

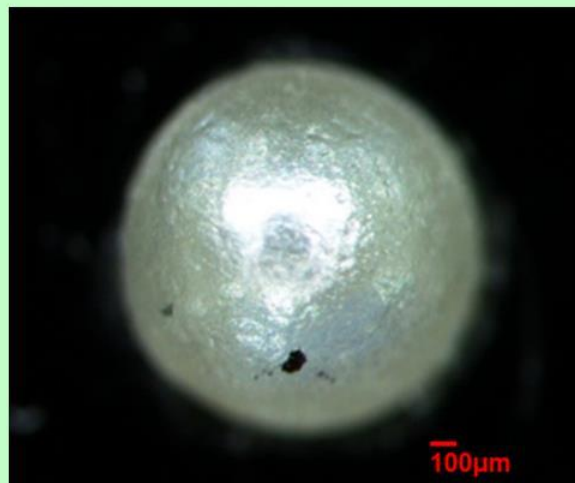
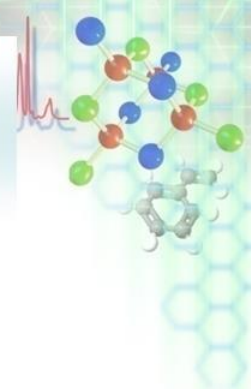
サンプル形状からひも解く前処理手法

～顕微分光分析全般に役立つ

試料の固定・保持の手法～



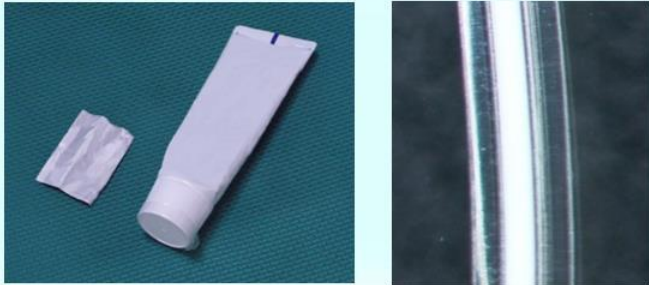
こんなサンプルどうやって固定しますか??



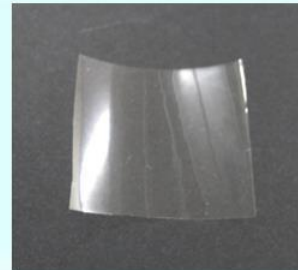
サンプルの固定・保持方法お教えします!!

測定対象となるサンプル

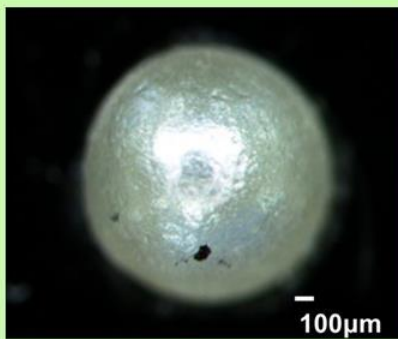
- ・多層膜フィルム(各層の定性)



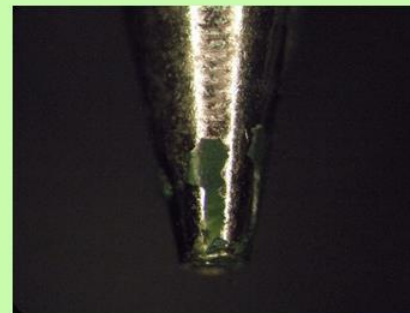
- ・多層フィルム(膜厚測定)



- ・微小な球体上の異物



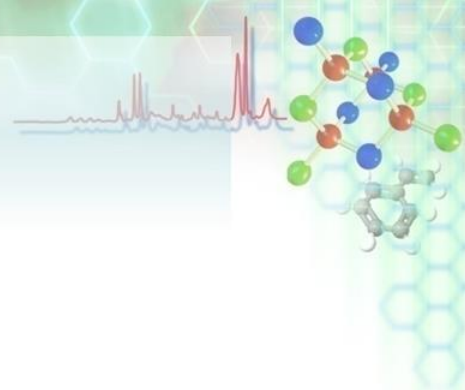
- ・金属上異物



- ・断面を切り出した医薬品錠剤



本日のコンテンツ



①多層フィルム各層の成分分析
切片測定時の保持方法

②多層フィルムの膜厚測定
多層フィルムの膜厚測定におけるサンプルの固定法
裏面反射除去

③微小な球体上の異物の同定
転がるサンプルの簡易的な固定法

④金属上異物の同定
傾斜面の測定におけるサンプル固定法

⑤断面を切り出した医薬品錠剤のマッピング測定
錠剤断面測定時のサンプル保持方法

多層フィルム(歯磨き粉チューブ)切片作成



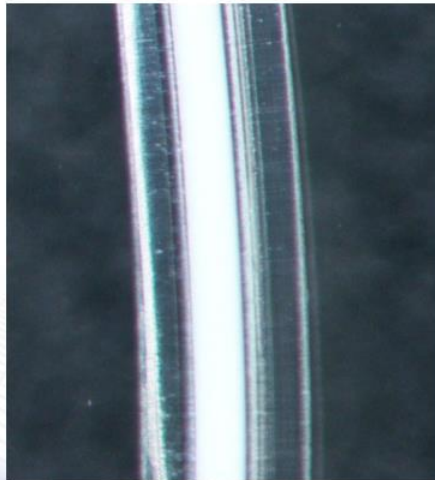
歯磨き粉チューブ



HW-1型 角度可変スライサー



実体顕微鏡下で切片を作成



切片観察画像

・スライサーにより切片を作成



赤外分光法により各層の定性分析

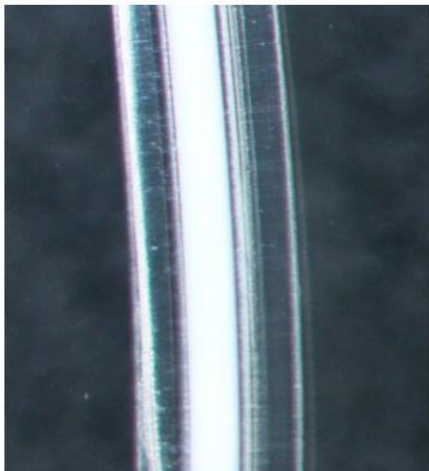
- ・加圧成型して良い場合⇒**KBrプレート法**
- ・そのままの状態測定する場合⇒**ATR法**

