Agilent Cary 610 赤外顕微鏡の優位性

技術概要

Agilent Cary 610 赤外顕微鏡の優位性

Agilent Cary 610 赤外顕微鏡は、様々なアプリケーションに対応し、幅広い分野で活用されています。この赤外顕微鏡は、高感度な測定によって、分析時間を短縮することが可能です。これにより、分析の効率が飛躍的に向上します。

概要

Agilent Cary 610 赤外顕微鏡は、無限遠補正光学系を採用し、高いスペクトル分解能と空間分解能を有しています。また、高い感度と高速な測定によって、分析時間の大幅な短縮が可能です。また、分析の目的に応じた測定モードを選択でき、赤外マッピング測定にも対応が可能です。この赤外顕微鏡は、高分子化合物と材料化学、薬学および生命工学、電子機器と電子材料、法医学、国土安全保障と学術研究のような数多くのアプリケーションに不可欠なツールです。また、ベンチトップ FTIR による微小 (数百から 10 µm) サンプルの分析において、多くの優位性があります。Agilent Cary 610 赤外顕微鏡には、赤外顕微鏡として重要な以下の 4 点について、優れた優位性があります。

- 分析領域
- 感度および分析性能
- システムの汎用性およびアップグレード能力
- サンプル分析の容易さ–「簡単なオペレーション」

Agilent Technologies

分析領域

Agilent Cary 610 赤外顕微鏡は、回折限界のある分光装置であり、10 µm 程度の微小領域の測定を行うことができます。そのため、微小物あるいは微小領域の化学構造評価などの分析に用いられます。スペクトルの測定前に、顕微鏡のビュースルーアパーチャーのサイズを調整し、目的のサンプル分析領域を設定できます。これにより、サンプル分析領域に赤外光を効率的に集光し、周辺領域からの分光干渉を取り除くことができます。アジレントのビュースルーアパーチャーは、分析領域を正確かつ簡単に設定することができ、顕微鏡と PC から制御することができます。図 1a に示されているように、ビュースルーアパーチャーは、設定した分析領域以外の領域も可視光による観察が可能です。ビュースルーアパーチャーは、いずれの角度にも回転調整することができ、長さと幅を別々に調整することができます。図 1b に示されるように、アパーチャーのサイズと角度をサンプルに合わせることができます。

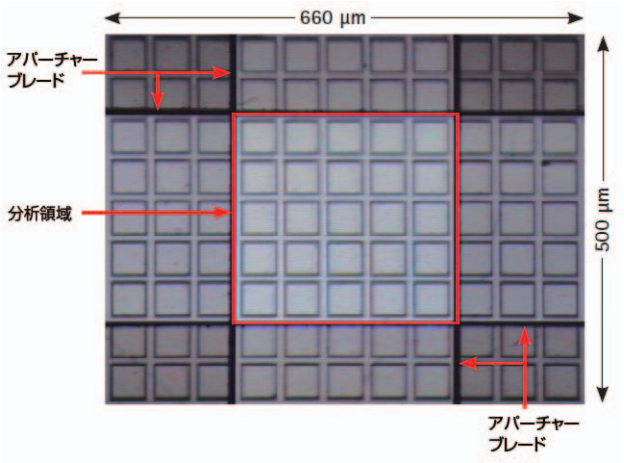

図 1a. Agilent Cary 610 赤外顕微鏡のアパーチャーにて分析領域を設定した状態。サンプル全体を確認しながら容易に分析領域を設定することができ、分析にかかる時間を短縮することができます。

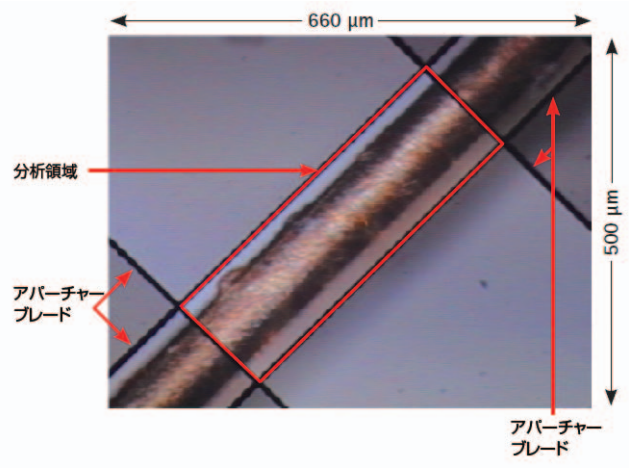

図 1b. 回転が可能なアパーチャーは、様々なサイズおよび向きのサンプルに対しても、分析領域を設定することができます。ここでは、髪の毛の例を示します。これは、法医学におけるアプリケーションであり、類似のサンプルにも適用することができます。

