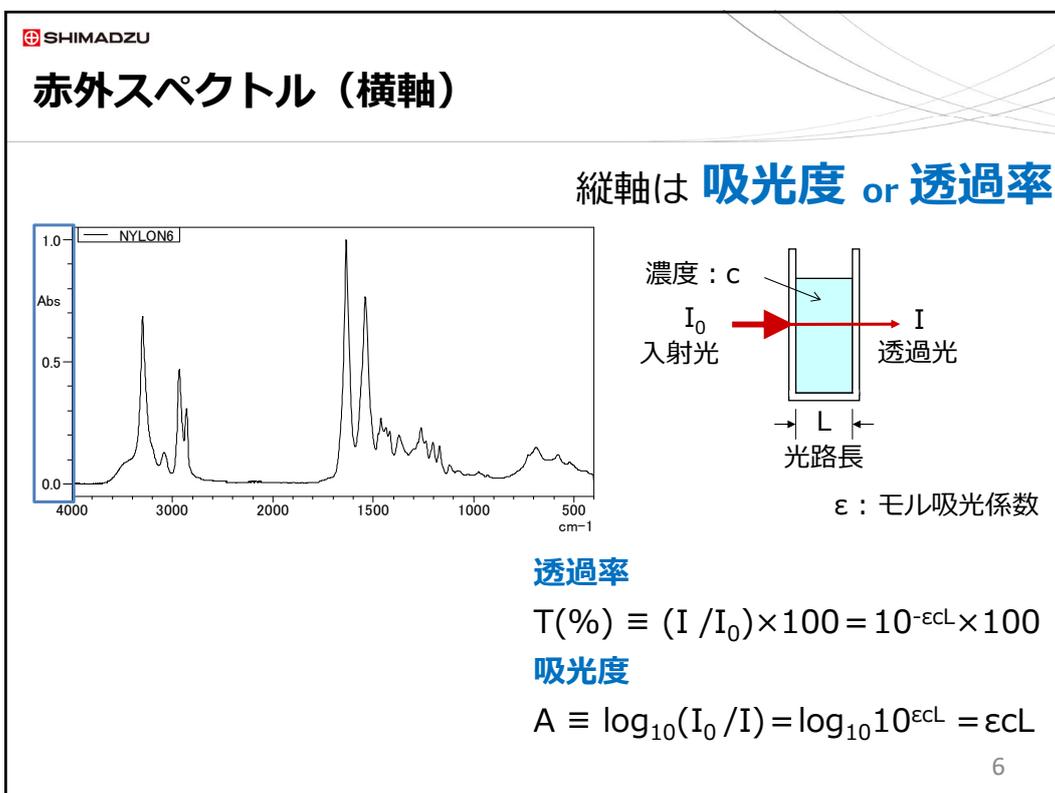
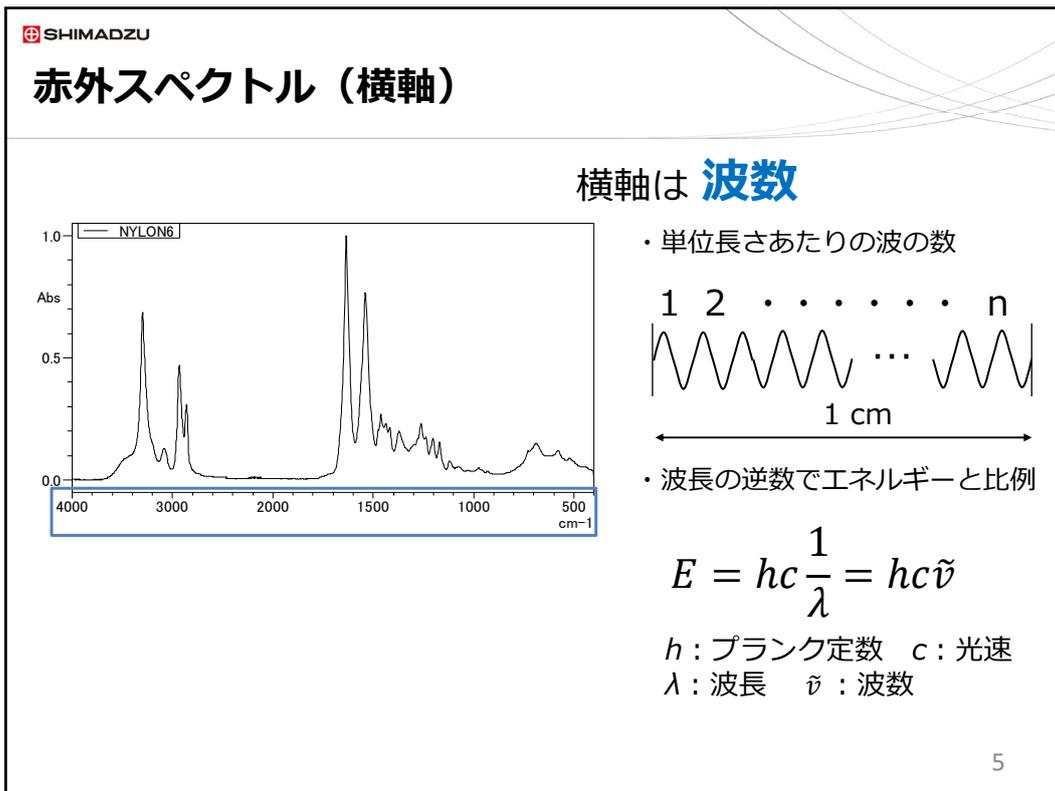
- CH₂ 逆対称伸縮振動 (ν_{as})
- CH₂ 対称伸縮振動 (ν_s)
- CH₂ はさみ振動 (δ)
- CH₂ 横ゆれ振動 (ω)