ATR法で測定する場合のサンプル固定法は？

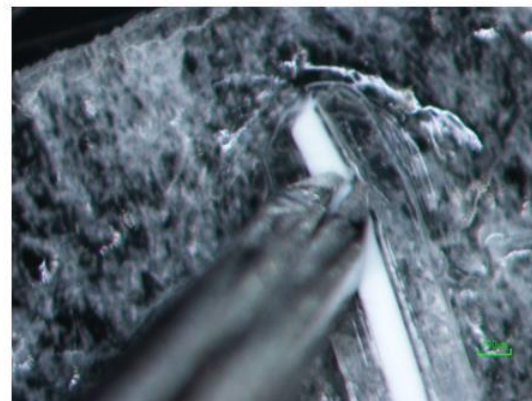
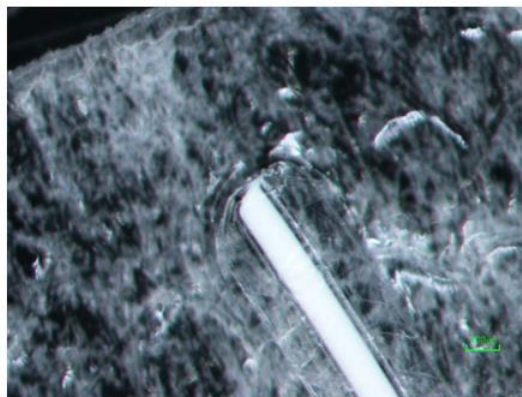
赤外顕微ATR測定における試料の固定方法



切片観察画像



両面テープで固定した場合

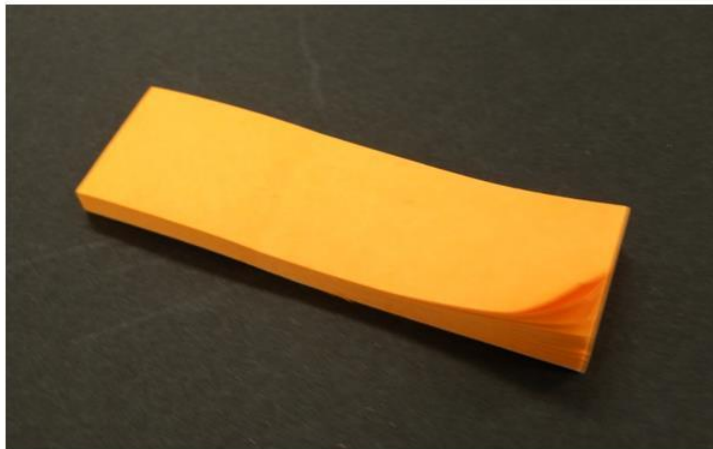


- ・ 接着剤の厚みがあり、ATRで押し付けた際に埋もれてしまう
- ・ 粘着力が強いため回収する際に試料破損の恐れあり
- ・ 両面テープの上では透明な層を観察しづらい