感度および分析性能

赤外分光光度計および顕微鏡の性能を評価する重要なパラメータの一つに、シグナル対ノイズ比 (S/N 比) があります。赤外顕微鏡の分光特性は、赤外エネルギーのスループットと、連結している分光器の構成に影響を受けます。Agilent Cary 600 シリーズ赤外分光光度計は、無類の感度および分析性能を示します[1,2]。

Cary 610 赤外顕微鏡の無限遠補正光学系は、透過および反射の両方について、性能が最大となるよう設計されています。オープンビームの S/N 比は、感度の測定に利用されます。また、装置が対象となっているアプリケーションの要件を満たしているかどうかを決めるための根本的な基準と見なされます。顕微赤外分光法では、100 % ラインのデータを得るために、バックグランドのシングルビームと同じ条件で測定したシングルビームを測定し、それぞれのシングルビームの比を取ります。こうして得られた 100 % ラインスペクトルより、S/N 比を求めます。

ノイズ幅は、2200～2100cm^{-1} の波数範囲の最大値と最小値 (P-P) の幅を測定します。反射法では、金蒸着ミラーを用いて同様な測定を行います。

S/N 比は、FTIR 装置メーカーによって公表される一般的な仕様です。表 1 に Cary 600 シリーズ FTIR に Cary 610 赤外顕微鏡を付設して、2200～2100cm^{-1} における長時間のオープンビーム S/N 比 (P-P) の代表的な値を示します。顕微鏡の検出器には、250 µm 挟帯域 MCT を搭載し、アパーチャーは 100 µm に設定して測定をしています。

表 1. Cary 600 シリーズ FTIR に Cary 610 赤外顕微鏡を付設した、2200～2100 cm^{-1} における S/N 比 (P-P) の代表的な値。高い S/N 比は、赤外顕微鏡の感度がより高いことを示しており、Cary 610 赤外顕微鏡が比類の無い性能を有していることを示しています。

分光器および顕微鏡	透過法による S/N 比 (p-p)	反射法による S/N 比 (p-p)
Cary 660 FTIR + Cary 610 FTIR	9500	5500
Cary 670 FTIR + Cary 610 FTIR	12500	7700
Cary 680 FTIR + Cary 610 FTIR	12500	7700

スペクトル測定パラメータ :

- 検出器 : MCT
- 光源 : MIR (標準モード)
- 測定時間 : 120 s
- スペクトル分解能 : 4 cm^{-1}
- 光源アパーチャー : 2 cm^{-1}

通常、FTIR 装置メーカーは、100 µm アパーチャー (250 µm 検出器の場合でも) を用いて、MCT 検出器が搭載された顕微鏡の S/N 値を公表していることに留意しなければなりません。250 µm 検出器に対して100 µm アパーチャーで S/N 比を測定すると、検出器の到達可能な S/N 比が低下します。アパーチャーサイズが、検出素子のサイズに一致 (すなわち、250 µm MCT 検出器に 250 µm アパーチャー、あるいは 100 µm MCT 検出器に 100 µm アパーチャー) している場合、S/N 比は明らかに高くなります。

非常に小さなサンプルを測定する場合、システムの感度に影響を与えるもう一つの要因は、顕微鏡に組み込まれている検出素子のサイズです。Cary 610 赤外顕微鏡の検出素子は、250 x 250 µm および 100 x 100 µm の両方のフォーマットを利用できます。また、顕微鏡は、一台あるいは二台の単素子検出器で構成することができます。2 つの検出素子サイズのどちらを選択するかは、現在そして将来的なユーザーのアプリケーションに基づきます。検出素子サイズ 250 µm の検出器は、広域の測定領域に対応することができます。そのため、複数のユーザーが使用する環境に大変適しており、優れた分光性能があります。これに対して、検出素子サイズ 100 µm の検出器は、100 µm 以下のサンプルを効率よく測定することができます。250 µm フォーマットよりも短い時間で、微小サンプルに対して優れた感度 (S/N 比) を提供します。これは、図 2 に示されるように、100 µm フォーマットでは、ノイズが比例して少なくなるからです。

