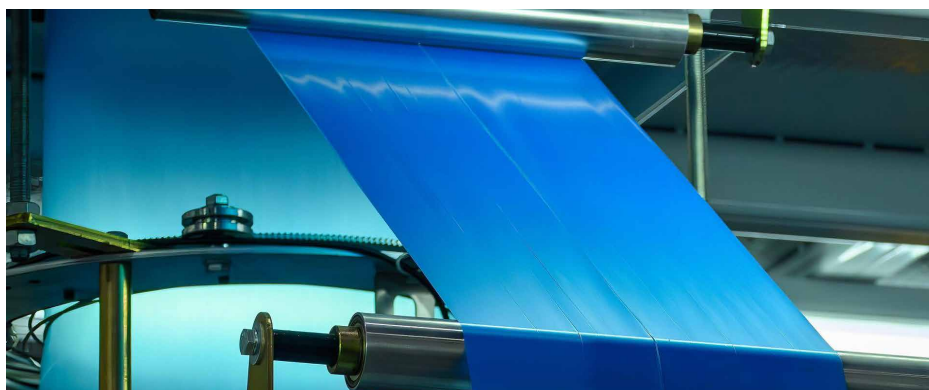


Agilent 8700 LDIR ケミカルイメージング システムによる薄型多層分析

積層材料におけるマイクロメートルスケールの高速層厚測定と
組成の同定



著者

Wesam Alwan
Agilent Technologies, Inc.

はじめに

多層積層材料は構造的、科学的に複雑な系の代表です。その多くは、わずか数百ミクロンという総厚を持ちながら、それぞれが特定の機能的役割を果たすように設計された複数のポリマー層で構成されています。各層は、その化学組成や厚さに応じて機械的強度、バリア性能、環境保護など固有の特性に寄与します。欠陥や層厚のばらつきは製品の完全性を損なう原因になるため、これらの薄層を正確に同定し、測定することがきわめて重要です。欠点は損傷となって不具合を引き起こし、ユーザーの安全性を脅かす可能性もあります。

多層材料の開発、品質管理、およびトラブルシューティングでは、高精度のマッピングとマイクロメートルスケールの厚さ分析が不可欠となります。Agilent 8700 Laser Direct Infrared (LDIR) ケミカルイメージングシステムは、こういったアプリケーションに役立つ強力なソリューションです。IR 分光分析と高分解能イメージングを組み合わせることにより、ポリマー層を化学的に同定し、卓越した空間的詳細度で可視化することができます。これらの機能は直感的な Agilent Clarity ソフトウェアによってさらに強化され、品質保証、不良解析、リバースエンジニアリングにおける主なニーズを満たす、多層材料の特性解析のための高速で効果的なワークフローを実現します。

実験方法

サンプル

多層分析における 8700 LDIR ケミカルイメージングシステムの性能を評価するために、以下の 3 種類のサンプルを調べました。

- 1. サンプル 1** – 3 種類の既知のポリマー（ポリプロピレン（PP）、ポリエステル（PS）、ポリエチレン（PE））で構成される多層積層。このサンプルは、Clarity ソフトウェアで参照スペクトルライブラリを作成するために使用しました。
- 2. サンプル 2** – サンプル 1 と同じポリマータイプで構成される、3 種類の「既知」だがラベルなしの層を含む 2 番目の多層サンプル。このサンプルは、参照スペクトルライブラリのバリデーションに使用しました。
- 3. サンプル 3** – 総厚が約 $25 \pm 2 \mu\text{m}$ の多層リチウムイオン電池セパレータ。このサンプルは、極薄ポリマー構造の分析に対するシステムの性能を明らかにするために使用しました。

