

【技術資料】異物分析 イメージング FTIR によるケミカルマッピング

概要

異物混入によるトラブルを最小限に抑制する為には、異物の混入経路を探索し、混入原因を断つことが大切です。混入経路探索のヒントは、多くの場合、異物分析を行う事により得る事が出来ます。

一般的に、有機系の異物は FTIR 分析で、無機系の異物は元素分析で、多くの情報を得る事ができ、弊社でも多くの実績があります。今回、異物の FTIR 分析にマッピング機能を加える事により、従来は見過ごされてしまった恐れがある情報をピックアップできた事例をご紹介します。

分析事例

導入した FTIR 装置は XY ステージによる移動に加え、IR 走査、多チャンネル検出器により、幅広いケミカルマッピング機能を搭載しています(数十 mm~数 μ m)(図 1)。今回はポリエチレンフィルムについて 500 μ m 角を 20 μ m ドットで 625 ドットスキャンした事例をご紹介します。

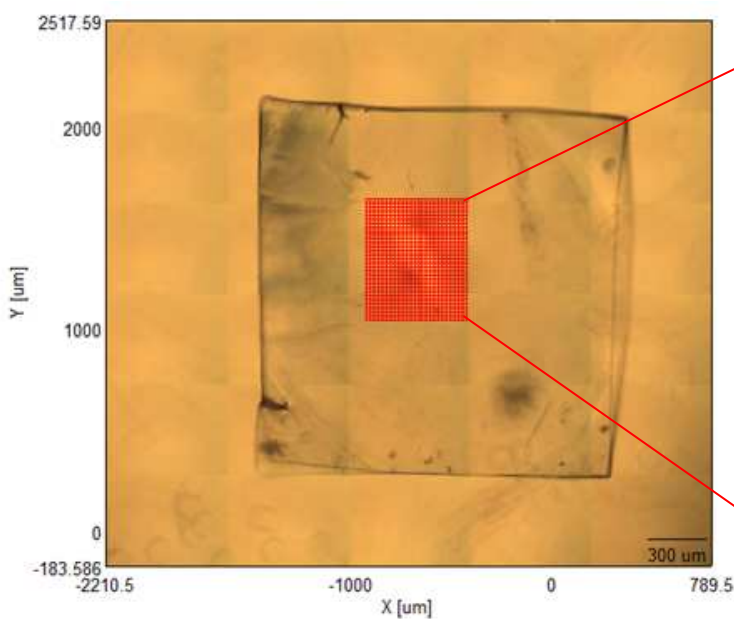
装置名 : FT/IR-6600/IRT-7200 型(日本分光製)
スペック : 透過、反射、ATR、顕微透過、顕微 ATR
マッピング機能 自動ステージ
スマートマッピング
リニアアレイ MCT
最小ドット: 2.2 μ m(顕微 ATR)