実際、Cary 610 赤外顕微鏡の性能は、分析にかかるすべての時間を短縮します。また、従来型の FTIR を使用している時に見逃す可能性がある微小な吸収ピークを検出する優れた感度を有しています。

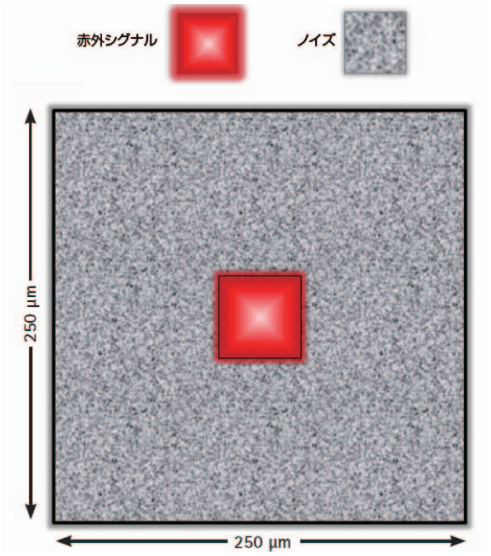

図 2a. 250 x 250 µm 角 MCT 検出素子

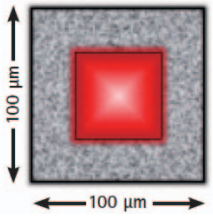

図 2b. 100 x 100 µm 角 MCT 検出素子

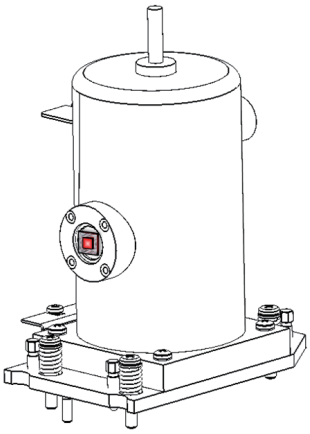

図 2c. MCT 検出器における検出素子の位置

図 2. 上図は、(図 2a) 250 x 250 µm および (図 2b) 100 x 100 µm MCT 検出器の検出素子に投影された 50 x 50 µm の赤外光のイメージを示しています。凡例 : 赤色正方形 = 赤外光受光領域、灰色正方形 = 赤外光未受光領域 (この領域は、検出器ノイズに最も寄与します)。等しいスペクトル測定時間で、100 µm 検出素子は、この小さな空間分解能に対して 250 µm 検出素子よりも高い S/N 性能を示します。図 2c は、MCT 検出器の検出素子の位置を示します。

汎用性およびアクセサリ

赤外顕微鏡を選択するときに考慮しなければならない 3 番目の重要な特性は、システム全体にわたる汎用性です。現行の分析装置にかかる費用について、汎用性とアップグレード能力があることは、少ない費用で様々なアプリケーションへの対応が可能となることを意味します。Agilent Cary 610 赤外顕微鏡は、光学性能を最適化し、最高の汎用性を提供できるように構築されています。無限遠補正光学系は、赤外光と可視光を平行光にすることにより、可視観察と赤外分析の両方で高い精度 (より鮮明な焦点) を得るための無限遠点の焦点を持つよう設計されています。すべての Agilent Cary 600 シリーズ赤外顕微鏡は、最高の汎用性を確実にするために無限補正光学系を採用しています。

すべてのアプリケーションに適合させるために、幅広い対物レンズとアクセサリをこの光学系の構成に組み合わせることができます。Agilent Cary 610 赤外顕微鏡は、4 x、10 x、20 x、40 x の可視対物レンズ、15 x の可視および赤外対物レンズ、ラージサンプル対物レンズ、固定あるいは回転可能な可視および赤外偏光子、特注の対物レンズ、グレージングアングル対物レンズを取り付けることができます。グレージングアングル対物レンズは、単分子膜のような超薄膜の分析に適しています。これは、他の顕微鏡の対物レンズよりも優れた感度と検出下限が得られるためです。