サンプル 2 とサンプル 3 の特性解析には、サンプル 1 の分析により作成されたライブラリを使用しました。

サンプル前処理

サンプル前処理には、Agilent ラミネートホルダ（図 1）と Agilent サンプルプレーナ（図 2）を使用しました。サンプルプレーナは、再現性の高い断面を迅速に作製できるように設計された精密マイクロームツールです。各多層積層サンプルをホルダにしっかり固定し、イメージング用の平面が露出するようにスライスしました。ラミネートホルダは、切片を切り出す際に層に曲げ、折れ、層間剥離が生じないように最適な支持を確保する補助支持面を備えています。前処理プロセスは合計数分で完了します。従来の手法は樹脂への埋め込みと研磨を伴い、一般に数時間かかるうえ特殊技能も必要ですが、それと比べて大幅に時間効率に優れています。

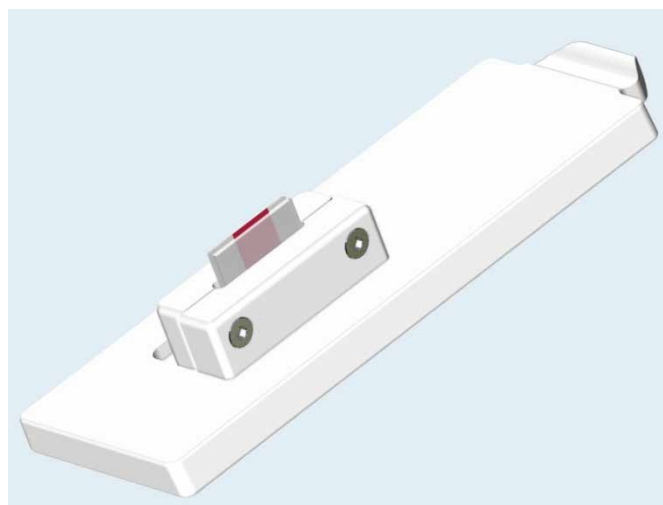


図 1. Agilent 8700 LDIR ラミネートサンプルホルダ。サンプルプレーナ（図 2）によるサンプル前処理の際に、多層積層サンプルを透明の保護用ラミネートストリップの間に挟みます。

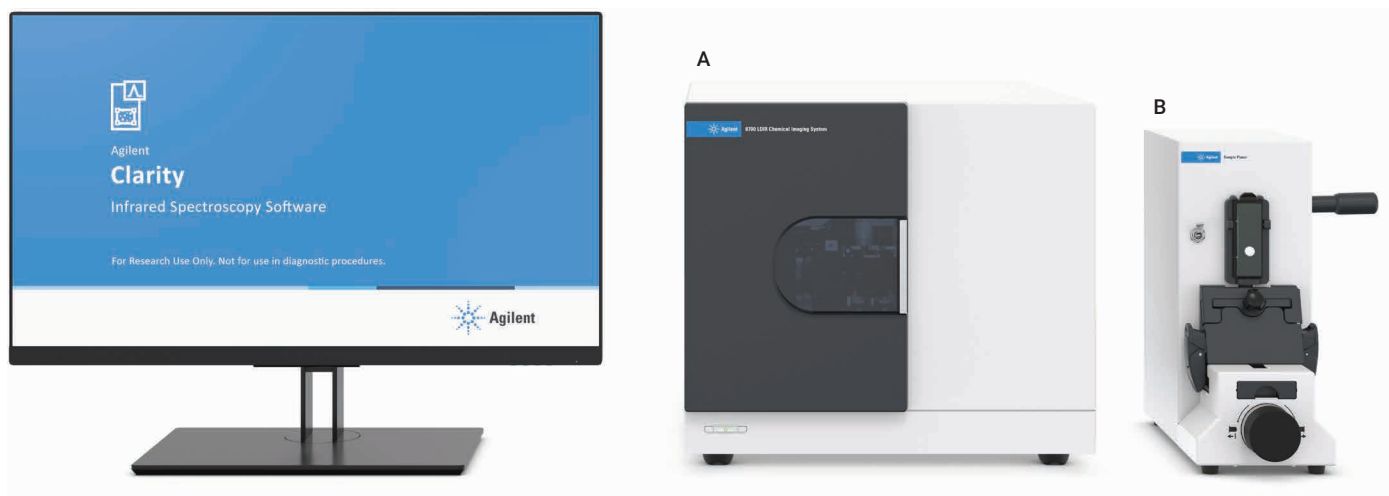


図 2. Agilent 8700 LDIR ケミカルイメージングシステムおよびモニター (A) と、Agilent LDIR サンプルプレーナ (B)。サンプルプレーナアクセサリでは、LDIR での分析用に
一貫した平面を作成できるため、積層材料の断面のサンプル前処理が簡略化されます。

