

走査型顕微FT-IR装置 IR μ s/SIRM

分析センター 佐藤 勝

赤外分光分析法は、有機分子に対して非常に感度がよく、それらの結合状態を特定する情報を多く与えることから、古くから有機分析のみならず無機分析にも広く利用されてきた。赤外分光器と顕微鏡を結び付けた顕微FT-IR装置は、分子情報を多く与える赤外分光法の特徴を活かして、有機材料や無機材料の表面分析に用いられている。しかし、通常の反射対物鏡を用いた従来の装置では、表面分析に於ける感度に問題があり十分な情報を取ることができなかった。本装置には、高感度反射対物鏡およびATR反射対物鏡が装備されており、高感度な表面分析が可能である。

IR μ s/SIRMは、MCT高感度検出器を装備したFT-IR分光光度計、可視像と赤外光の完全に一致した光学顕微鏡、およびコンピュータ化によるサンプルの正確な位置決定機構を組み込んだ一体型の顕微FT-IR装置である。このため、正確で高い安定性、高感度で高分解能な分子微小分析が可能であり、物質の表面、多層面の状態やバルク材料の形態などをマッピングして表示することも可能である。赤外分光スペクトルが非常によく各有機物質の性質を示すことを利用しているため、特に有機をベースにした分子に対して非常に感度がよく、分子構造の解析、定性が顕微システムの特徴を活かし5ミクロン程の小さく絞った領域でも測定可能であり、そこから分子の結合状態を特定する情報を得ることができる。また、誤差が1/10ミクロン以下という正確で非常に再現性の優れたステージコントローラを用いることによって、可視によって確認した領域で有機材料や無機材料の表面の特徴をとらえ、定性し、物質の組成の空間分布を定量してマッピングとして表すことができる。もちろん、測定は非破壊分析で、サンプリングは常圧下で行うことができる。それゆえ、有機物質を特徴づけられる能力、分子組成のマッピング、および異物の定性分析などの特徴は、物質表面の微小分析に携わるものにとって有力な分析手段となり得る。そして、本装置による分子の微小分析で得られる情報は、SEM/EDXや他の分析用マイクロビーム技術によって得られる微小部元素分析情報を補完的に補足するものといえる。

IR μ s/SIRMは、実質、あらゆる有機、無機物質の表面分析が可能である。サンプルの表面が反射するしないにかかわらず、また、サンプル表面が乱反射していても、それらサンプルに最適な測定モードを選択することによって、最良の測定が可能である。最も多く使用される測定モードは反射測定またはATR測定モードであり、大きな領域でも小さな領域でも5ミクロンという分解能で分析できる。

反射測定モード：従来からあるSEM/EDXと同様で、赤外ビームをサンプルに当て、表面または物質からの反射光を解析する手法である。

高感度反射(RAS)モード：20オングストローム(2nm)以下という超薄膜や薄層の解析が可能である。さらに、マッピングすることにより表面の状態まで解析できる。

透過測定モード：特定した領域でフォーカスし、そこを透過した赤外光を解析する手法。多くのバルク材料や異物などの分析に用いられる。

ATR測定モード：サンプルにクリスタルを接触させ測定する方法で、サンプルの表面下にもぐり込む赤外光(約10ミクロン)からの情報を解析できる。ウェットサンプル、生化学材料、硬いポリマー、表面の傷などの分析に非常に有効。

以上、カタログを参考にしてIR μ s/SIRMの特徴をまとめてみた。実際に使用してみたところでは、

使い勝手がよいというの第一印象である。専門が異なるので、顕微FT-IR本来の使い方をしたわけではないので、正確な評価は出来ないが、反射測定モードおよび透過測定モードで測定した範囲内では、カタログで謳っているような特徴は充分に感じられた。マッピングも簡単に実行できた。関連ある教職員、学生の方々に、フル性能を発揮できるような研究に是非使っていただきたいと思う。この装置の表面分析への応用に関しては、分析センター定例セミナー報告として、CACS FORUM No.13に詳しいレポートがあるので参考にしてください。なお、この装置の日本語マニュアルは、実際に使用した体験を基に作成したものを用意してあるので、ご希望の方は佐藤まで申し出てください。

以下に、性能の一端を示す。

スペクトラ領域	4800 - 650 cm^{-1}
スペクトラ分解能	2 - 16 cm^{-1}
波長精度	0.01 cm^{-1}
赤外ビーム径	5 - 170 μm
検知器	MCT 250 \times 250 μm 、Narrow
空間分解能	<ol style="list-style-type: none"> 1. 透過測定 5 μm以下 2. 反射測定 10μm以下 3. ATR対物鏡 30\times30μm以下 4. 高感度反射対物鏡(GAO) 25\times25μm
高感度反射測定膜厚	30オングストローム以下