図 3 に示されるように、この対物レンズは、公称 75° で赤外光が入射するように設計されています。これにより、サンプルの光路長が長くなり、吸収強度が増大します。

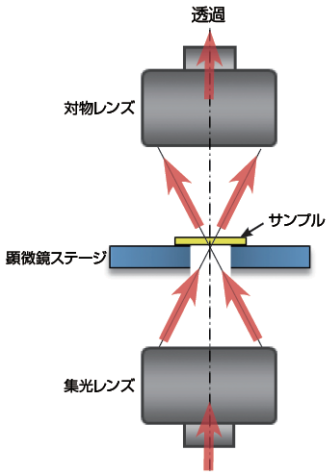

図 3a. 透過モード

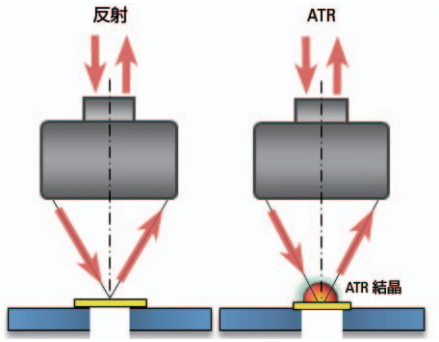

図 3b. 反射モード　**図 3c.** ATR モード

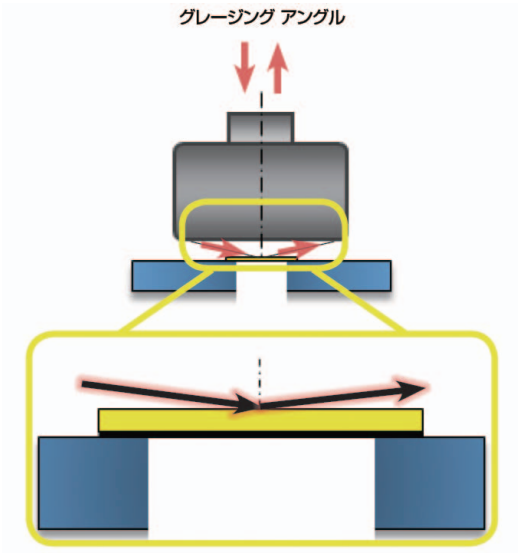

図 3d. グレージングアングルモード

図 3. 透過、反射、ATR、グレージングアングルの幅広い測定モードに対応し、サンプルに適したモードでの測定を簡単に行うことができます。

Cary 610 赤外顕微鏡の汎用性により、透過、反射、ATR モードで、高品質な赤外スペクトルを得ることができます。
この適応性により、困難なサンプル分析について種々の実験を構成できます。また、顕微赤外分光法の実用性を向上することができます。加えて、全てのアジレントの顕微鏡は、複数の対物レンズを同時に取り付けることができるマルチポジションターレットを備えています。

Resolutions Pro ソフトウェアは、積算前および積算中の演算処理されたスペクトルデータをリアルタイムにモニターすることができます。サンプルの化学的性質について、即時にフィードバックが提供されます。そして、インターフェログラムのシグナルレベルあるいはシングルビームのスペクトルも、スペクトルデータを取り込む前にリアルタイムでモニターができ、各パラメータを変更することができます。マイクロ ATR 測定では、このソフトウェアの機能により、ATR がサンプルに接触した状況をリアルタイムに確認できます。そして、全てのサンプルの種類に対して、ATR 接触圧力を最適化することができます。

Agilent Cary 610 赤外顕微鏡用いたマイクロ ATR 測定は、その簡便性により最もよく用いられている測定手法です。また、ハードウェアおよびソフトウェアにおいて、数多くの優位性があります。ATR 測定は、サンプルの非破壊分析が可能となるため、わずかな前処理もしくは前処理を行わずに測定を行うことができます。ステージ上のサンプルは、ステージを上昇させることによって、ATR と接触をします。ATR アクセサリは、特に堅牢かつ使い易く設計されており、複数ユーザー環境下での使用に最適なものになっています。スライド式の ATR アクセサリは、結晶の洗浄と目視検査を簡単に行うことが可能で、ソフトウェアによりコンタミネーションをモニタリングすることができます。専用対物レンズを個別に購入する必要はありません。