結果と考察

ユーザー作成のスペクトルライブラリ

サンプル前処理後、8700 LDIR の高倍率可視カメラでサンプル 1 の積層構造の全体像を撮影しました。これにより、3 つの個別の層が明らかになりました。Clarity ソフトウェアのルーラー機能を使用して、このサンプルの総厚と各層の厚さを測定しました。

図 3 に示すように、可視イメージにもとづくサンプル 1 の総厚の測定値は 150 μm (層 1 : 50 μm 、層 2 : 50 μm 、層 3 : 50 μm) でした。次に、波数 1,442 cm^{-1} 、ピクセルサイズ 1 μm で高分解能 IR イメージを撮影しました。これにより、赤外線の下で層の形態を詳細に可視化できました (図 3)。

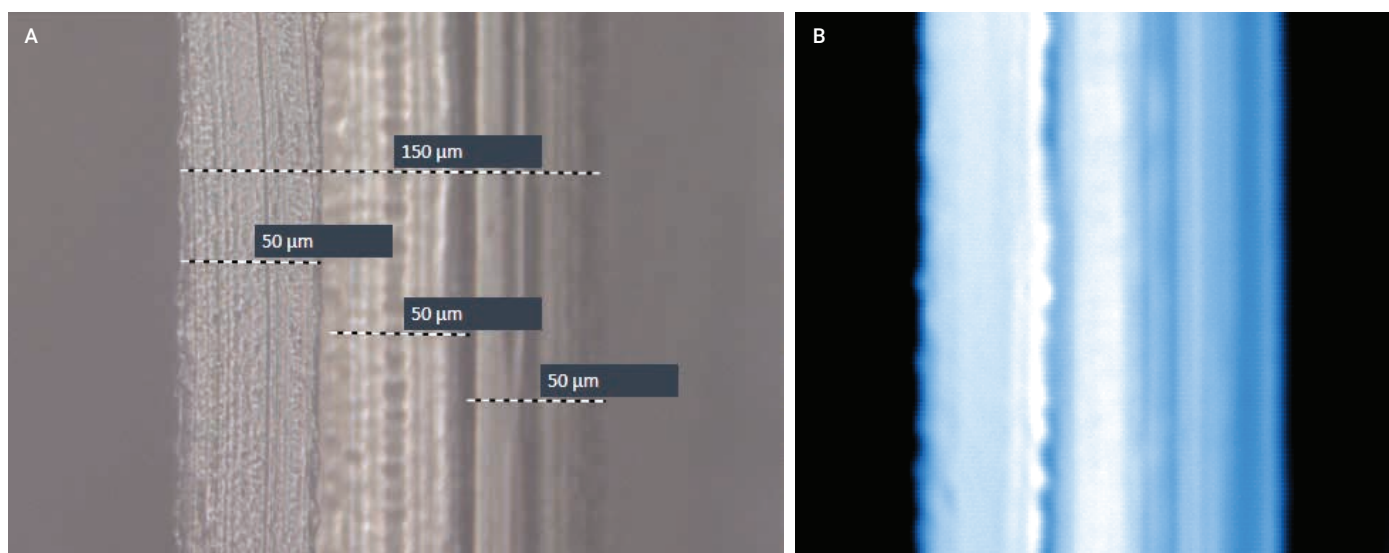


図 3. Agilent 8700 LDIR によるサンプル 1 の分析: (A) 高倍率可視イメージ、(B) 波数 1,442 cm^{-1} の赤外イメージ

選択した長さ（150 μm ）に沿ってシングルポイントスペクトルデータを自動的に採取する Clarity ソフトウェアのラインプロファイル機能を使用して、サンプル 1 にわたる IR スペクトルを収集しました。サンプル 1 のスペクトルを手動で確認したところ、図 4 に示すように、既知の 3 つの層（PE、PS、PP）に相当する 3 つの異なるスペクトル特性が観察されました。