付箋の粘着面や弱粘着性のりを用いて固定



付箋



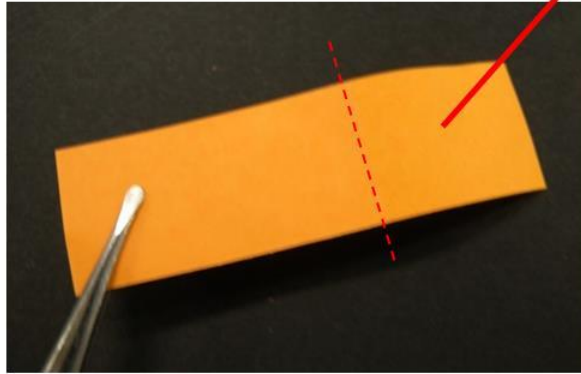
弱粘着性のり



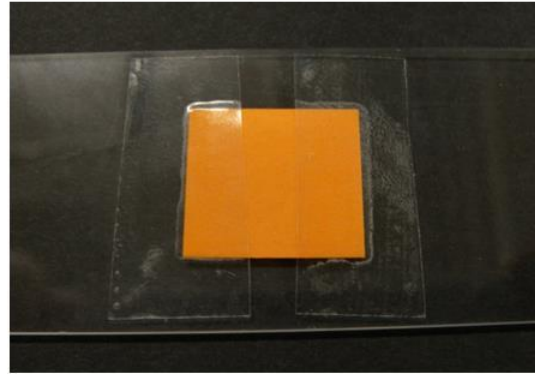
付箋の粘着面を用いて固定



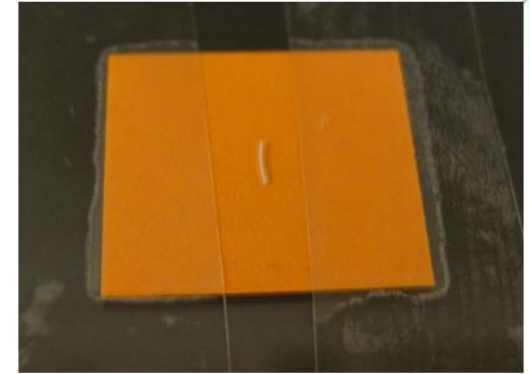
粘着面



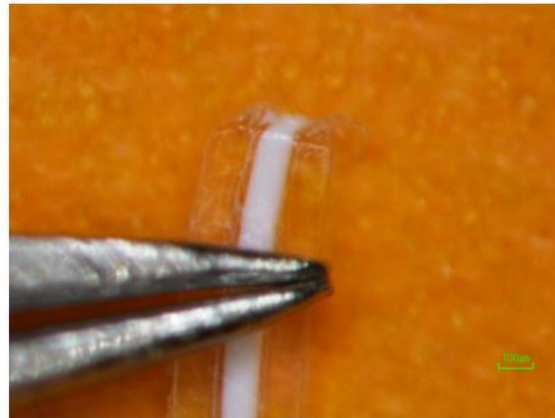
粘着部を切り出し



粘着面を上に向けて
スライドガラス等に固定

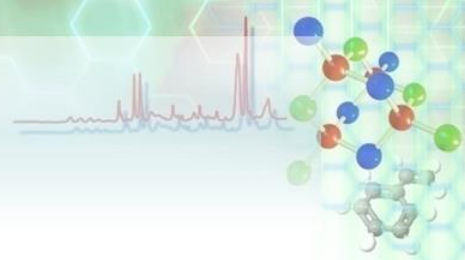


サンプルを載せる

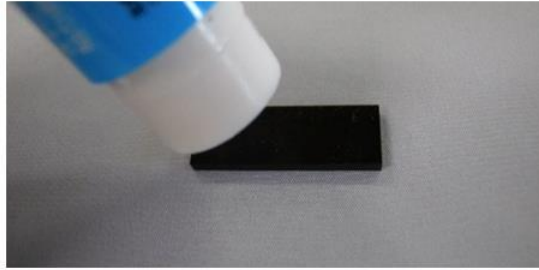


- ・粘着剤が薄く試料は埋もれない
- ・試料の回収が容易

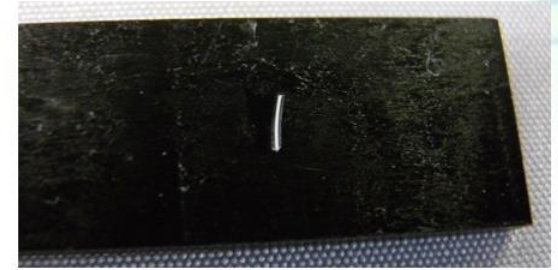
弱粘着性のりを用いて固定



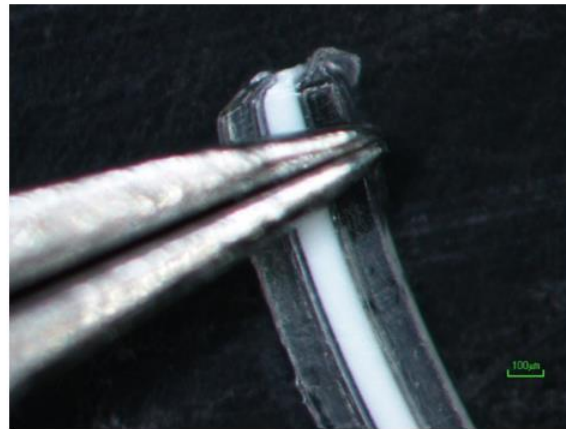
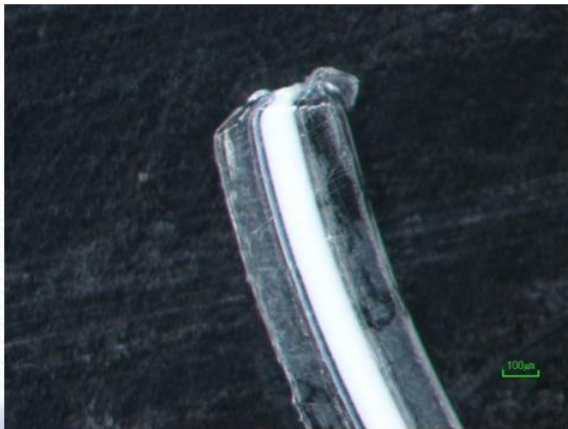
弱粘着性のり



のりを樹脂板に薄く塗布



サンプルを載せる



POINT

白色・透明なサンプルの場合、樹脂板は黒い方が観察しやすい

弱粘着性のりを用いて固定 赤外顕微ATRイメージング測定

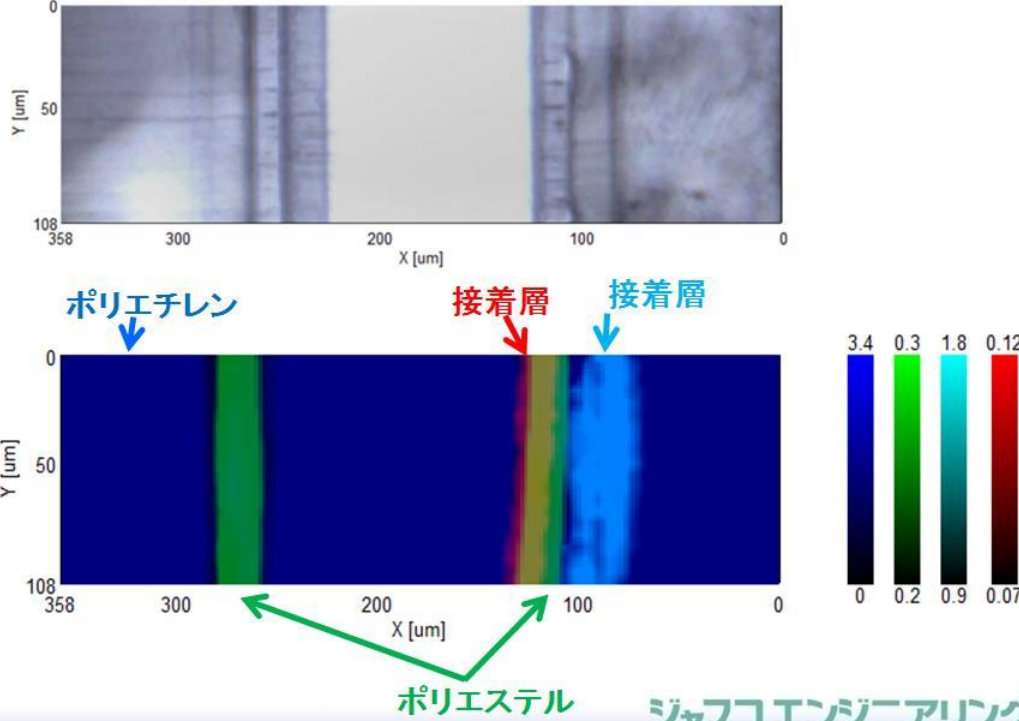
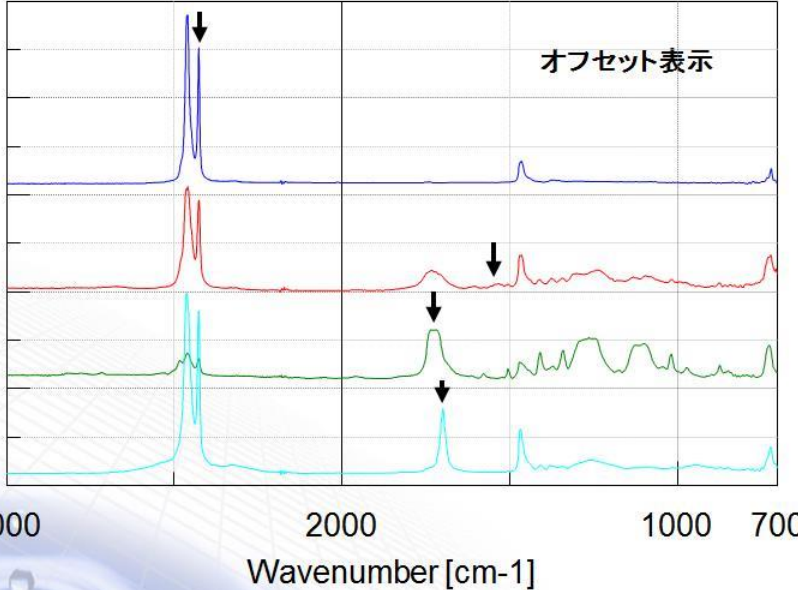


FT/IR-6600型フーリエ変換赤外分光光度計
IRT-7200型赤外顕微鏡

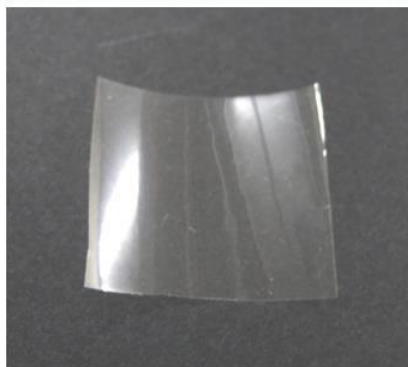


観察型ATR 5000-SD

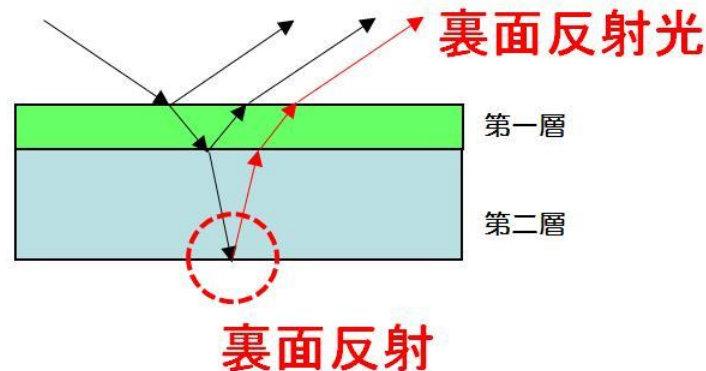
サンプル : 歯磨きチューブ
測定機種: IRT-7200
(16ch 検出器)
対物鏡 : ATR 5000-SD
測定間隔: 5.7um