アジレントは、様々なサンプルの分析に適応するために、ゲルマニウム結晶とダイアモンド結晶のスライドオン ATR アクセサリを使用することができます。各々のクリスタルには固有の優位性があるため、クリスタルの種類はアプリケーションの目的に応じて選択します。

ゲルマニウム結晶は高い屈折率があるため、幅広い種類のサンプルの分析に適しており、最も一般的で汎用性のある結晶です。そして、優れたスループットがあり、比較的に廉価です。ダイアモンド結晶は硬い固体の分析に対して優位性があり、物理的にも化学的にも堅牢な結晶です。図 4 に Cary 610 赤外顕微鏡にゲルマニウム ATR を用いて、ポリマーチューブの製造過程で付着した成分の分析例を示します。

スライドオン ATR アクセサリでは、非常にシンプルなサンプルの前処理を行うだけで、Cary 610 赤外顕微鏡の性能と感度の利点を得ることができます。また、サンプルに対する赤外光の滲み込み深さが 1 µm 前後と非常に浅いため、サンプルの表面分析を行うために最適な手法です。

システムに適応性があることは、赤外検出器の検出素子サイズが選択できることからも明らかです。
Cary 610 赤外顕微鏡では、高感度狭帯域 (10000～700 cm^{-1}) および広帯域 (8000～450 cm^{-1}) MCT 検出器から選択が可能です。また、インジウムアンチモン (11000～1800 cm^{-1}) が近赤外分析用に選択できます。

さらに、Cary 610 赤外顕微鏡は、Cary 620 赤外顕微鏡へのアップグレードにも対応をしています。Cary 620 赤外顕微鏡は、フォーカルプレーンアレイ検出器が搭載可能な顕微赤外イメージングシステムで、特定の 2 次元平面を数百から数千の空間的に分割された赤外スペクトルを同時に取得することができます。また、サンプルを移動するためのモーター駆動ステージを必要としない「スナップショット」イメージを得ることができます。このシステムは、実験を管理する上で最高のものであり、感度が高く、そして、最速の赤外スペクトルイメージングシステムです。顕微鏡のステージにより、実験を行う上で有効な柔軟性が提供されます。そのステージには、高い精度の位置設定ができる標準マニュアルステージか、赤外マッピング測定を可能にするモーター駆動ステージのいずれかを構成することができます。サンプルの焦点位置は、ユーザーの選択により、手動あるいは自動で調整できます (低精度、中精度、および高精度の調整)。その上、アジレントの赤外顕微鏡は、最大の作動距離 (25 mm) を有しており、標準およびカスタマイズされたサンプルホルダー、液体セルをステージ上に設置させることができます。顕微鏡のステージは、精度の高い加熱および冷却サンプルステージを取り付けることが可能であり、幅広い温度範囲 (-196 °C から 1500 °C) にわたってサンプルのダイナミックな研究を行うことができます。