各層のポリマータイプはわかっているため、Clarity ソフトウェアで各層のスペクトルをユーザー作成のライブラリに追加し、その化学的同一性に従って名前を付けました。サンプル 2 およびサンプル 3 の積層で採取したスペクトルは、この参照ライブラリと比較することにより同定しました。Clarity ソフトウェアでは、その直感的なインターフェースにより、ライブラリを容易に作成、管理することができます。また、サンプルと参照スペクトルとの類似性を表すヒットクオリティインデックス（HQI）スコアが提示されます。

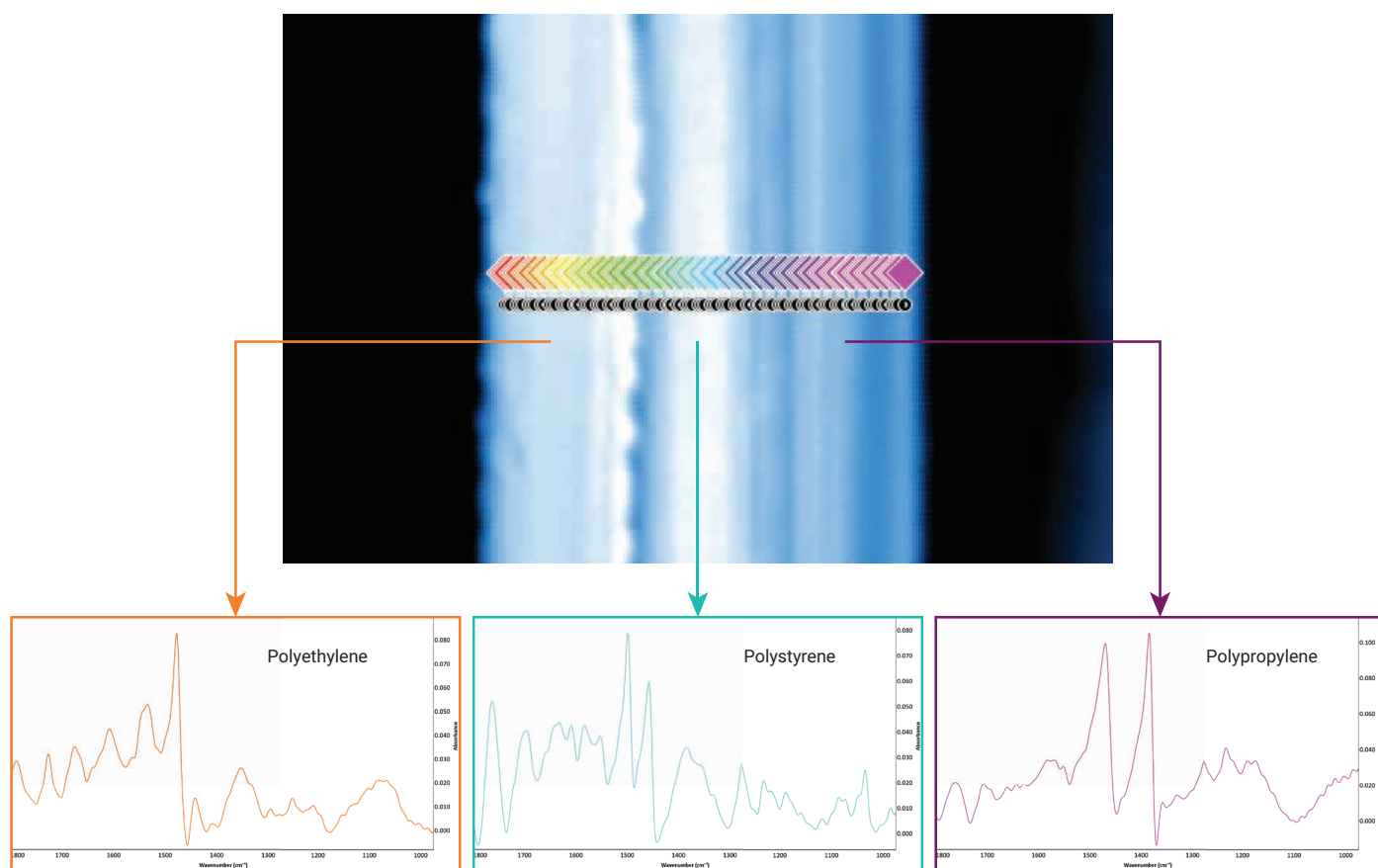


図 4. 積層にわたって自動的に収集された 100 個のシングルポイントスペクトルを示すラインプロファイル分析（サンプル 1）。3 つのスペクトルは左から順にそれぞれ PE、PS、PP に相当しています。

不明なサンプルの分析

サンプル 2 およびサンプル 3 に対し、可視イメージング、IR イメージング、ラインプロファイルスペクトルの採取など、同じワークフローを適用しました。

サンプル 2 の厚さの測定値は 90 μm (層 1 : 25 μm 、層 2 : 40 μm 、層 3 : 25 μm) でした。また、ユーザー作成のライブラリでラインプロファイルスペクトルデータを照合したところ、層 1 は PS (HQI : 0.882)、層 2 は PE (HQI : 0.938)、層 3 は PP (HQI : 0.948) として同定されました。この結果から、スペクトル照合の高い信頼性が確認されました (図 5)。