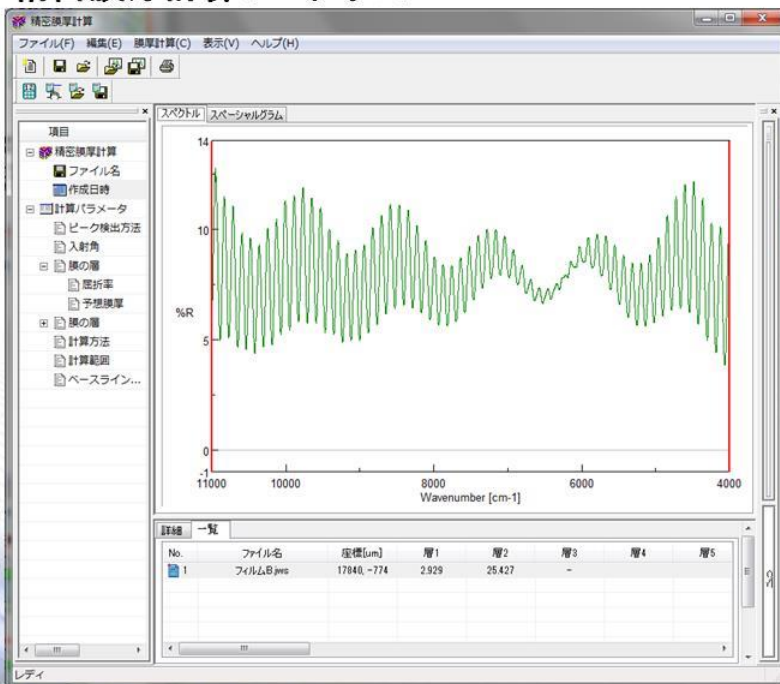
多層フィルムの近赤外反射法による膜厚測定



多層フィルム(二層構造)



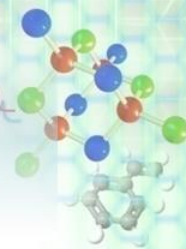
精密膜厚計算プログラム



裏面反射光との干渉が強く出ている
第一層に由来する干渉のみを抽出したい

- ・裏面を荒らす
 - ・裏面をマジックで塗る 等
- 色々方法がありますが...

これで簡単に裏面反射光を除去！ Ref-Non Sheet



蛍光灯の光とレンズ



Ref-Non Sheetなし

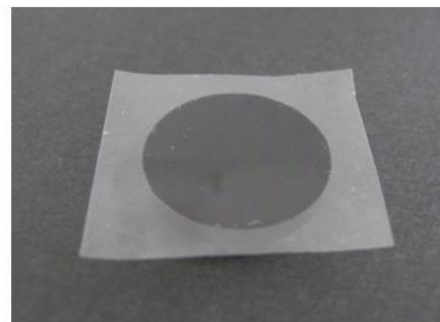
緑の矢印部は裏面反射

New!

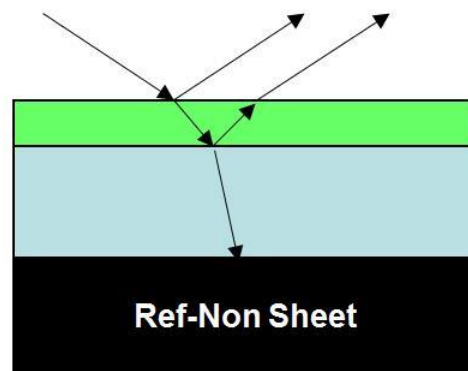


Ref-Non Sheetあり

裏面反射がなくなり
表面反射のみが観測される



多層フィルム(二層構造)を
レフノンシートに貼り付け

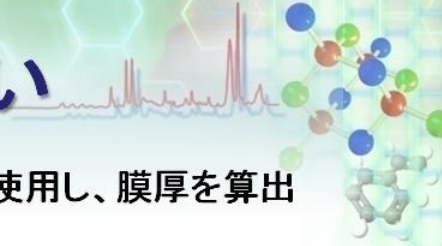


● Sheetを貼るだけで簡単に裏面反射をカット

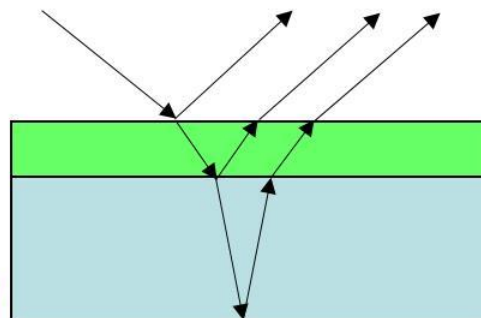
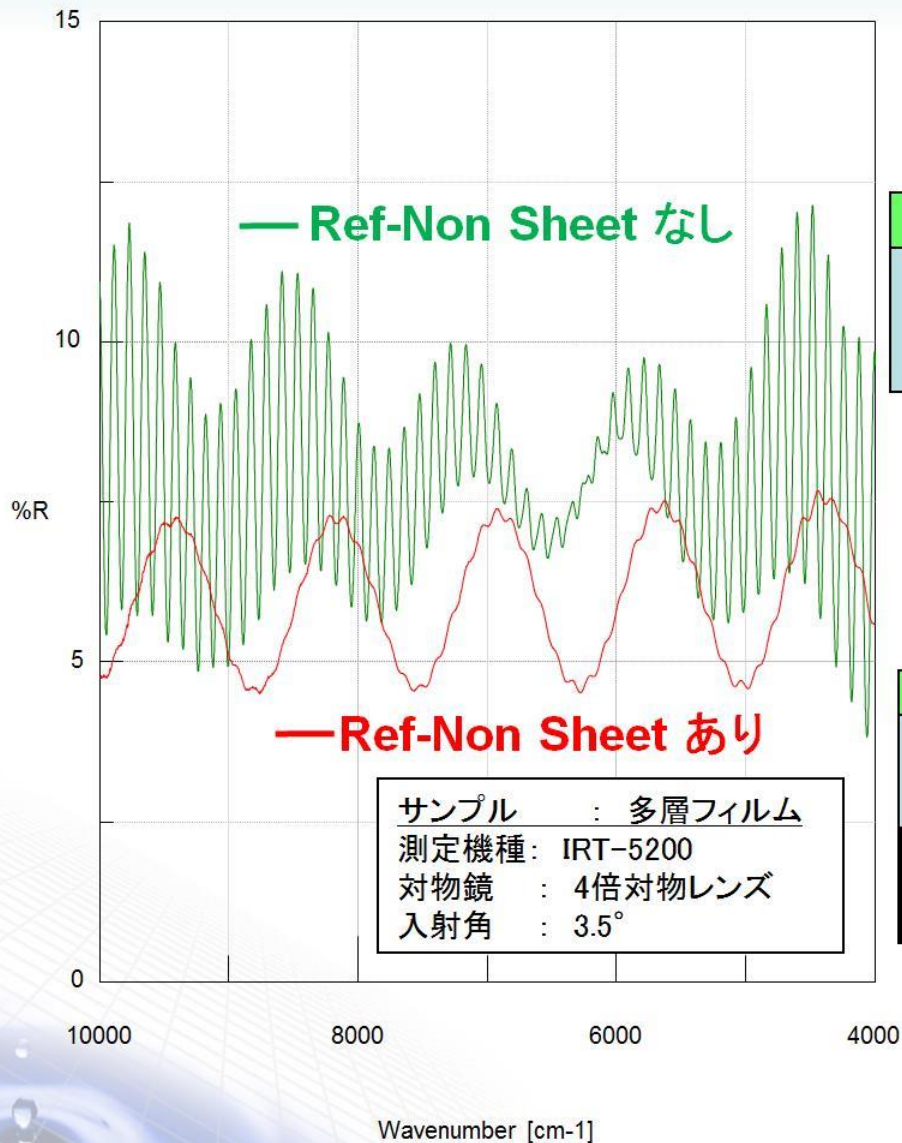
● Sheet自体の吸着性により着脱が簡単(接着剤不使用)