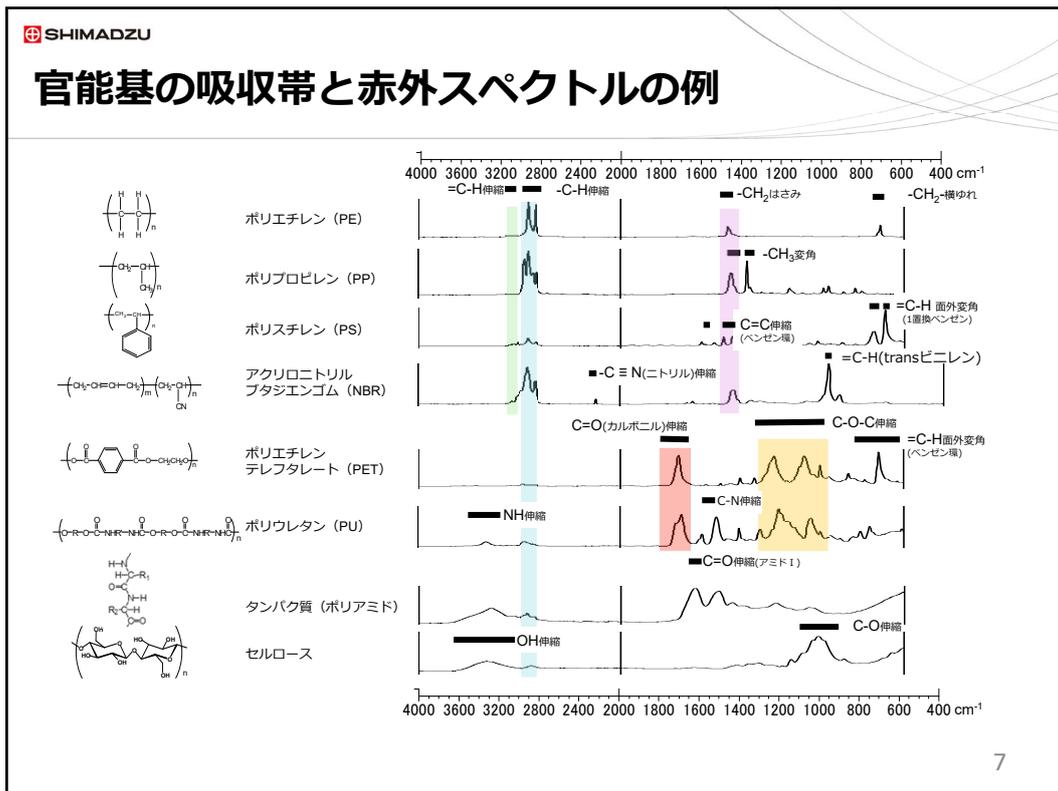
多原子分子(メチレン基の分子模型と基準振動)



- 対称伸縮振動 (ν_s)
- 逆対称伸縮振動 (ν_{as})
- 面内変角振動 (はさみ: δ) Scissoring
- 面内変角振動 (横ゆれ: ρ) Rocking
- 面外変角振動 (ひねり: τ) Twisting
- 面外変角振動 (縦ゆれ: ω) Wagging

4





SHIMADZU

装置構造・特長

● 装置構造

移動鏡
ビームスプリッター
固定鏡

● 分析対象

有機物と一部の無機物

プラスチック ゴム 油分
土壌 医薬品の原料 塗料 など…

● 測定手法

透過法、反射法、ATR法

ATR法による測定

拡大

固体 液体 粉体

分析時間が短い 1測定 数十秒～数分程度

分析対象が幅広い 多様なアクセサリ

定性分析が容易 豊富なデータベース

8

SHIMADZU

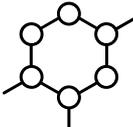
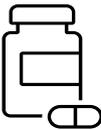
目次

- **赤外分光光度計とは**
 - FTIRで何がわかるのか
 - 官能基の吸収帯と赤外スペクトルの例
 - 装置構造・特長
- **良好なFTIRスペクトルを得るコツ**
 - 良好なスペクトルとは
 - KBr錠剤法
 - 液膜法
 - ATR法
 - 測定条件（積算回数、分解、波数範囲、水蒸気・二酸化炭素）
- **目的別ソリューション**
 - 紫外線硬化樹脂の反応追跡
 - 大気汚染に関わるガス種の測定
 - myo-イノシトールの確認試験（EP）
 - 洗浄液中の微量成分の定量
 - 微小異物の分析
- **お知らせ**

9

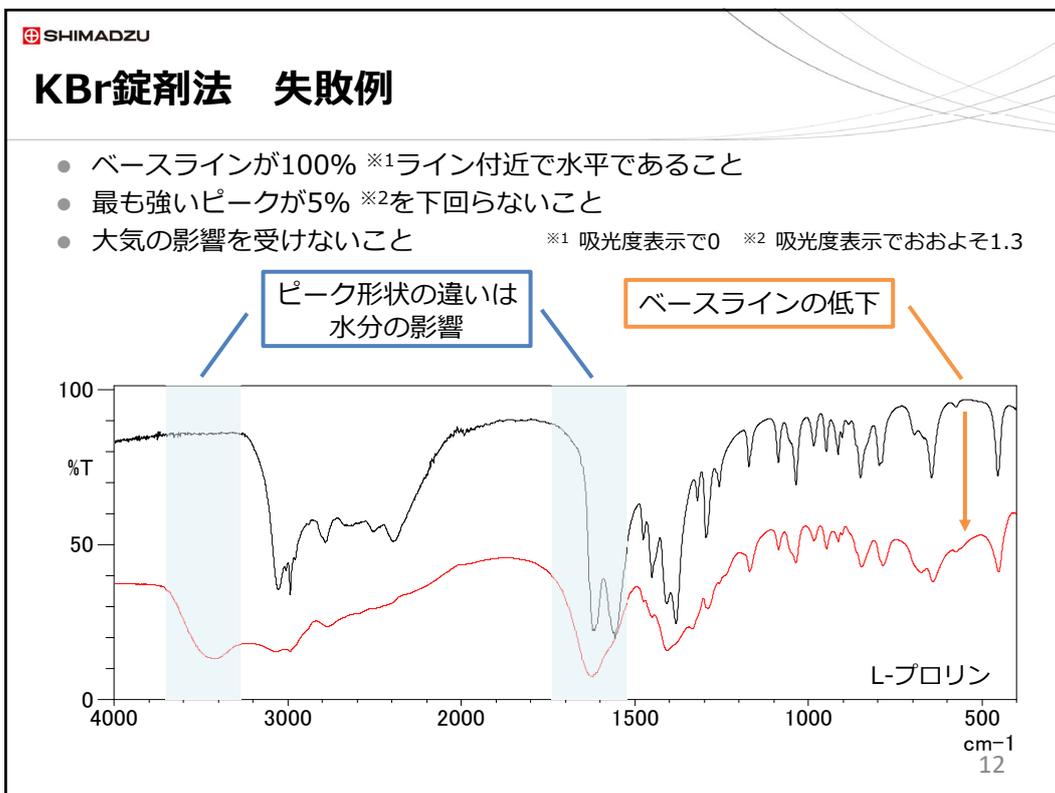
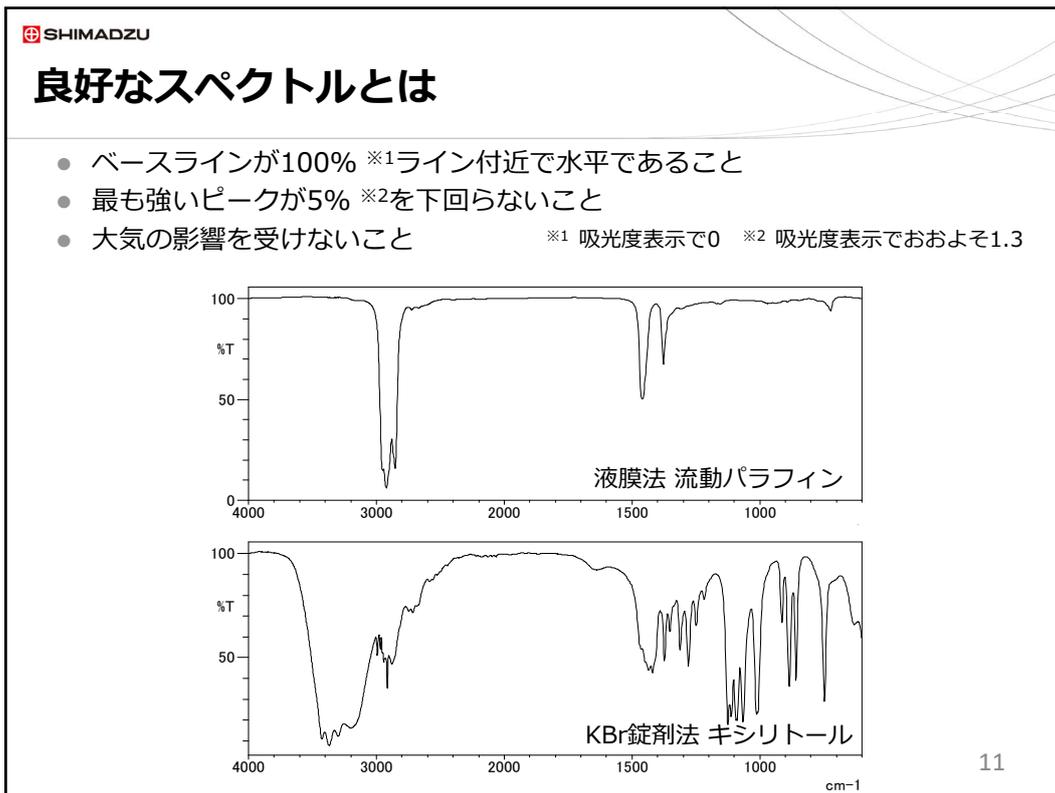
SHIMADZU