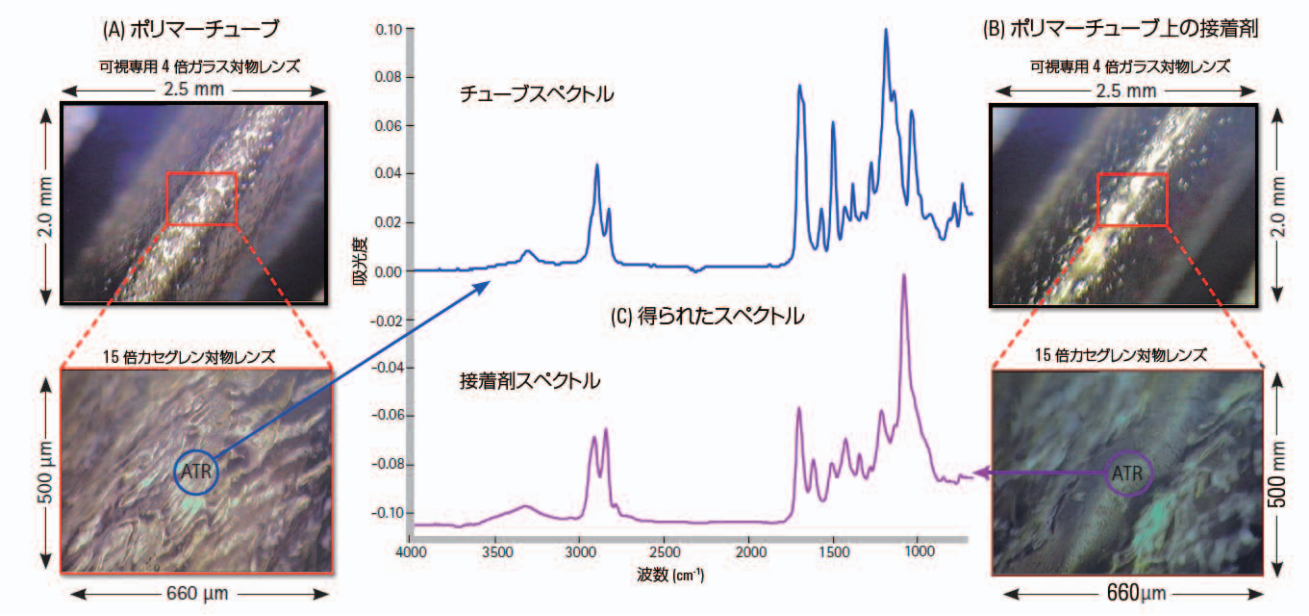

図 4. (A) 正常なポリマーチューブ表面の可視イメージ、(B) ポリマーチューブ表面に付着した接着剤および (C) 5 秒間積算で得られた赤外スペクトルの結果。対象のサンプル領域は、目視で確認しました。その次に高品質スペクトルデータを得るため、ゲルマニウムスライドオン ATR に接触するようステージを上げました (顕微鏡のステージを使用)。このような分析は、ポリマーおよび材料分野の業界では QC およびトラブルシューティングに用いることができます。

使い易い機能

Cary 610 赤外顕微鏡のハードウェアおよびソフトウェアには、効率を上げるために、ユーザーが十分に制御できるよう使い易い機能が組み込まれています。顕微鏡の使い易さは、実装されているハードウェアの機能の一部に起因しています。独自の制御パネルから、スペクトル収集を行うすべての共通動作にアクセスすることができます。制御パネルには、アパーチャーのサイズと傾きの設定、可視照明の照度調整、透過モードと反射モードの切り替え、可視イメージのキャプチャー、バックグランド測定およびサンプル測定を実行するボタンが配置されています。顕微鏡は、内部パージコネクタを組み込んでいます。そして、対物カセグレンレンズと集光用カセグレンレンズには、サンプル周辺の二酸化炭素と水蒸気の変動を最小限にし、高品質のスペクトルデータを得るためのパージカラーがついています。

他の赤外顕微鏡と異なり、すべてのアジレントのシステムは、双眼鏡 (固定または傾斜角可変) およびシステムソフトウェアからリアルタイムで高品質の写真と動画を取り込むことのできる CCD カメラを内蔵しています。これにより、赤外スペクトルを収集する前に、サンプルのイメージを自動的に取得することができます。加えて、顕微鏡システムでは、双眼鏡と内部可視カメラを通して、同時にサンプルの可視観察をすることができます。これにより、ステージ上でサンプルの位置調整を行っている間に、ソフトウェアを介してサンプルを観察することができます。Cary 610 赤外顕微鏡には、可視光照明に高輝度の白色 LED が組み込まれています。これにより、素早いセットアップおよび結果における信頼性を上げるために、(厚い、暗い、あるいは反射率の低い材料の場合でも) 高品質なサンプルの可視観察を確実に行うことができます。

Resolutions Pro ソフトウェアの汎用性とその使い易さにより、すべての経験のあるユーザーは赤外顕微鏡を利用しやすくなります。このソフトウェアでは、通常の実験を簡単にするため、目的のアプリケーションごとのメソッドを作成することができます。すべてのスペクトルと赤外スペクトル収集に必要な装置パラメータ (スキャン回数、バックグラウンドスキャン回数、スペクトル分解能、スキャン種類、波数領域およびアポダイゼーション) として、一つのメソッドに集約することができます。メソッドは、ベースライン補正、微分、ピーク検出、スペクトル検索および定量予測のような収集後の操作も含みます。高品質のスペクトルを収集するために、個々のパラメータについての値の入力や顕