*より正確な測定、非接触・非破壊での測定をご希望される場合は
表面反射と裏面反射を分離して計測する別の手法をお勧めします。

Ref-Non Sheetの有無によるスペクトルの違い



○精密膜厚計算プログラムを使用し、膜厚を算出

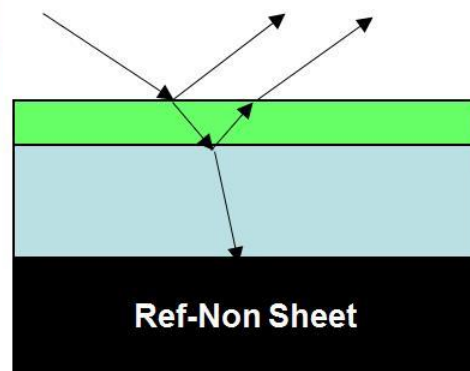


第一層

第二層

膜厚計算値

第一層	2.9μm
第二層	25.5μm



第一層

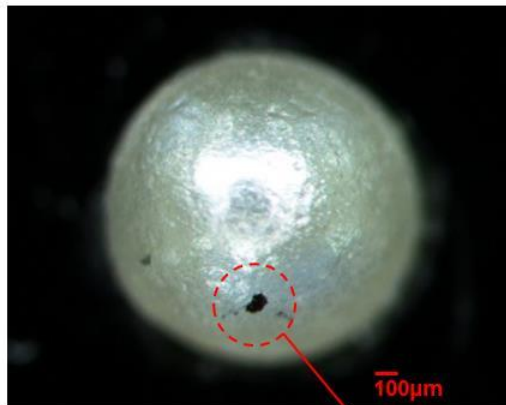
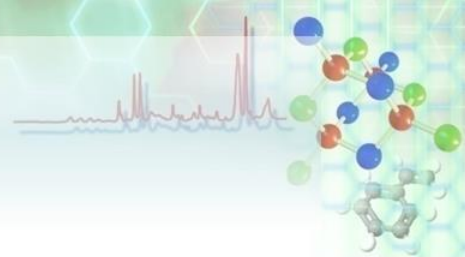
第二層