良好なスペクトルを取得すると…

			
分子構造解析	排ガス分析	医薬品の確認試験	異物分析
<div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 80px; margin: 0 auto;"> 微小な ピークの違い を検出可能 </div>	<div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 80px; margin: 0 auto;"> 定性/定量 分析も スムーズ </div>	<div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 80px; margin: 0 auto;"> 標準スペクトル との比較が スムーズ </div>	<div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 80px; margin: 0 auto;"> データベース との一致度 UP </div>

分析を効率よく進めることができます

10



SHIMADZU

KBr錠剤法 測定のコツ

試料

- シリカゲルなど乾燥剤の入った容器やデシケータに保管する

器具

- 錠剤成形器やメノウ乳鉢・乳棒、スパチュラをよく乾燥させる

錠剤成形

- 短時間で粉碎、成形する
- 希釈濃度は
KBr : 試料 = 100 : (0.5~) 1 ※目安

測定

- バックグラウンド測定には、KBrのみの錠剤を使用する



KBr結晶



メノウ乳鉢



錠剤成形用ミニ油圧プレスPixie

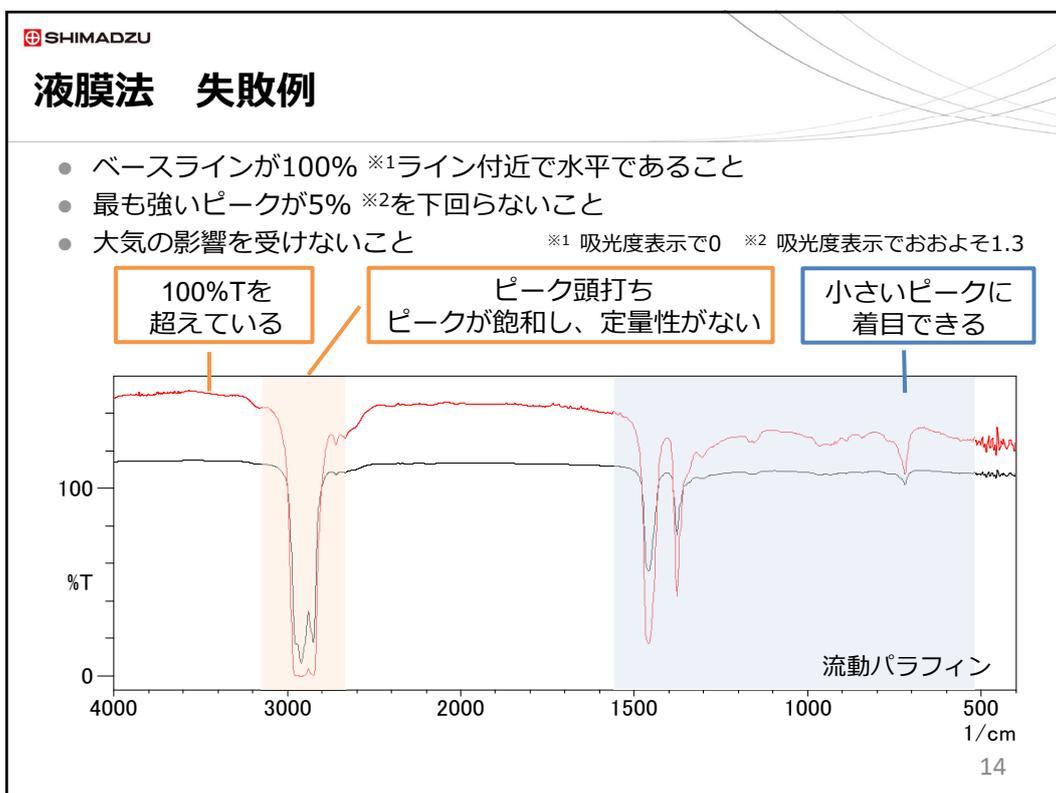


ミニハンドプレス

吸湿した場合の対処法

- ドライヤーや乾燥機を用いて錠剤を乾燥させる
※試料が熱などに安定な場合に限る
- 乾燥空気などで置換したドライボックスなどの中で錠剤成形を行う

13

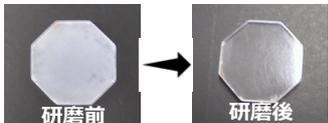


SHIMADZU

液膜法 測定のコツ

付属品
 組み立て
 測定

- 曇りのない窓板に交換する
- 曇った窓板を研磨する
※KRS-5など研磨不可の窓板もあり
- 液体セルの場合、試料の滴下量やスペーサで膜厚を調整
ネジの締め方でも膜厚が変わる
- バックグラウンド測定を
窓板1枚または2枚で行う



