



# 赤外レーザー / QCLイメージングによる表面汚染の ハイスループットスクリーニング

Application Note MIC419

## FT-IR を用いた精密機械の QA/QC について：

私たちの身近にある精密機械は、さまざまな微細な部品で構成されています。中には特殊な部品を多数必要とするものもあり、求められる材料の品質要件は非常に膨大です。もし、これらの部品のひとつに欠陥が含まれていたとすると、製品自体の性能に重大な問題が生じてしまいます。こうした問題に対して顕微 FT-IR は、物質を構成する化合物の分子振動に基づくスペクトルを与え、例えばこれを既知物質に関するスペクトルデータベースと照合することで、未知の微小物や汚染物質を同定できることから、世界中で広く使用されています。さらに、IR スペクトルが与える化学情報をもとにしたイメージング測定では、汚染源の特定や製造プロセスのトラブルシューティングにおいて、より信頼性の高い明確な指標を得ることができます。

## 関心領域 (ROI : Regions Of Interest) の迅速な検出：

汚染や異物の分析においてしばしば問題となるのが、透明な物質です。例えば油や水の存在する領域が ROI となるような場合、人間の目には透明なため、その存在が疑われても見つけるのにたいへんな苦労を強いられます。それでもなおメーカーには、100%の品質管理が求められ、とくに高価な製品や重要な機械部品においてはなおさらです。FT-IR イメージングは、この目的を実現するための最適な選択肢のひとつであることは明白です。しかし、最も効率が高いと言われるフォーカルプレーンアレイ検出器を使用したイメージング測定でも、すべての分析において十分なサンプルスループットを達成することは容易ではありません。これに対して、ブルカーが新たに開発した赤外レーザー技術を導入することにより、さらに短い時間で試料の化学的な違いを可視化することが可能となり、ROI をより迅速に検知できるようになります。この新しい技術により、マイクロメートルオーダーの高い空間分解能を維持しつつ、数十 cm<sup>2</sup> というこれまでにない大きな面積をわずか数分で分析できるようになることから、新たなアプリケーションが期待できます。

## FT-IR と QCL のコンビネーションによるメリット：

ここで紹介するブルカーの最新の赤外顕微鏡 HYPERION II は、従来の顕微 FT-IR 測定に加え、QCL による赤外レーザーイメージングに対応します (HYPERION II - ILIM)。どちらの測定モードも、透過法、反射法、ATR 法のすべての測定手法への適用が可能です。赤外レーザーイメージングでは、IR スペクトルの指紋領域 (1800~950 cm<sup>-1</sup>) をカバーし、目的によってイメージングモードを切り替えることが可能です。**波数固定イメージング**では、IR スペクトル全体を取得するのではなく、着目する波数を指定してエリアスキャンを行うことで、イメージデータの取得を高速化することができます。**波数スイープイメージング**では、スペクトル範囲を選択し、レーザー波数の連続的な掃引とエリアスキャンを交互に行うことによって、IR スペクトルイメージを取得します。得られる IR スペクトルは、通常の FT-IR で取得したスペクトルと同等になります。一方、顕微 FT-IR 測定モードでは従来同様、**広範囲** (6000~450 cm<sup>-1</sup>) の IR スペクトルが得られるため、未知試料の同定においては、さらに信頼性の高い解析が可能です。つまりは、**QCL と FT-IR とのコンビネーション**は、ROI の速やかな検出と、それらの情報に基づくより正確な定性分析を実現します。

## 赤外レーザーイメージングを使用したROIの検出：

本アプローチを実証するために、精密機械を代表する懐中時計の完成品について分析しました。金属自体には赤外領域において特性吸収帯がないため、このような金属部品の表面は鏡のように作用して赤外光のほとんどを反射します。しかし、そこに小さな異物が存在したとすると、異物がもつ特性吸収によって反射率に変化が生じるため、その異物を検出できるようになります。

今回のケース（図1）では、時計のムーブメントにシリコンオイルの残留物がないか検査しました。したがってここでは、シリコンオイルに特徴的な  $1250\text{ cm}^{-1}$  の Si-CH<sub>2</sub> バンドに赤外レーザーの波数をあわせて、波数固定イメージングを行いました。試料全体（30×30 mm）を、 $5\text{ }\mu\text{m}$  のピクセル分解能にて、3.5分以内でスキャンすることができました。可視観察イメージでは残留物の兆候も見つけることはできませんでしたが、測定で得られたIRイメージからは、その輪郭が明確に捉えられ、シリコンオイルがパーツの一部に留まっていることを発見できました（図1、A）。