膜厚計算値

第一層	2.5μm
-----	-------

※屈折率はガラス・高分子程度のものが対象

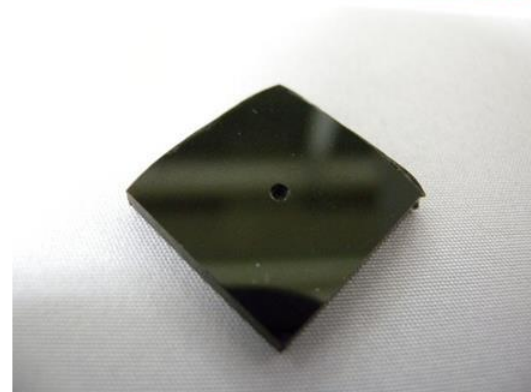
微小な球体上の異物



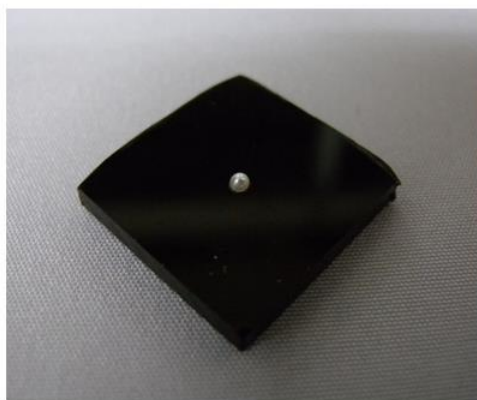
そのまま置くと
転がります **異物**



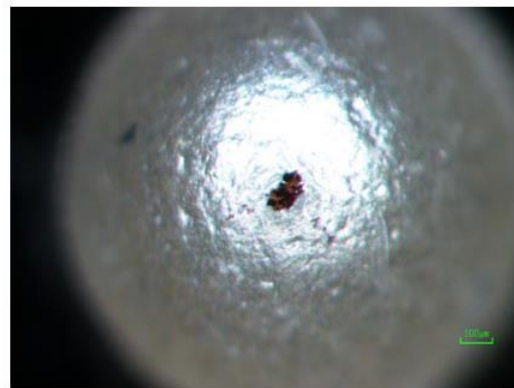
黒い樹脂板に穴を
開けます



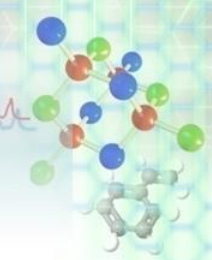
穴あけ完了



ここに微小な球体をセット



異物部分を真上に
向ける



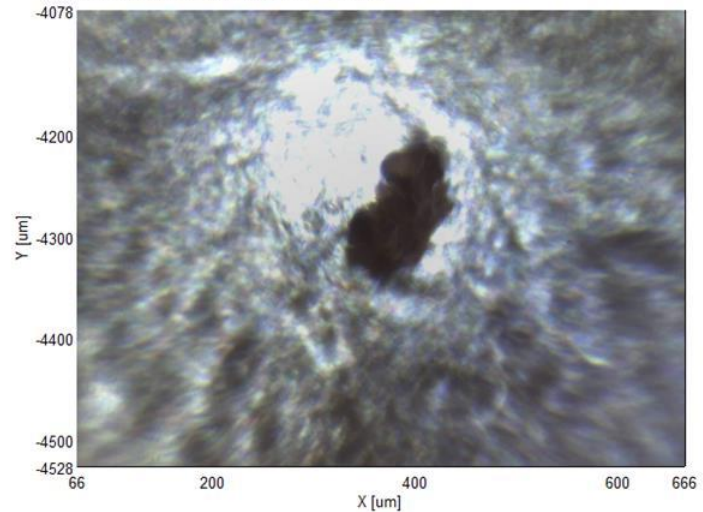
微小な球体上の異物 赤外顕微ATR測定結果



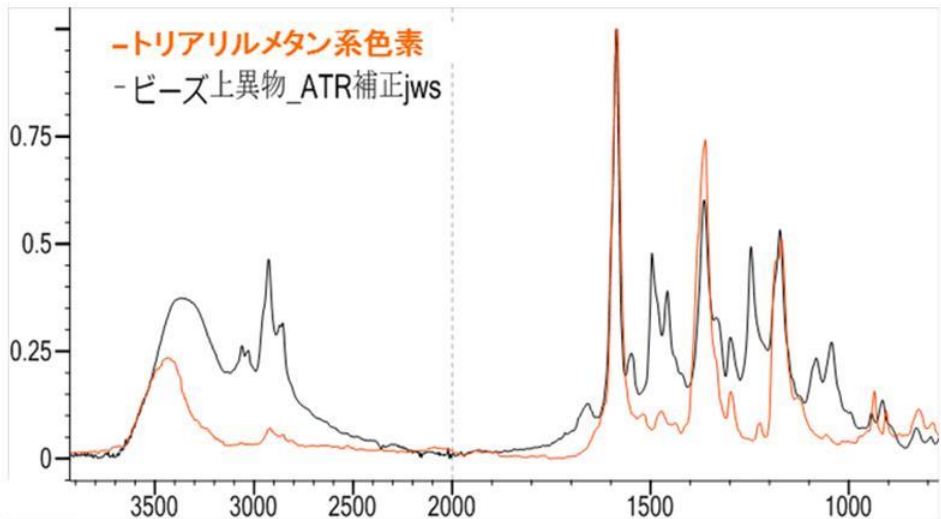
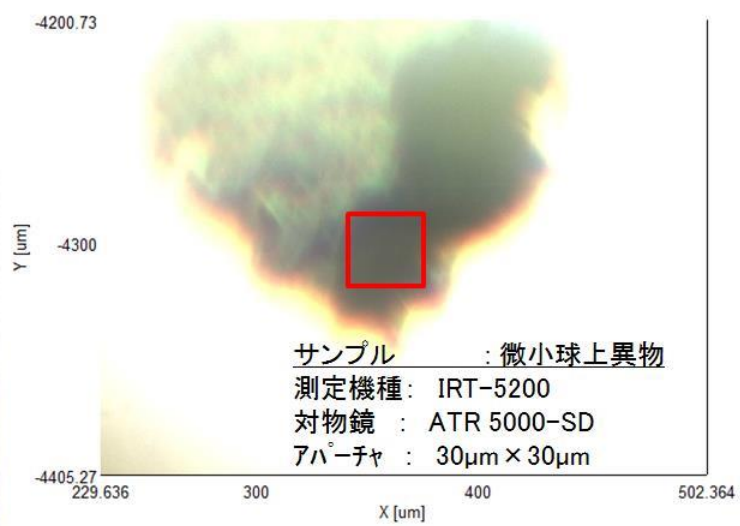
観察型ATR 5000-SD(ダイヤモンドプリズム)

※硬く丸いサンプルは局所的に負荷がかかる為、ZnSe、ZnS、Ge等のプリズムの場合は注意が必要

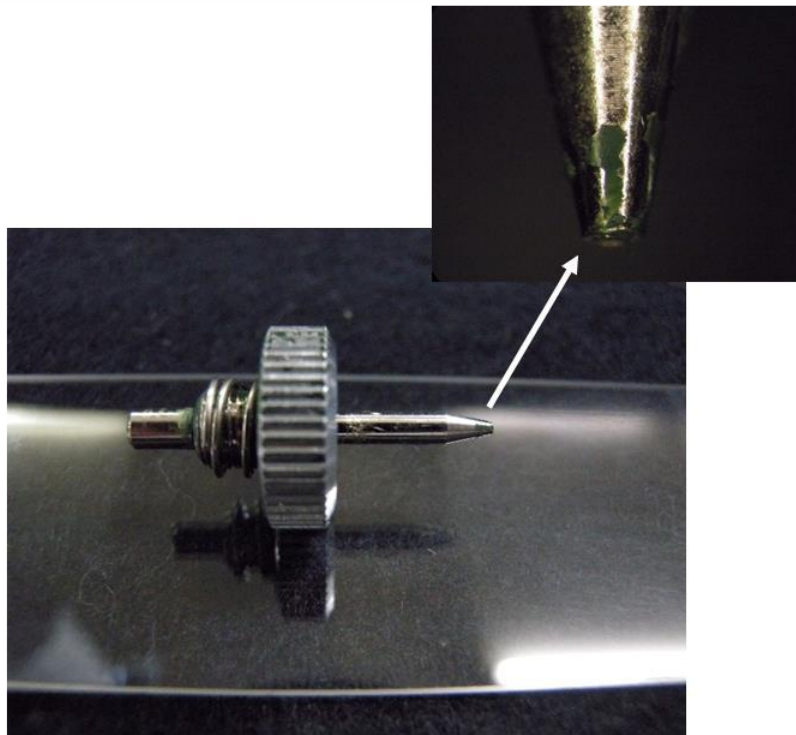
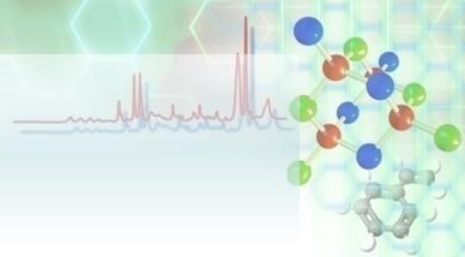
顕微IR観察画像



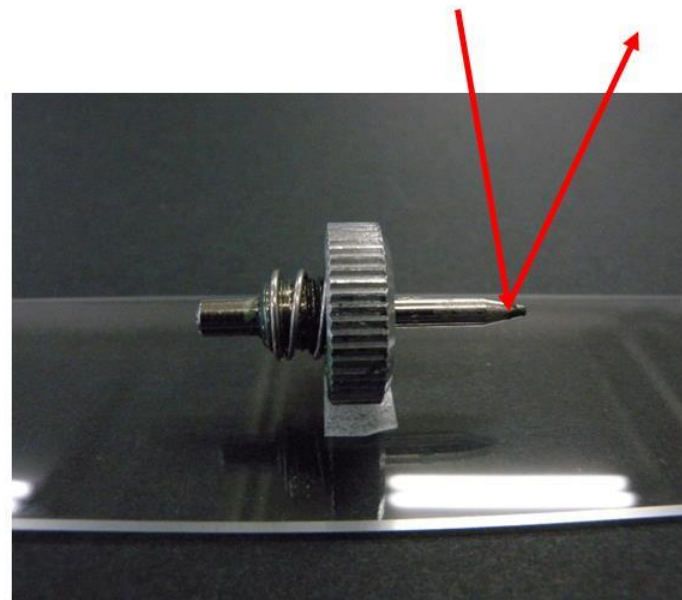
顕微ATR密着画像



金属上の異物はどうしましょう…



そのまま置くと
転がってしまいます



両面テープで固定しても測定面
が傾いているので、良質なスペ
クトルが得られません。

SampleCatcher を使用して試料を固定

New!