微赤外分光法における専門知識は不要です。Resolutions Pro ソフトウェアでは、マウスのシングルクリックで適切なメソッドを選択し、全てのパラメータを同時にロードします。ルーチン実験を簡単にするため、任意のアプリケーションに対して、複数のメソッドを作成することができます。また、標準操作手順に適合するため、修正を行い保存することができます。従来の FTIR 分析と同様、ソフトウェアは、高速なデータの再処理および異なるデータ処理条件による赤外スペクトルの再構築については、すべて生データ (インターフェログラム) に遡って再処理されます。これは、データの再収集の必要性を取り除き、貴重な時間と費用を節約します。ソフトウェアは、スペクトルに関連する可視イメージを表示し、全てのスペクトル収集と処理パラメータの編集不能な情報として保持するよう設計されています。それによって、対象データを失う可能性を取り除きます。ソフトウェアには、簡単に実行できる顕微鏡の性能試験プログラムが標準で搭載されています。希望する時間間隔で、それらのシステムの性能を試験することができるため、結果における全般的な信頼性を上げることができます。

マッピング測定

マッピング測定は、一般的な顕微赤外測定の応用的な手法になります。マッピング測定が可能な赤外顕微鏡には、測定とサンプルの走査を同期させるために、モーター駆動のステージを取り付ける必要があります。マッピング測定では、同一サンプル上の異なる複数ポイントの赤外スペクトルを連続して取得します。したがって、任意の測定領域を空間的に分割した各ポイントの赤外スペクトルを取得することができます。その結果、サンプル内の成分あるいは化学構造の違いを反映した結果が得られます。また、数センチの測定領域について、特定成分の相対的な分布を可視化するために最適であるため、サンプルの化学的構造を厳密に分析する優れた手法です。

Cary 610 赤外顕微鏡により、透過、反射および ATR モードで、広いサンプル領域の完全に自動化されたマッピング分析を行うことができます。Resolutions Pro を用いることにより、マッピング測定は、非常に柔軟になります。任意の測定ポイントを指定しての測定あるいは、グリッドマッピングテンプレートを用いての測定を行うことができます。グリッドマッピングテンプレートは、サンプルに合わせて自由に設定が可能で、設定を保存しておけば、再び読み込んで使用することができます。測定する領域やスペクトルを測定するポイント、ステップ距離、アパーチャサイズを任意に設定することができます。図 5 は、任意の測定ポイントを指定した赤外マッピングの例です。

マッピング測定の結果は、可視イメージと相関性のあるデータして構築されます。可視イメージは、各々のスペクトル収集の位置および赤外スペクトル (ソフトウェアの可視イメージ上の緑色の円で表示) の位置を示します。ソフトウェアで任意のポイントを選択することにより、関連するスペクトルが表示され、円内が塗りつぶされます。広い可視イメージ (図 5 に示されているように) で複数の緑色の円を選択することにより、解釈を容易にする複数のスペクトルが同時に表示されます。Resolutions Pro ソフトウェアは、サンプルの可視画像の上に等高線マップを重ねて作成することが可能で、このほかにも、マッピング測定にて得られた結果の解釈を容易にする多くの機能が含まれています。この機能により、化学的な異成分を評価するために、測定されたサンプル領域について特定の官能基 (例えば、カルボニル基) または複数のスペクトルピークの (例えば、1400～1250cm^{-1} の範囲) の空間分布を 2 次元または 3 次元で視覚化することができます。等高線マップは、強度に対して色分けされており、その色分けは着目するピーク強度に基づいています。ソフトウェアは、追加の構造情報を抽出するために、自社製あるいは市販のデータベースに対してスペクトルの比較、検索、マッチングを行うことができます。図 5 の 100 元の中国紙幣の測定例では、インクと印刷材料が、正しい化学成分であることを確認することができました。