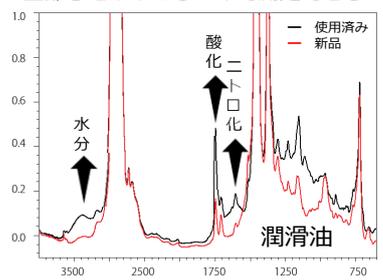
研磨前 → 研磨後



液体セル 固定セル



水平型液体透過測定装置 Pearl
 下部窓に試料を滴下し、上部窓をかぶせるだけで測定できる



水分 酸化 二酸化 潤滑油

— 使用済み
— 新品

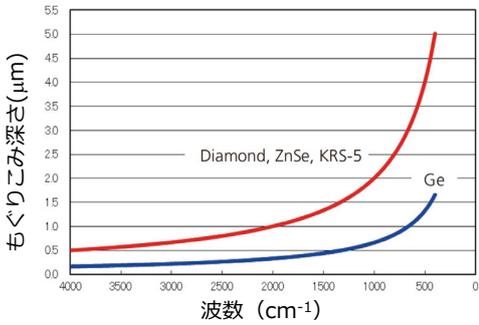
15

SHIMADZU

ATR法 測定のコツ

- ATR法は試料表面の分析を行う手法
- 試料とプリズムの密着性が重要

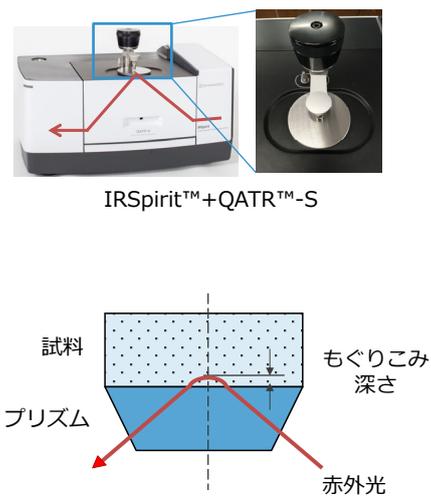
試料表面とは？



もぐりこみ深さ(μm)

波数 (cm⁻¹)

Diamond, ZnSe, KRS-5 Ge

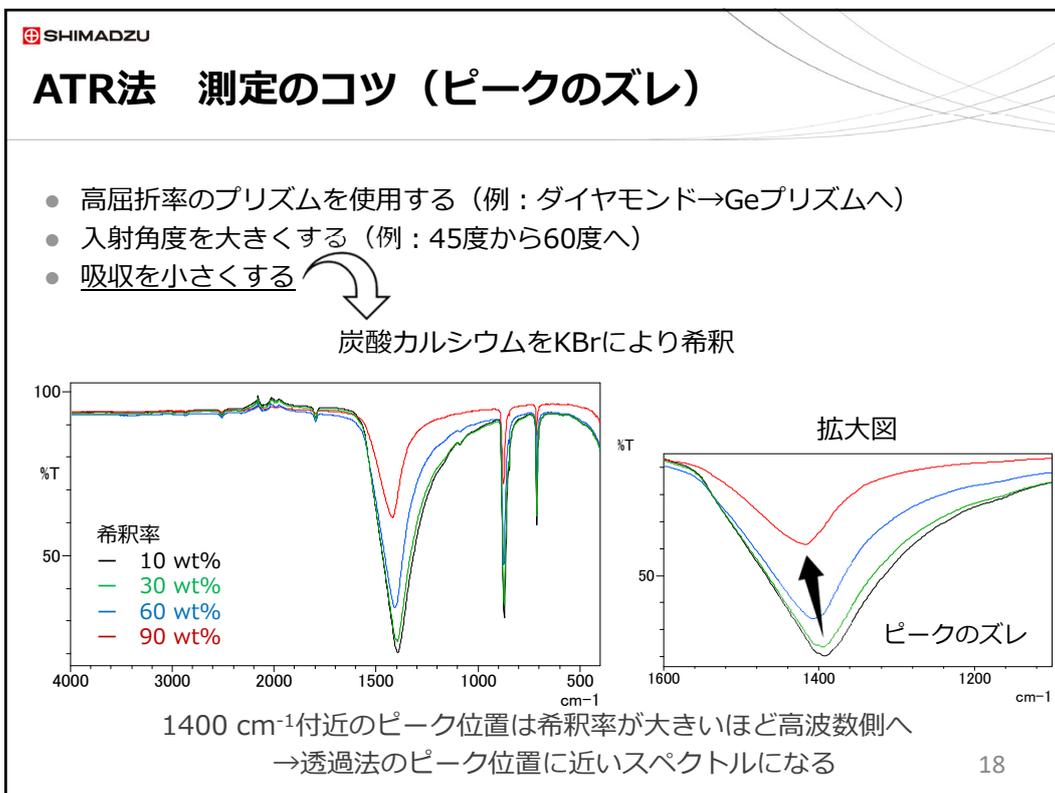
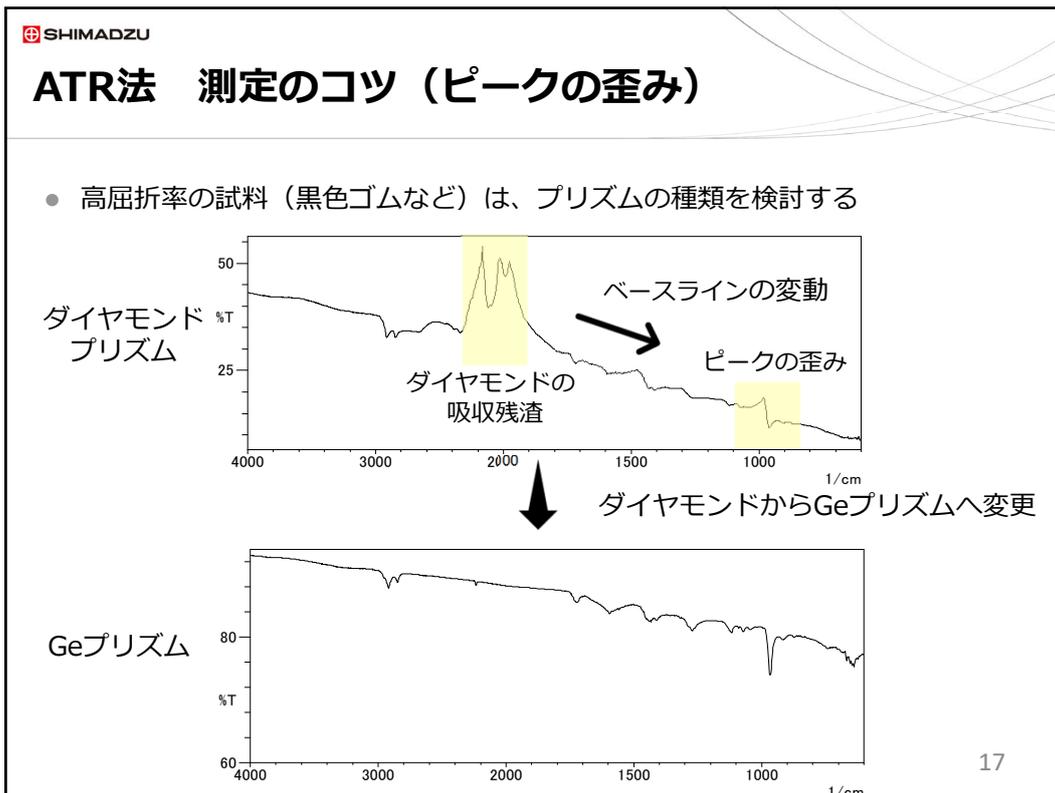