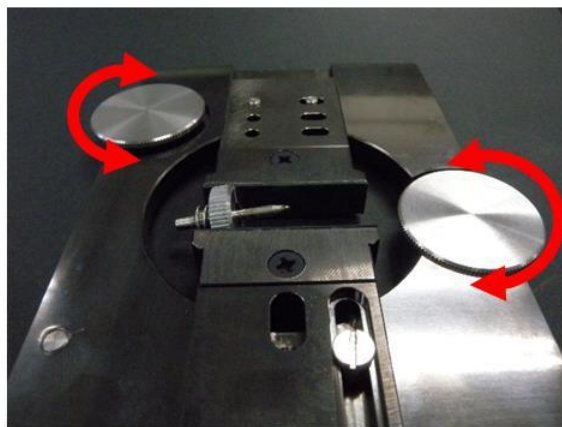


SampleCatcher SC-30

サンプルを挟んでしっかり固定
角度調節機構により、傾きを微調可能
小型・軽量



挟み込んでしっかり固定



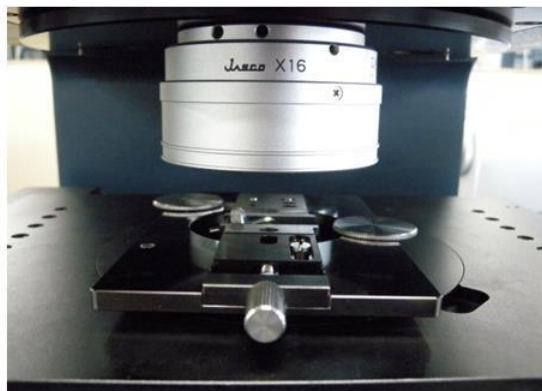
傾きを調整



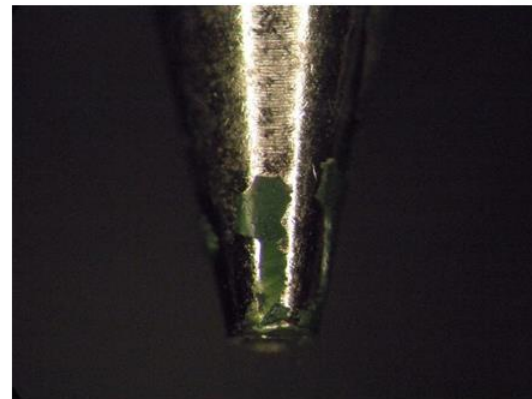
セット完了！

金属上異物の赤外顕微反射法測定結果

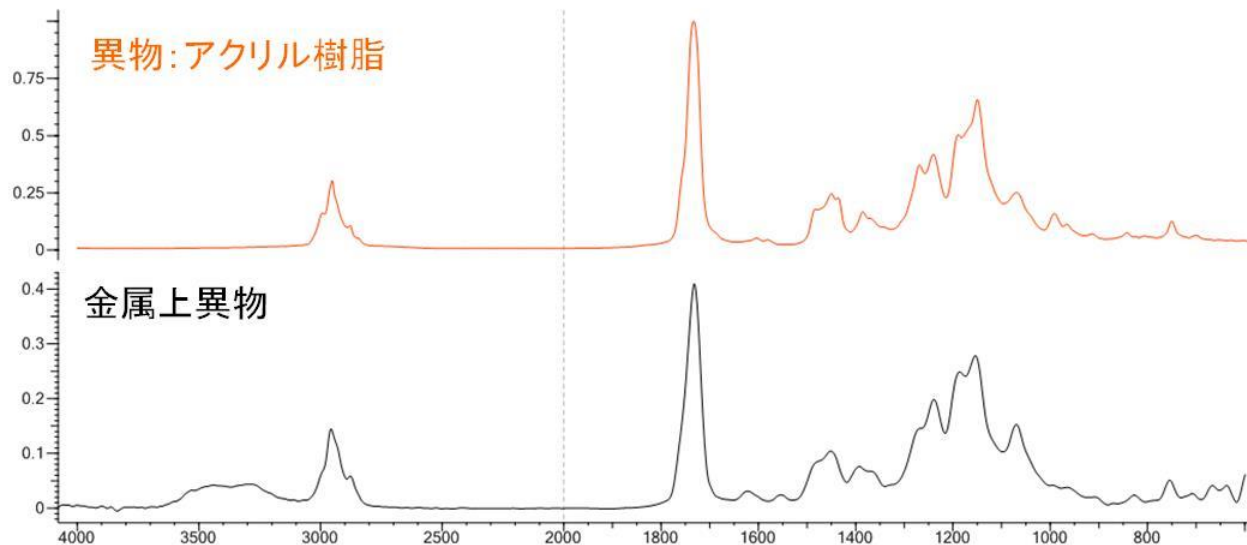
サンプルをセットした状態



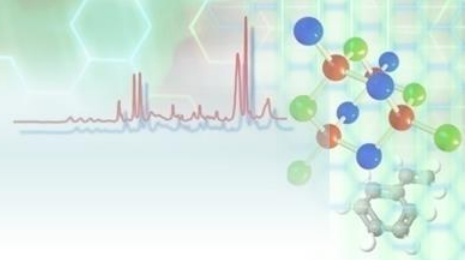
試料観察画像



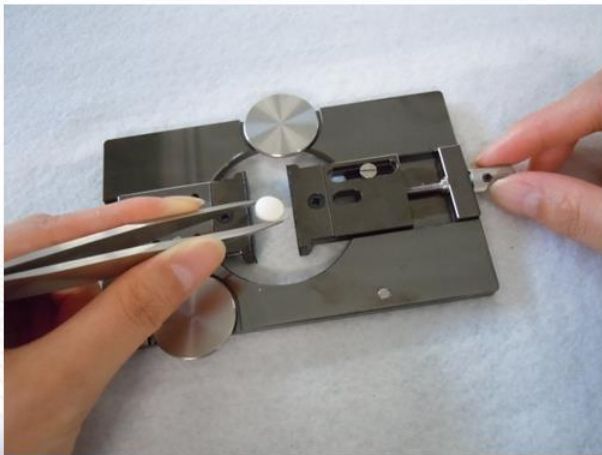
サンプル : 金属上異物
測定機種: IRT-5200
アパーチャ : 100 μ m \times 100 μ m