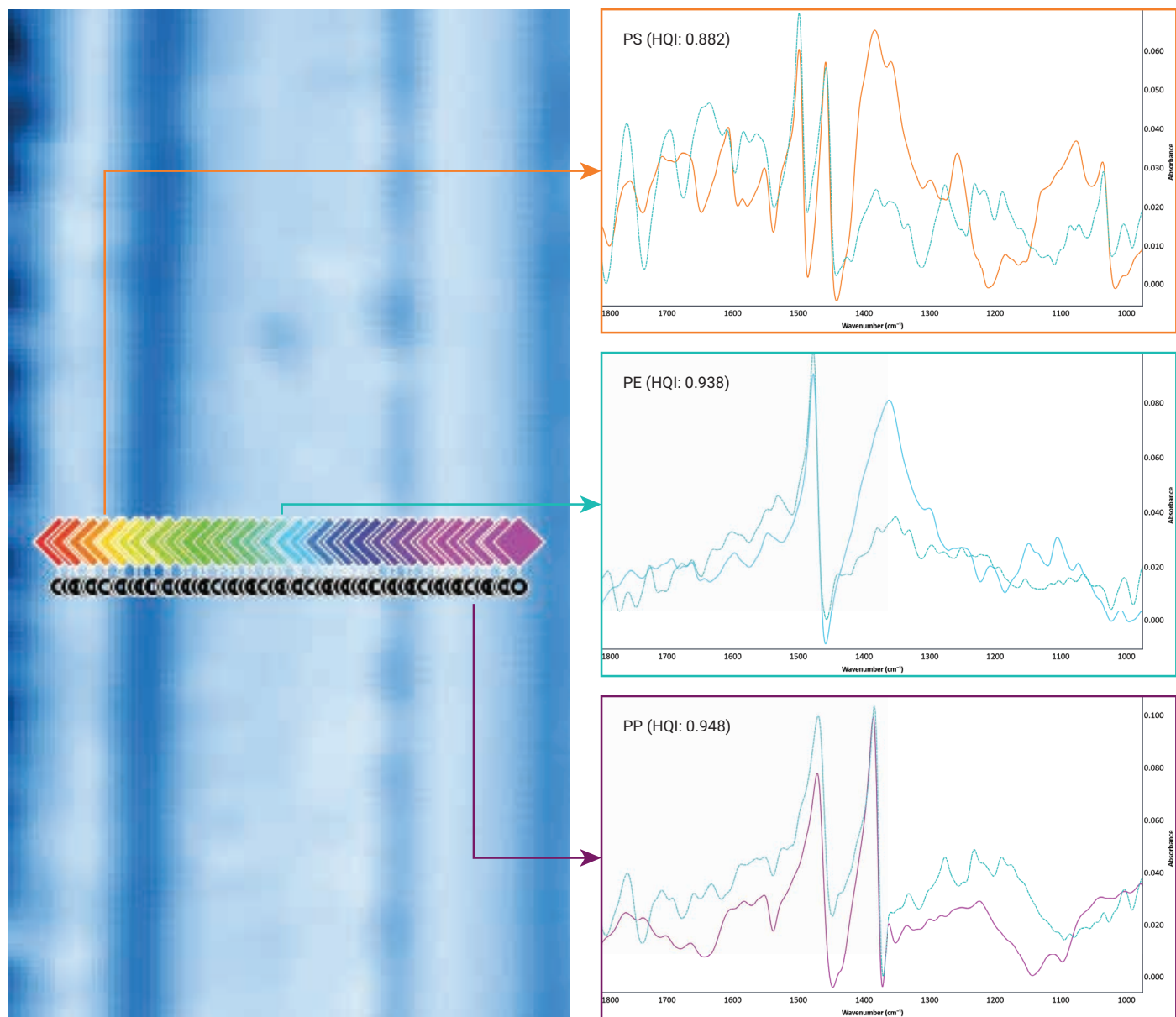


図 5. サンプル 2 の 3 つの層がそれぞれ PS、PE、PP として正しく同定され、ユーザー作成のスペクトルライブラリの有効性が確認されました。

サンプル 3 は市販のリチウムイオン電池セパレータです。3 層（PP、PE、PP）で構成され、総厚が 25 μm であることがメーカーより報告されています。図 6 に示すように、8700 LDIR で測定した積層の総厚は 29 μm でした。このような薄さにかかわらず、3 層すべてが、層 1（PP）は HQI 0.871、層 2（PE）は HQI 0.843、層 3（PP）は HQI 0.800 というスコアで正しく同定されました。

以上の結果から、8700 LDIR システムが、10 μm 未満の層から成るサンプルでも、優れた空間的分解能とスペクトル分解能で多層構造を解像し、同定できることが実証されました。