IRSpirit™+QATR™-S

試料 プリズム 赤外光 もぐりこみ深さ

- なるべくプリズム全体に試料を置く
- 試料とプリズムの密着性が悪い場合、試料の一部を切り出す or 細かく砕く

16

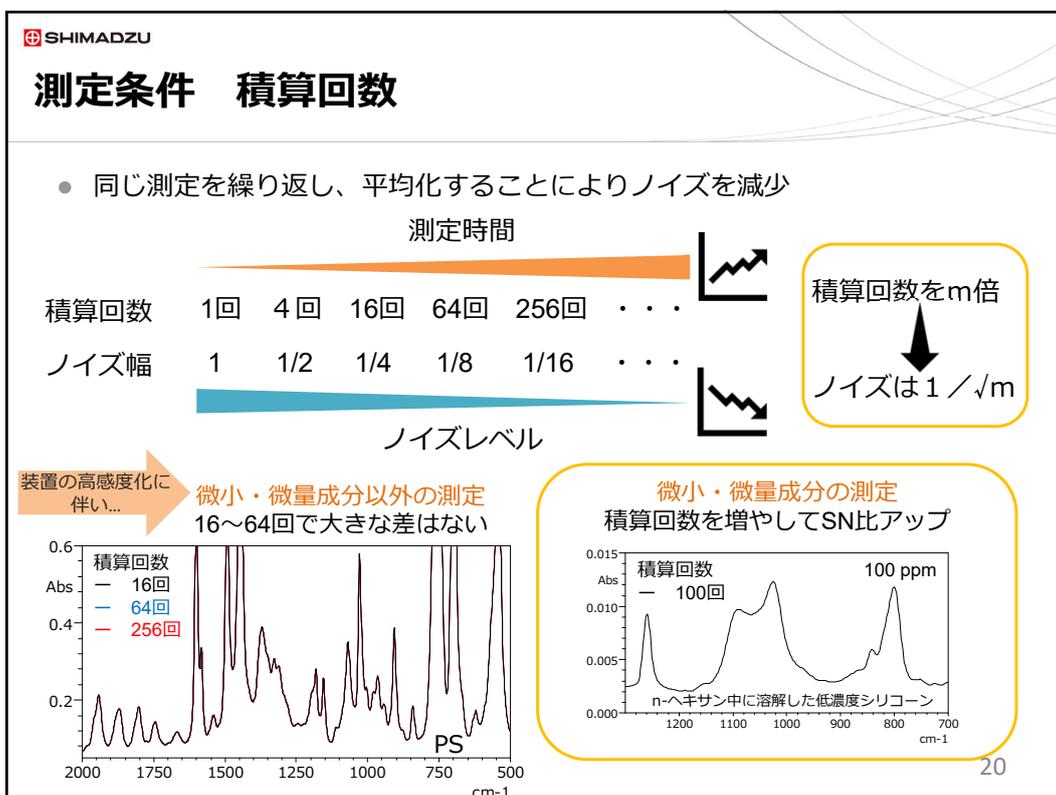


SHIMADZU

目次

- 赤外分光光度計とは
 - FTIRで何がわかるのか
 - 官能基の吸収帯と赤外スペクトルの例
 - 装置構造・特長
- 良好なFTIRスペクトルを得るコツ
 - 良好なスペクトルとは
 - KBr錠剤法
 - 液膜法
 - ATR法
 - 測定条件（積算回数、分解、波数範囲、水蒸気・二酸化炭素）
- 目的別ソリューション
 - 紫外線硬化樹脂の反応追跡
 - 大気汚染に関わるガス種の測定
 - myo-イノシトールの確認試験（EP）
 - 洗浄液中の微量成分の定量
 - 微小異物の分析
- お知らせ

19



SHIMADZU

測定条件 分解

- ほとんどの固体・液体試料では 分解 $2.0 - 4.0 \text{ cm}^{-1}$ 程度が最適

— 分解 2.0 cm^{-1}
— 分解 4.0 cm^{-1}

- 気体の各ピークを詳細に測定するには 分解 0.5 cm^{-1} 以下

— 分解 0.25 cm^{-1}
— 分解 0.5 cm^{-1}
— 分解 1.0 cm^{-1}

N_2O , 500 ppm, 10 cmガスセル

21

SHIMADZU

測定条件 波数範囲

- 使用する付属品により、測定領域が制限される
- パワースペクトルの値に注目する

S/N低下

エネルギー0付近 測定不可

ダイヤモンド

ZnSe

10
E
0

4000 3000 2000 1500 1000 500 cm^{-1}

中赤外領域

パワースペクトル
1回反射ATR測定装置 (ダイヤモンド/ZnSeプリズム) 使用

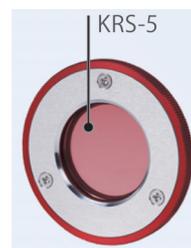
22

測定条件 波数範囲

- それぞれの材質ごとに透過領域や透過率が異なる
- パワースペクトルを測定して強度分布を確認する

代表的な赤外線透過材料の性質

材質	波数領域 (cm ⁻¹)	透過率 (%T)	厚み (mm)
フッ化カルシウム (CaF ₂)	5000 - 1100	95	3.6
臭化カリウム (KBr)	40000 - 340	90	5
塩化カリウム (KCl)	40000 - 500	90	10
塩化ナトリウム (NaCl)	50000 - 600	90	5
臭化タリウム、ヨウ化タリウム (KRS-5)	16600 - 250	70	2
ダイヤモンド タイプ II	40000 - 12.5	70	1
セレン化亜鉛 (ZnSe)	10000 - 500	65	1
ゲルマニウム (Ge)	5500 - 660	50	2



23

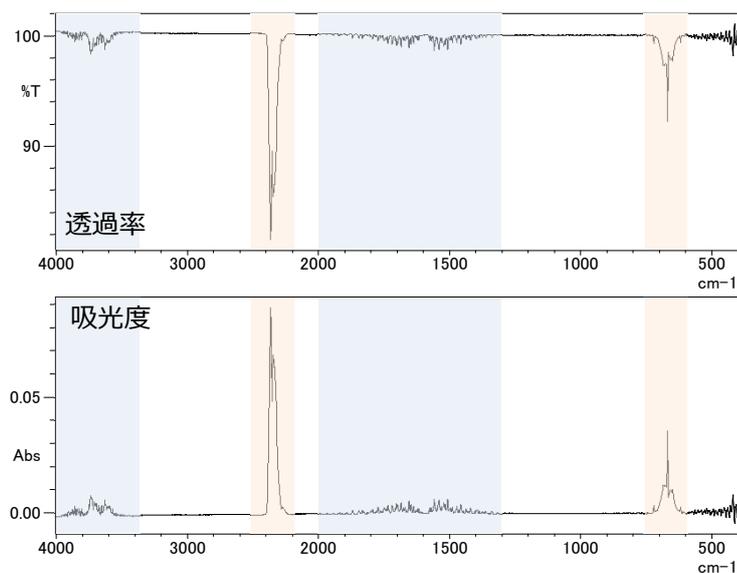
水蒸気・二酸化炭素の赤外スペクトル

水蒸気の吸収

- 4000-3400 cm⁻¹
- 2000-1300 cm⁻¹

二酸化炭素の吸収

- 2350 cm⁻¹
- 670 cm⁻¹



24

SHIMADZU

IR Pilot™で簡単に測定できます

IR Pilotを用いたFTIR分析の流れ

測定プログラムを選択 → Click! → バックグラウンド測定 → Click! → サンプル測定 → Click! → レポート作成

総数23個のアプリケーションをマクロ化し、標準搭載。
FTIRが不慣れな方でも分析目的と付属品を選択するだけで、
最適な測定条件を自動設定し、簡単に分析できます。