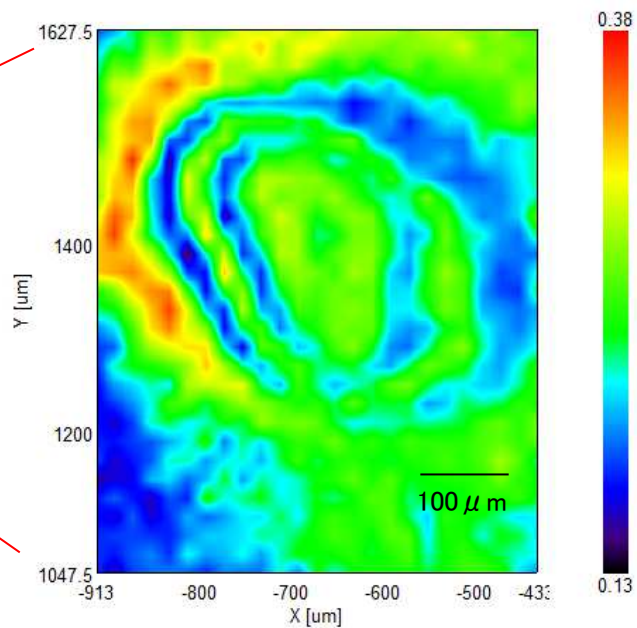
【図 1】FTIR 装置外観

ポリエチレンフィルムには凹凸はないものの、若干透明度が異なる部分(異物)が存在していました。(図 2)。異物部と正常部のスペクトルの比較を図 4 に示します。いずれも、ポリエチレンに特徴的なスペクトルで、明確な差がありません。しかし、詳細にみると、 1377 cm^{-1} と 1355 cm^{-1} の吸光度が若干異なっていました。この程度の差であれば、FTIR 測定のパラツキの可能性もあります。そこで、二つの吸光度比(A_{1377}/A_{1355})を取り、ケミカルマッピングを行いました(図 3)。その結果、異常部およびその周辺で吸光度比が大きくなっている事が分かりました。 1377 cm^{-1} は末端メチルに、 1355 cm^{-1} はエチルに帰属される事から、正常部よりも密度が低いポリエチレン(LDPE)が混入した、と結論しました。また、目視では異常部周辺と正常部との違いは判別できません。しかし、ケミカルマッピングを行う事により、光学像では明瞭でなかった混入部全体の形状を明らかにすることが出来ました。

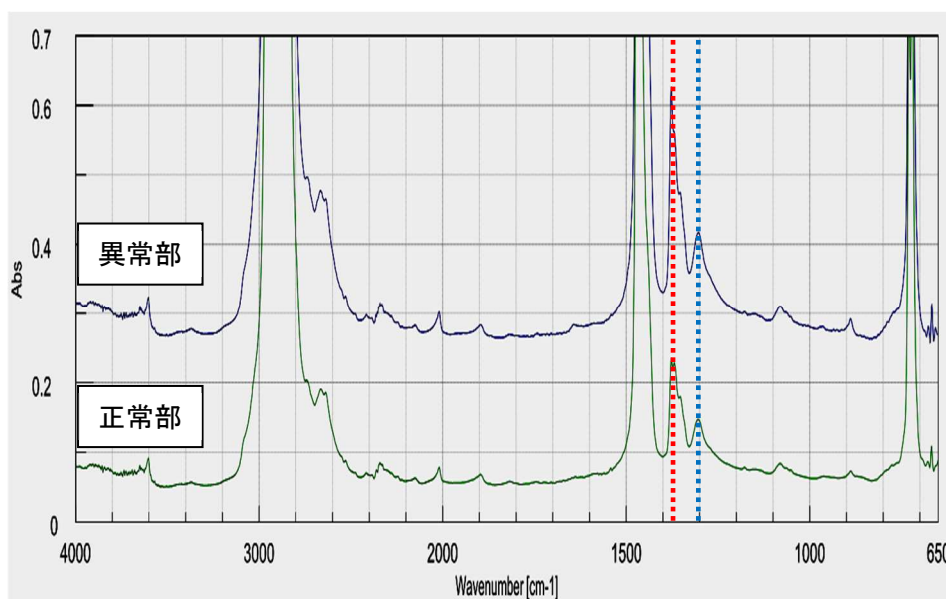
このように、マッピング計測は周辺に埋もれてしまいがちな微小な差が目的物と関連している事を簡便に評価する事が出来ます。



【図 2】光学写真
赤格子部分がマッピング領域
格子部分中央に異物がある。



【図 3】マッピング (A_{1377}/A_{1355})
異物及び周辺で吸光度比が大きい。



【図 4】FTIR
異常部(上)と正常部(下)の比較。
1377 cm⁻¹(赤)と 1355 cm⁻¹(青)の吸光度が異なる。

適用分野：異物分析

材料キーワード：組成、相構造、層構造、フィルム、シート、PE、HDPE、LDPE