

観察型ATR「GladiATR Vision」と ポータブルFT-IR「Nicolet iS5」を用いた 簡易微小異物分析

サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社

キーワード

FT-IR、ATRアクセサリ、微小異物、多成分同時検索

はじめに

観察型ダイヤモンドATR (GladiATR Vision) は、微小サンプル (50 μm ~) を可視観察と同時に測定が出来るアクセサリです。異物分析と言えば赤外顕微鏡を使って分析するのが一般的な手法ですが、このアクセサリを使えば表面に露出している異物であれば、顕微鏡がなくてもサンプリングをすることもなく迅速に分析することが出来ます。また、微小サンプルでも液晶画面で確認しながら正確な位置で測定することが可能です。Thermo Scientific™ Nicolet™ iS™ 5 FT-IRはコンパクトで軽量、頑丈なため、持ち運びや、小さなスペースでも安定して使用することが可能です。この2つを組み合わせることで、簡易的な異物分析を行うことが出来ます。さらに多成分同時検索ソフトウェア Thermo Scientific™ OMNIC™ Specta™ を使うと、簡単な操作で混合物中の各成分や微量の不純物を自動で識別、同定することが出来るため、異物のスペクトル解析を強力にサポートします。

観察型ATR「GladiATR Vision」

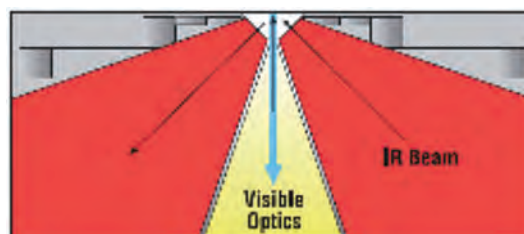
主要スペック

- ・ クリスタルサイズ: 2.2 × 3.0 mm
- ・ 測定波数領域: 4,000 - 30 cm⁻¹
- ・ 最大圧力: 30,000 psi
- ・ カメラ倍率: 110倍
- ・ 観察エリア: 770 × 590 μm
- ・ ディスプレイ: 4インチカラーLCD
- ・ USBでPCへ画像取込可能

図1: 観察型ダイヤモンドATR「GladiATR Vision」
(PIKE社)



図2: GladiATR Visionの光学系



ATRクリスタルに単結晶ダイヤモンドを使用しているため、明瞭なカラー画像が得られます。また、サンプルを110倍に拡大して観察することが出来るため、微小サンプルでも液晶画面で確認しながら正確な位置で測定することが可能です。

コンパクトFT-IR [Nicolet iS5]

主要スペック

- ・ 測定波数領域: 7,800 - 350 cm⁻¹
- ・ 最高分解能: 0.8 cm⁻¹
- ・ DLaTGS検出器
- ・ 乾燥機密構造
- ・ SPV機能
- ・ マグネシウム合金ボディ
- ・ USB2.0インターフェイス
- ・ データステーション
- ・ OMNIC Liteソフトウェア
- ・ Ever-Glo光源
- ・ KBr/Geビームスプリッター

Nicolet iS5 FT-IRはノートPCと同程度の面積、重量10kgのコンパクトで軽量のFT-IRです。持ち運びや、小さなスペースでも安定して使用することが可能です。マグネシウム合金ボディで堅牢なため、どんな場所でも使うことができます。また、セルフチェック機能やシンプルなオペレーションのため、初心者の方にも使い易くなっています。

図3: Nicolet FT-IR iS5



多成分同時検索ソフトウェア OMNIC Spectra

従来、赤外スペクトルのライブラリ検索では混合物を検索することは出来ませんでした。混合物を検索する場合には、まず一致度の高い領域を確認し差スペクトルを計算しその後また領域を指定して検索を繰り返す、というような数多くの工程があり、スペクトルの帰属や試料の知識など経験が必要でした。しかし、新しく開発されたOMNIC Spectraの多成分同時検索機能を用いると、従来の工程をソフトが自動で行うため未知物質の混合物の構成成分を1度のライブラリ検索で把握することが出来ます。また、割合比も求めるため半定量的な利用もできます。さらにPC内のスペクトルデータを自動で読み出し、必要なスペクトルを即時に呼び出すことが可能です。測定したスペクトルをユーザーライブラリとして簡単に登録することも出来ます。

簡易微小異物分析事例

観察型ダイヤモンドATR [GladiATR Vision] と、コンパクトFT-IR [Nicolet iS5 FT-IR] を組み合わせた、簡易的な微小異物の分析事例をいくつか紹介します。

分析例1: 液晶パネルの微小異物

液晶パネルに白色の異物(100 μm程度)が発生したことにより、外観不良が起きています。この異物を実体顕微鏡下でサンプリングし、ATRクリスタルに載せて測定しました。