## FT-IR による分析の信頼性の向上：

前章で記したレーザーイメージングによって検出した残留物について、続けてFT-IRモードに切り替えて、改めてその成分の定性分析を行いました。HYPERION II - ILIMにおいて、レーザーイメージングモードからFT-IRモードへの切替えは、ソフトウェア上でボタンをクリックするだけで即座に実行されます。取得したFT-IRスペクトルについてライブラリ検索を行った結果、残留物はシリコンオイルの主成分であるシロキサンであることを確認することができました（図2）。レーザーイメージングからFT-IR測定による定性に至る一連の分析時間は5分もかかっておらず、的確な解析結果を短時間で得ることができました。

以上のようなケースから、QCLとFT-IRを組み合わせた分析では、主に2つの活用方法が考えられます。1つは、ここで紹介したように、はじめにQCLの波数固定イメージングによってROIを素早く検出し、そのROIについてFT-IRを用いて定性分析を行うという使い方です。もう1つは、その逆で、はじめに可視観察で発見した微小物や異物についてFT-IRによる定性分析を行い、その特徴的な吸収バンドにレーザーの波数を合わせてイメージング測定を行うことで、同様の物質が別に存在しないかをスクリーニングするという使い方です。いずれも、試料の広い範囲に点在する微小物を迅速かつ的確に分析することができ、より信頼性の高い解析結果を得ることが可能となります。

## FT-IR とレーザーイメージング：強力なコンビネーション

最新の赤外顕微鏡 HYPERION II - ILIM を用いることで、FT-IR と赤外レーザーイメージングのそれぞれがもつ利点を活かした相補的かつ連続的な測定が可能となり、これにより得られる化学情報を包括的に理解することで、信頼性の高い分析を迅速に進めることができます。さらに HYPERION II を制御するソフトウェアは、簡単なマウス操作で測定できるように設計されており、2つの測定モードも瞬時に切り替わるため、分析作業効率の飛躍的な向上はもちろん、これまでにない新たなアプリケーションも期待されます。

### 参考文献

<sup>1)</sup> Application Note MIC420: QCL in forensic analysis, Bruker Optics, 2021.

図1：左上の可視像では、残留物の存在を示すものはありませんが、光源レーザーの波数を  $1250\text{ cm}^{-1}$  に固定して測定したIRイメージ（右上）では、残留物を明確に確認することができました。試料全体（30×30 mm）のイメージング測定と残留物のFT-IR測定および定性までを含め、5分以内で分析が完了しました。

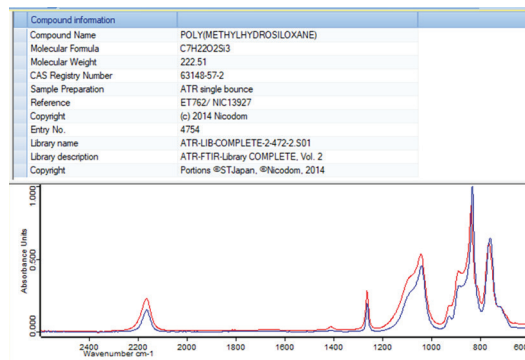
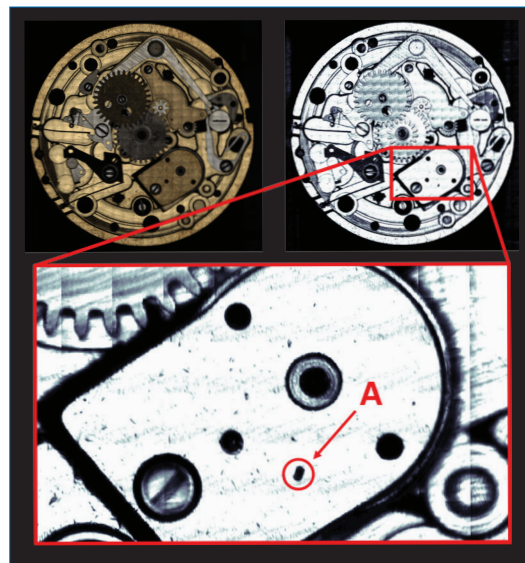


図2：イメージングにより確認された残留物をFT-IR測定し、そのIRスペクトルについてライブラリ検索を行った結果。