プラスチック分析に特化した
Plastic Analyzerメソッドパッケージ
に拡張可能です。

劣化した樹脂が別の物質か迷う 劣化状態を反映した定性が可能

Plastic Analyzer フーリエ変換赤外分光光度計
プラスチック分析システム
異物分析や劣化したマイクロプラスチック分析に効果を発揮

25

SHIMADZU

目次

- **赤外分光光度計とは**
 - FTIRで何がわかるのか
 - 官能基の吸収帯と赤外スペクトルの例
 - 装置構造・特長
- **良好なFTIRスペクトルを得るコツ**
 - 良好なスペクトルとは
 - KBr錠剤法
 - 液膜法
 - ATR法
 - 測定条件（積算回数、分解、波数範囲、水蒸気・二酸化炭素）
- **目的別ソリューション**
 - 紫外線硬化樹脂の反応追跡
 - 大気汚染に関わるガス種の測定
 - myo-イノシトールの確認試験（EP）
 - 洗浄液中の微量成分の定量
 - 微小異物の分析
- **お知らせ**

26

SHIMADZU

FTIRによる目的別ソリューション

FTIR

入射光 → **試料** Polyethylene(PE) $\left(\begin{array}{c} \text{H} & \text{H} \\ | & | \\ -\text{C} & - & \text{C}- \\ | & | \\ \text{H} & \text{H} \end{array} \right)_n$ → 透過光

官能基が振動する位置にピークが出る

CH₂ 逆対称伸縮振動
CH₂ 対称伸縮振動
CH₂ はさみ振動
CH₂ 横ゆれ振動

分子構造解析

高速測定で
化学反応追跡

排ガス分析

高分解測定で
分子の振動回転を取得

医薬品の確認試験

簡単測定で
作業者の負担軽減

異物分析

高感度測定と
豊富なサポート機能

27

SHIMADZU

IRXrossの特長

IR, Xross over

Performance x Operability

フーリエ変換赤外分光光度計
IRXross™

IRXrossは新たな赤外分光光度計の概念を創造します。
多様な用途が求められる新しい時代に、最適なソリューションを。

- 1. 様々なニーズを満たす卓越した性能**
S/N55,000:1というクラス最高レベルの低ノイズを実現
- 2. 簡単操作と解析を実現する独自機能**
IR Pilotによるeasy naviで誰でも簡単スタート
- 3. 安心した規制対応**
薬局方の測定波数範囲に対応した耐湿性窓板を選択可能

様々な分析目的に対応できるFTIR

28

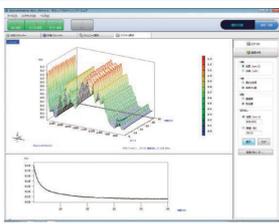
SHIMADZU

紫外線硬化樹脂の反応追跡

高速測定

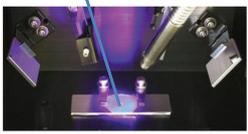


×



ラピッドスキャン測定

アクリレート系
紫外線硬化樹脂



紫外線照射の様子

分子構造

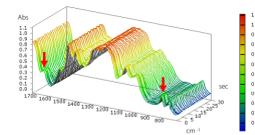
排ガス

医薬品

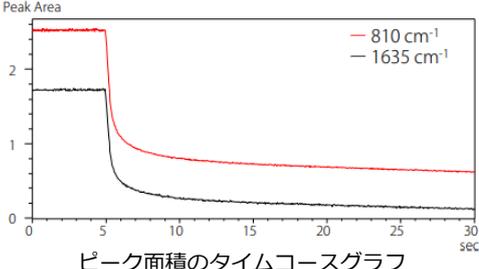
異物

~CH₂-CH· + CH₂=CH· → ~CH₂-CH-CH₂-CH·

ビニル基



- C=C伸縮振動 1635 cm⁻¹付近
- C-H面外変角振動 810 cm⁻¹付近



ピーク面積のタイムコースグラフ

1秒間に最大20回の測定できる高速測定で、
紫外線硬化におけるビニル基の減少を測定可能

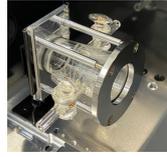
SHIMADZU

大気汚染に関わるガス種の測定

高分解測定



×



ガスセル

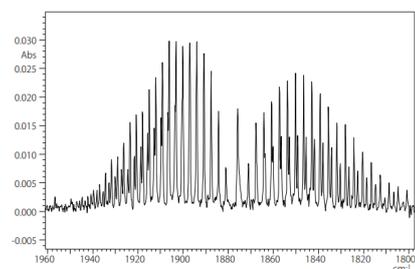
FTIRでは、
酸性雨の原因物質 (SO_x, NO_x)
温室効果ガス (CO₂, CH₄, N₂O)
の測定が可能

分子構造

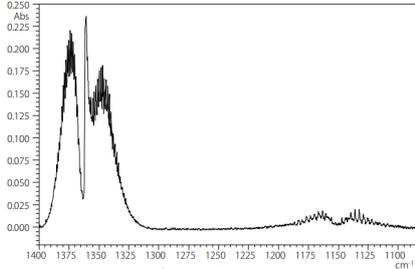
排ガス

医薬品

異物



NO, 2370 ppm, 5 cmガスセル



SO₂, 5000 ppm, 5 cmガスセル

高分解測定をすることで、低分子ガス特有の
振動回転スペクトルを正確に取得可能

SHIMADZU

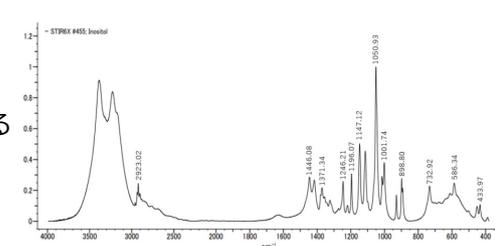
myo-イノシトールの確認試験 (EP)

簡単測定



IR Pilot

myo-イノシトールの確認試験 (EP10.6 Monographs 1805) 赤外分光法を用い、試験品と myo-イノシトールCRS (CAS登録番号: 87-89-8) の比較する

O[C@H]1O[C@@H](O)[C@H](O)[C@@H](O)[C@H]1O


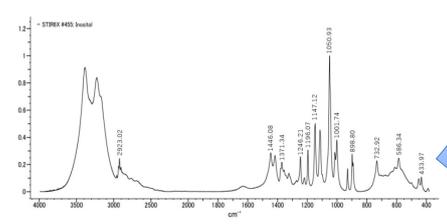
myo-イノシトール (CAS登録番号: 87-89-8) の赤外スペクトル (引用: 検索ソフトウェアKnowItAll Spectroscopyエディション)