図4: 外観不良が生じた液晶パネル



図5: 異物の顕微鏡観察画像

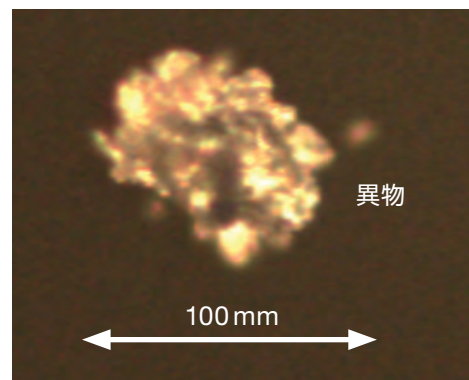


図6: 異物のGladiATR観察画像

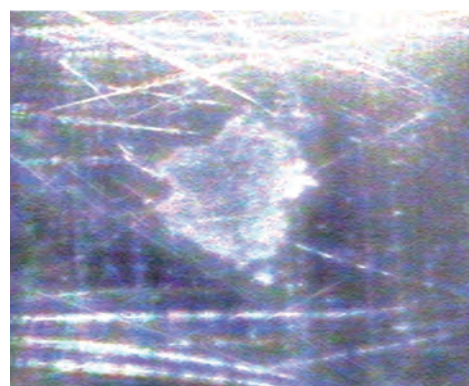
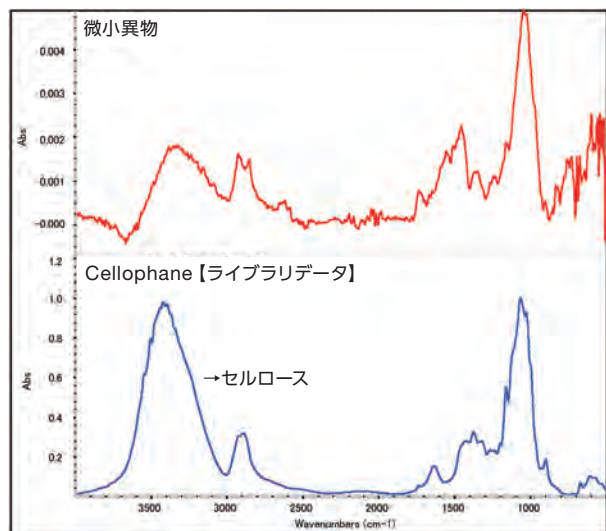


図7: 微小異物のスペクトル (上段)と、ライブラリデータ



微小異物を測定すると、図7の赤のスペクトルが得られ、ライブラリ検索の結果、微小異物はセルロースであることがわかりました。このように、100 μm 以下の微小異物であっても、観察画面で確認しながらクリスタルの中心に置いて測定が可能のため、スペクトルの取得が可能です。

分析例2: 圧電素子周囲ゴムの微小異物

圧電素子周囲のゴムに透明の異物が発生したことにより、接触不良が起きていました。この異物を GladiATR で異物部分を観察画面で確認しながら測定しました。

異物の定性には OMNIC Spectra の不純物サーチを用いました。異物部分のスペクトルは正常部 (シリコーンゴム) のピークを含んでいたため、正常部のスペクトルを既知成分として登録し、不純物成分数を2成分と指定して検索したところ、異物 (不純物) はエポキシとパラフィンであることがわかりました。

図8: 接触不良が生じたゴム

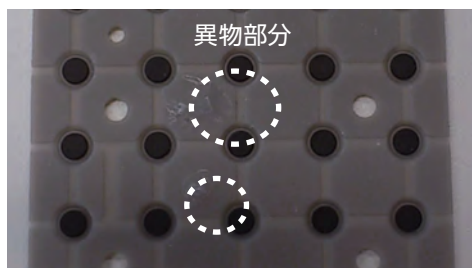
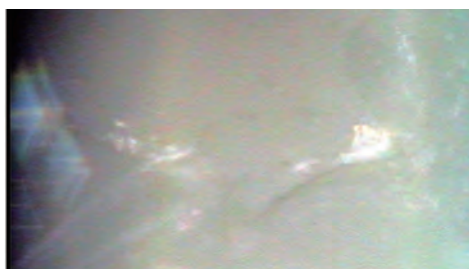


図9: GladiATR観察画像



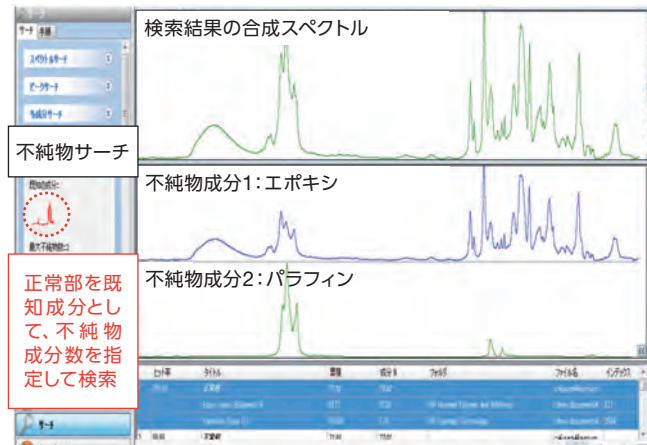
まとめ

観察型ダイヤモンドATRアクセサリ「GladiATR Vision」は観察と同時に測定することが可能です。そのため100 μm 以下の異物でもクリスタルの中心に置くことが出来、測定できることがわかりました。また、液晶画面で測定箇所を確認出来るため、正確な位置での測定が可能です。

また、コンパクトFT-IR「Nicolet iS5 FT-IR」と多成分同時検索ソフト「OMNIC Spectra」を使用すると、異物等の混合物のスペクトル解釈において、時間短縮はもちろん、簡単な操作で定性精度を向上させることが出来ます。

これらを組み合わせることで、異物分析を強力にサポートします。

図10: OMNIC Spectra 解析画面



©2012 Thermo Fisher Scientific Inc. All rights reserved.

- ここに記載されている商品名は、米国 Thermo Fisher Scientific およびその他の国における登録商標または商標です。
- ここに記載されている会社名、製品名は各社の登録商標または商標です。
- ここに記載の内容は、改善のために予告なく変更することがあります。
- ここに記載されている製品は研究用機器であり、医療機器ではありません。

サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社

☎ 0120-753-670 FAX 0120-753-671

〒221-0022 横浜市神奈川区守屋町3-9 C棟2F

〒532-0011 大阪市淀川区西中島6-3-14 DNX新大阪ビル

E-mail: analyze.jp@thermofisher.com

www.thermoscientific.com (グローバル)

www.thermoscientific.jp (日本)

Thermo
SCIENTIFIC

Part of Thermo Fisher Scientific