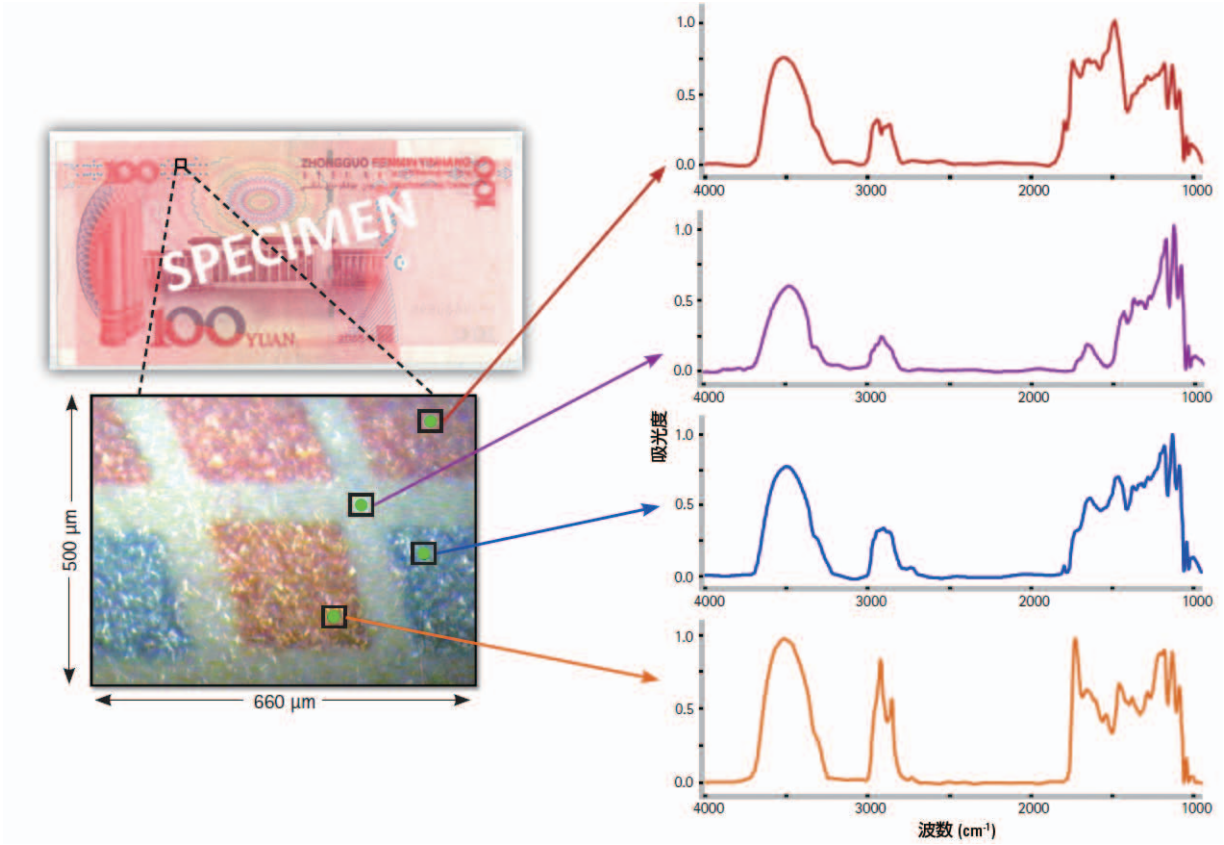

図 5. 100 元の中国紙幣の可視イメージおよび紙幣の異なった領域の赤外マッピングから得られた FTIR スペクトル。インクと印刷材料の化学成分を、約 35 µm (拡大された可視領域で、緑色の円が含まれている黒色の枠で指定) のアパーチャーサイズに設定して測定しました。紙幣が偽造品でないことを確認するために、マッピング測定の特徴を生かし、紙幣上で数インチに渡りユーザーが規定した位置から、複数のスペクトルを自動的に測定することができます。アプリケーションは、法医学、化学およびポリマー業界にて広く活用されています。

要約

Agilent Cary 610 赤外顕微鏡は、最も高い性能と、最高の汎用性と操作性を有しています。また、シングルポイント測定から赤外マッピング測定に至る幅広いソリューションの提供が可能で、ユーザーのニーズに最適な構成にカスタマイズすることができます。

参考文献

1. Agilent Technologies, Inc. 2008. Optimized FTIR spectrometer design for optical performance. Technical Overview SI-1335.

2. Agilent Technologies, Inc. 2008. Highest available signal-to-noise performance, delivering superior sensitivity and analytical performance. Technical Overview SI-1353.

www.agilent.com/chem/jp

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc., 2010, 2011, 2013
Published June 30, 2013
Publication Number SI-02288JAJP

Agilent Technologies