分子構造
排ガス
医薬品
異物

31

SHIMADZU

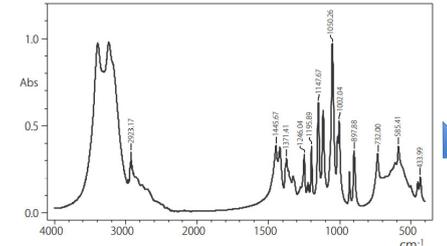
myo-イノシトールの確認試験 (EP)



myo-イノシトール (CAS登録番号: 87-89-8) の赤外スペクトル (引用: 検索ソフトウェアKnowItAll Spectroscopyエディション)



ピーク指定判定の条件設定画面



試験品の赤外スペクトル

合否判定+レポート出力

事前登録した判定条件に基づいて 測定直後に合否を判定し、作業者の負担軽減

分子構造
排ガス
医薬品
異物

32

SHIMADZU

IRXross耐湿性窓板のご紹介

IR, Xross over
Performance x Operability

IRXrossは新たな赤外分光光度計の概念を創造します。
多様な用途が求められる新しい時代に、最適なソリューションを。

High Performance Sensitivity for Countless Solutions

- 1. 様々なニーズを満たす卓越した性能**
S/N55,000:1というクラス最高レベルの低ノイズを実現
- 2. 簡単操作と解析を実現する独自機能**
Built-in Analytical Intelligence
IR Pilotによるeasy naviで誰でも簡単スタート
- 3. 安心した規制対応**
Complies Fully with Regulations
薬局方の測定波数範囲に対応した耐湿性窓板を選択可能



設置環境上限：～90 %RH
(ただし、温度30度まで結露なきこと)

波数範囲：7800 ～ 350 cm⁻¹

↓

高温環境でも
薬局方の波数範囲 (4000 ～ 400 cm⁻¹)
を満たした測定を実現

33

SHIMADZU

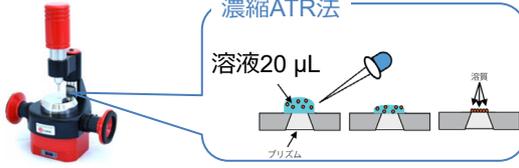
洗浄液中の微量成分定量

高感度測定



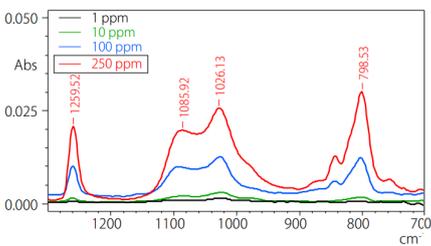
×

濃縮ATR法



溶液20 µL

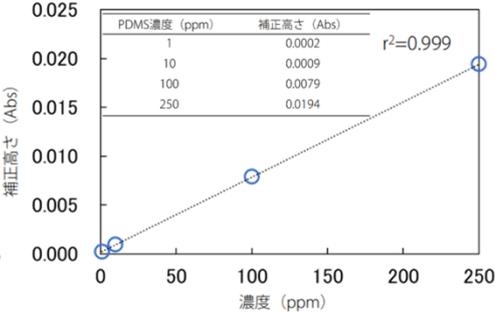
MicromATR (9回反射ATR)



n-ヘキサンに溶解させた
PDMS (1～250 ppm) のスペクトル

PDMS濃度 (ppm)	補正高さ (Abs)
1	0.0002
10	0.0009
100	0.0079
250	0.0194

r²=0.999



1260 cm⁻¹の補正高さから求めた検量線

洗剤中の非常に微量なPDMSも定量可能

分子構造

排ガス

医薬品

異物

34

SHIMADZU

ろ紙上の微小異物測定

微小部測定

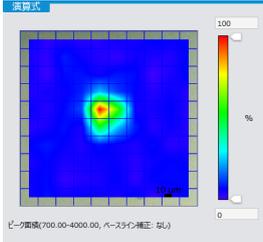


安定した移動鏡と
即応性に優れたMCT検出器により
約60秒で100箇所
高速マッピング測定可能

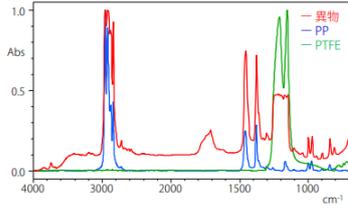
AIM-9000



ろ紙上の異物の外観



□ 250 μmのケミカルイメージ



— 異物
— PP
— PTFE

分子構造
排ガス
医薬品
異物

明視野画像で判断の難しい正確な試料位置を
高速マッピングで把握可能

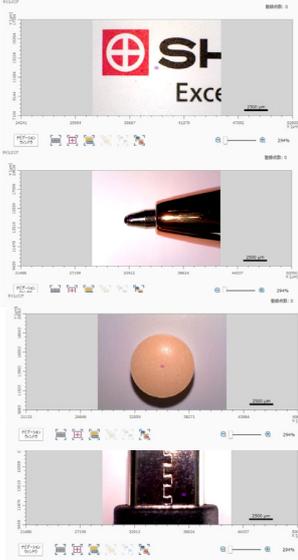
35

SHIMADZU

AIM-9000 広視野カメラの利点



広視野カメラ
目視サイズ（10×13 mm）の視野で観察が可能。
最大5倍（2.0×2.6 mm）のズーム機能も
備えている。
顕微カメラと切り替えても視野がずれない。



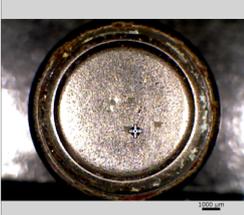
分子構造
排ガス
医薬品
異物

異物箇所を目印を付いたり、
狭い視野で探しまわる負担を軽減

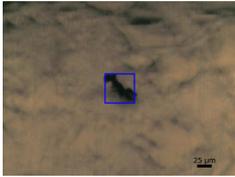
36

SHIMADZU

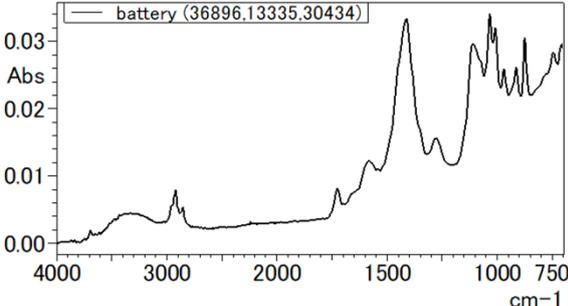
黒色異物の顕微ATR測定



広視野カメラ像



顕微カメラ像



battery (36896.13335.30434)