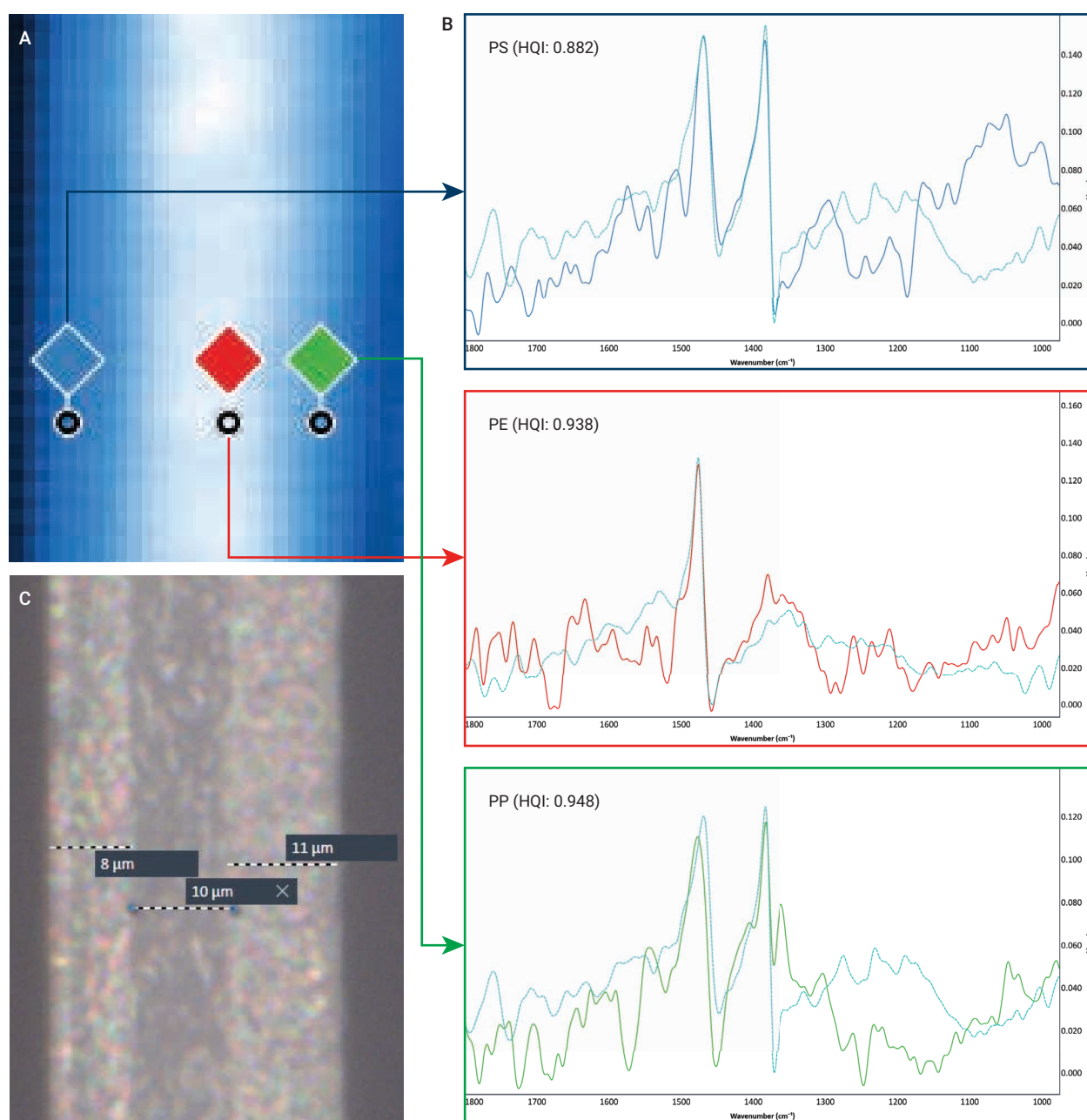


図 6. (A) 3 つの極薄層で構成されるリチウムイオン電池セパレータの赤外イメージ、(B) IR イメージから得られたシングルポイントスペクトル（実線：採取されたスペクトル、破線：一致したライブラリスペクトル）と HQI スコア、(C) 各層の厚さが示された可視イメージ

結論

Agilent 8700 LDIR ケミカルイメージングシステムは、食品包装材から電池セパレータまで、多様なアプリケーションの多層分析に非常に有効な非破壊ソリューションです。ラミネートホルダ、高倍率イメージング、IR イメージング、ラインプロファイルスペクトル収集を組み合わせたメソッドにより、層の厚さ、形態、材料組成に関する明確な洞察が得られます。また、Agilent Clarity ソフトウェアでカスタムスペクトライブラリをすばやく作成できるため、特に未知の材料や多層材料中の汚染物質を同定する場合に、さらに高い有用性を発揮します。

8700 LDIR の多層分析ワークフローは、先進材料の研究開発におけるイノベーションにも、多様な業界における日々の品質保証にも役立ちます。

詳細情報

- Agilent 8700 LDIR ケミカルイメージングシステム
- Agilent Clarity ソフトウェア
- マイクロプラスチック技術の FAQ
- 水中のマイクロプラスチック分析
- 乳児用調製粉乳中のマイクロプラスチックの正確な特性解析

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタマコンタクトセンタ

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

DE-010763

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2026

Printed in Japan, November 17, 2025

5994-8799JAJP