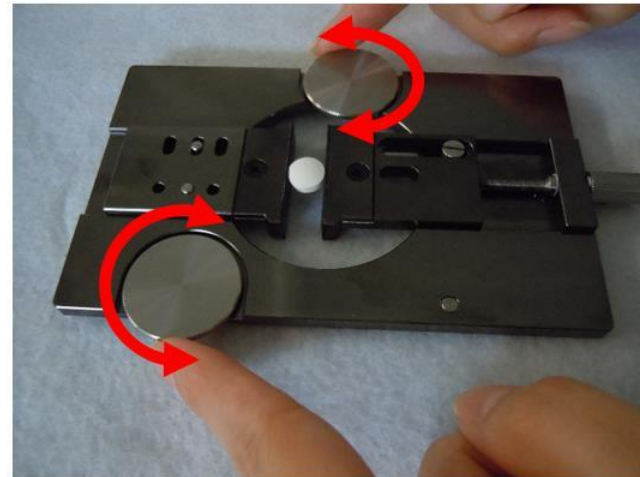
断面を切り出した医薬品錠剤



下は曲面になっているのでそのまま置くと不安定です…

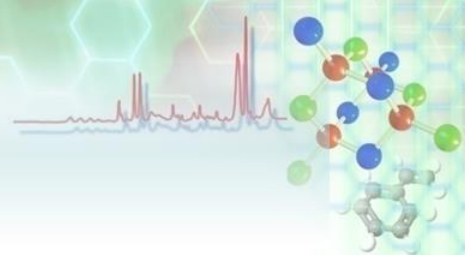


挟み込んでしっかり固定

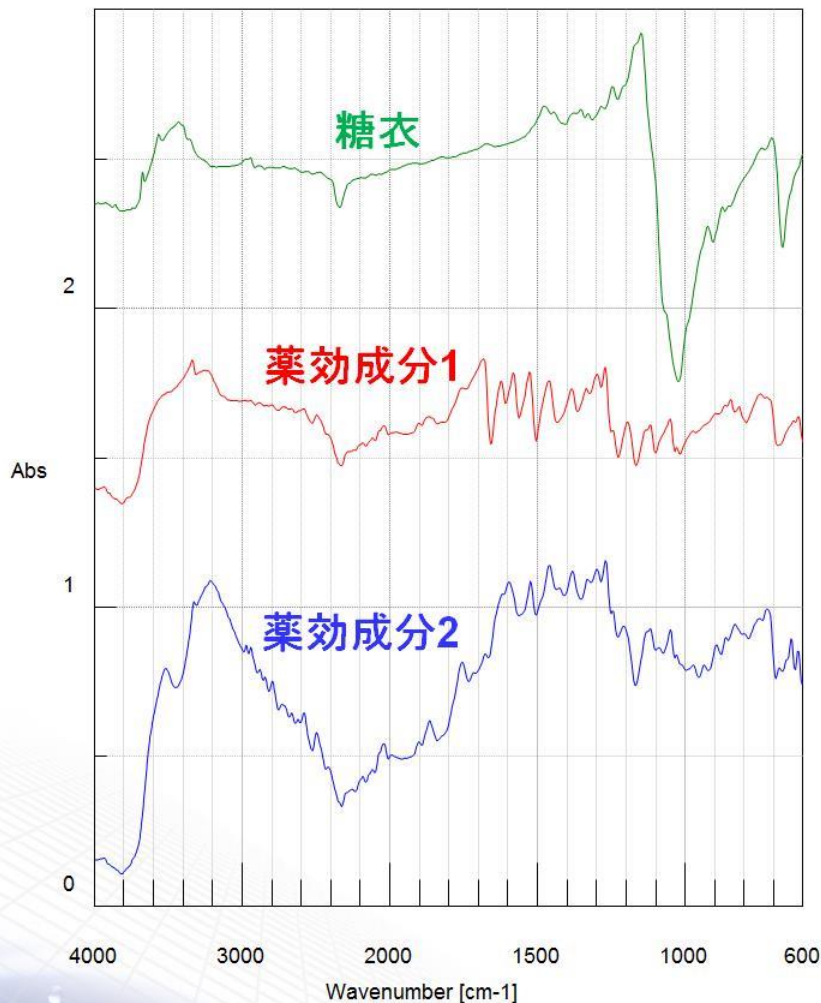


傾きを調整

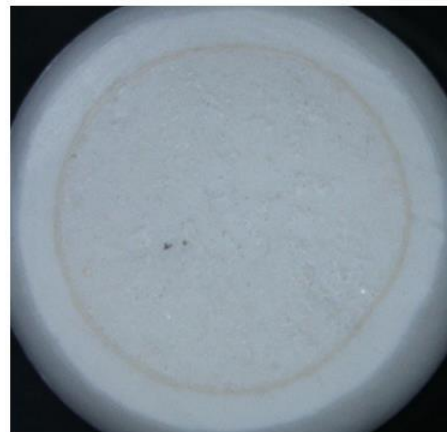
医薬品錠剤 顕微反射マッピング結果



オフセット表示

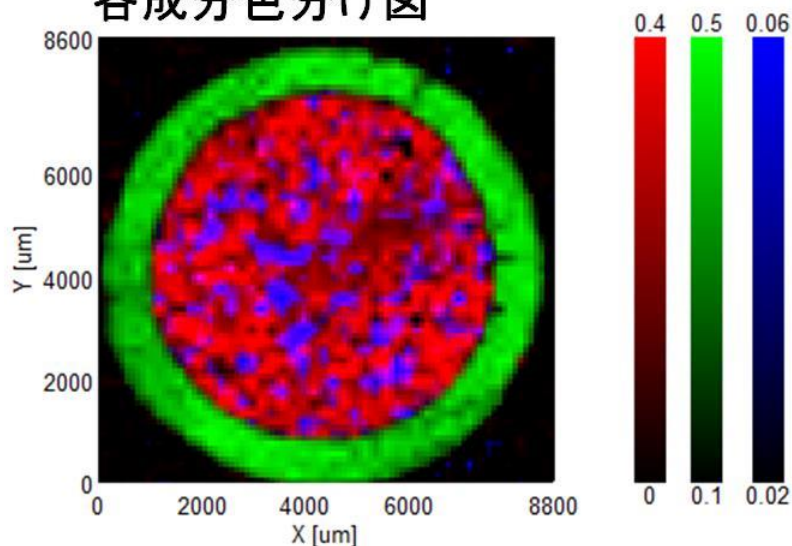


試料観察画像



サンプル: 医薬品錠剤
測定機種: IRT-5200
アパーチャ: 200um × 200um
測定間隔: 200um
測定点数: 45 × 44点 (1980点)

各成分色分け図



上のスペクトルは拡散反射光と正反射光の両方を含んだ波形となっています。