分子構造



排ガス



医薬品



異物

➔

短辺20 μm程度の微小異物でも顕微ATR測定が可能

37

SHIMADZU

異物ライブラリ

異物ライブラリ リスト (抜粋)				
名称	FTIR 定性分析結果	詳細情報		EDX分析から分かる金属成分
		EDX 定量分析結果より主要元素	色/形状/硬さ/金属光沢	
083 水道メーター 1 外側	アクリル樹脂	S,Zn	色:黒 形状:円盤状 硬さ:柔らかい 金属光沢:無	
084 水道メーター 1 内側	アクリル樹脂	S,Zn	色:黒 形状:円盤状 硬さ:柔らかい 金属光沢:無	
087 水道管内部の寸法測定用 1	ポリスチレン (PS)	Cl	色:茶 形状:薄板 硬さ:柔らかい 金属光沢:無	
088 防錆剤	有機酸 (PVA)	Si, Ca, Ti, Mg	色:灰 形状:薄板 硬さ:柔らかい 金属光沢:無	
107 コーティング剤	有機酸	Si, Mg, Fe, Cl	色:黒 形状:薄板 硬さ:柔らかい 金属光沢:無	
139 3H	有機酸	1%未満	色:白/黒 形状:円盤状 硬さ:柔らかい 金属光沢:無	
091 3H-1	炭酸カルシウム (CaCO3)	Ca	色:茶 形状:球状 硬さ:柔らかい 金属光沢:無	
186 処理灰	炭酸カルシウム	Si, Ca, P, Fe, Al, Mg, K, Ti, Zn, Ba	色:茶 形状:球状 硬さ:柔らかい 金属光沢:無	
316 鉄びき	水酸化鉄 (III) (Fe(OH)3)	Fe, Si, S	色:茶 形状:球状 硬さ:硬い 金属光沢:無	鉄
356 輪ゴム	天然ゴム	1%未満	色:黒 形状:円盤状 硬さ:柔らかい 金属光沢:無	
386 1/2寸 製油用の塊	ポリスチレン (PS)	1%未満	色:黒 形状:塊状 硬さ:柔らかい 金属光沢:無	
412 繊維の塊	繊維	1%未満	色:白 形状:塊状 硬さ:硬い 金属光沢:無	
428 3/2寸 塊	ポリスチレン	Cl, Na	色:茶 形状:塊状 硬さ:硬い 金属光沢:無	
342 原料植物表皮 1	植物表皮	Cl, Na	色:茶 形状:塊状 硬さ:柔らかい 金属光沢:無	
362 骨片 白	骨片	Ca, P, S	色:白 形状:塊状 硬さ:硬い 金属光沢:無	
402 爪片	爪	S	色:白 形状:塊状 硬さ:硬い 金属光沢:無	
370 小石 1	石	Si, Al, Fe, K, Ti, Mg, Na	色:黒 形状:塊状 硬さ:硬い 金属光沢:無	
404 鉄製針金	針金	Fe, P	色:黒 形状:塊状 硬さ:硬い 金属光沢:無	
454 1/2寸 鋼 1	不明 (金属表面付着物)	Fe, Cr, Ni, Mn	色:黒 形状:塊状 硬さ:硬い 金属光沢:有	鉄

➔

実際に異物として捕集された試料 (水道事業者および食品メーカーご提供) と市販されている水道保守部品を、FTIRおよびEDXで測定したデータで構成される島津製作所独自のライブラリです。



分子構造



排ガス



医薬品

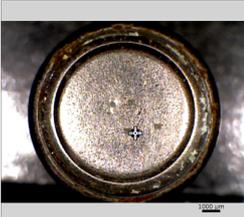


異物

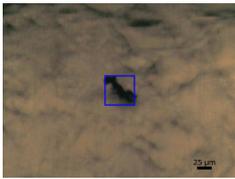
38

SHIMADZU

黒色異物の顕微ATR測定

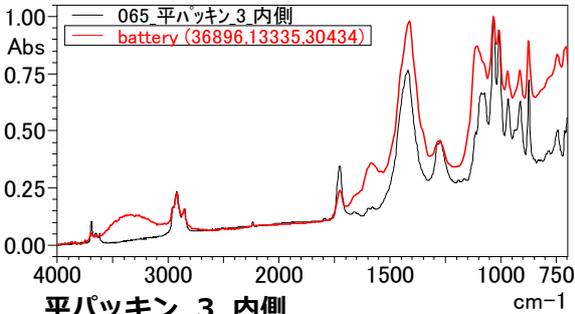


広視野カメラ像



顕微カメラ像

異物ライブラリ検索結果



065_平パッキン_3_内側
battery (36896.13335.30434)

平パッキン_3_内側
材質 アクリロニトリル-ブタジエンゴム(NBR)
炭酸カルシウム(CaCO₃)
フタル酸エステル
含水ケイ酸アルミニウム(KAOLIN)
主要元素 Ca,Si,Cl,Al,S 色 黒 形状 ゴムリング
硬さ 柔らかい 金属光沢 無 測定法 ATR(Ge)



分子構造



排ガス



医薬品



異物

ライブラリに含まれている情報が豊富！
(FTIR定性分析結果、主要元素、色/形状/硬さ/金属光沢の有無/測定法)

39

SHIMADZU

まとめ

- 良好なスペクトルを得るための測定のコツや失敗例をご紹介しました
- FTIR分析の最適な測定条件をご紹介しました
- 良好なスペクトルを得ることで、分析を効率よく進めることができます
- FTIRは、分子構造解析・排ガス分析・医薬品の確認試験・異物分析など様々な目的で活用できる分析装置です
- 微小異物分析においては、異物を探す負担を軽減する広視野カメラと、実異物を豊富に収録した異物ライブラリが便利です

40

SHIMADZU

EDX-FTIR統合解析ソフトウェア

無機物／有機物の統合解析

EDX-FTIR統合解析ソフトウェア EDXIR-Analysis

NEW EDX-7200 **NEW** IRXcross

- 無機系と有機系材料を一括して解析、複雑な混入異物の同定解析にも最適
- サイレントチェンジ対策を強力にサポート、正規品と検査品の一致度を数値化

41

SHIMADZU

EDX-FTIR統合解析ソフトウェア

EDX

有機物と無機物(金属)では
Rh(ロジウム)散乱線に
大きな違いがある

FTIR

CH基由来のピーク
(3000 cm⁻¹前後)があれば
有機物と予想できる

[cps/uA] Al-U

1H~9F 有機物
12Mg~14Si 軽金属
22Ti~92U 重金属

コンプトン散乱線(非弾性散乱)
電子と衝突してエネルギーを失う

レイリー散乱線(弾性散乱)
散乱前後のエネルギーが同じ

[keV]

- PET (blue), PE (red), Mg (green), Al (cyan)
- Si (pink), Ti (dark red), Fe (dark green), Ni (dark blue)

Abs

4000 3000 2000 1500 1000 1/cm

NBR

42



TALK LETTER、YouTube



FTIR TALK LETTER
Vol. 38
April 2022



IRXrossによる極微量シリコンオイルの高感度測定



島津製作所分析計測機器
YouTubeチャンネルで
分析アプリケーションを紹介！



https://youtu.be/Y1gtkBu_If4



https://youtu.be/r6RXAFDKFrg

Website :

<https://solutions.shimadzu.co.jp/index.html>

<http://www.an.shimadzu.co.jp/ftir/support/lib/ftirtalk/ftirtalk.htm>

43



ご清聴ありがとうございました

IRSpirit、QATR、IR Pilot、および IRXross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。

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標です。なお、本発表中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。