ノート

分光分析におけるイメージング測定と解析技術の研究

岡田　英樹*　天城　裕子*　永井　直人*

Measurement Techniques and Analytical Methods for Chemical Imaging by Spectroscopy

OKADA Hideki*, AMAKI Yuko* and NAGAI Naoto*

1. 緒　　言

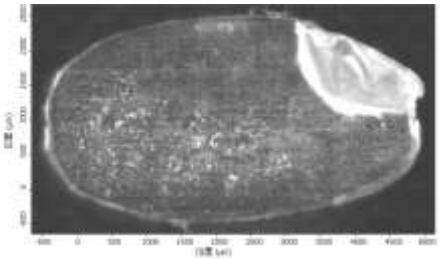
イメージングとは元素や物性など面内での分布を可視化する技術である。可視像と一致した情報が得られたり，可視像では判別できない違いなどを発見できるといったことから，様々な分析手法でイメージング測定は行われるようになってきている。近年，装置能力の向上によって，赤外分光分析やラマン分光分析といった分光分析の分野でもイメージング測定が普及してきている。こういった分析では，電子線マイクロアナリシスや蛍光 X 線分析で得られる元素情報ではなく，化学構造の情報が得られるため，異物や付着物，変色などの製造現場で発生する様々なトラブルの解決には欠かせないものとなっている。

そこで本研究では，昨年度導入した顕微赤外イメージングを使用し，得られるイメージングの測定方法やその解析技術について検討を行った。また，ラマン分光分析についても検討を行った。

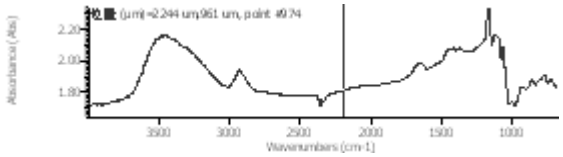
2. 実験方法と結果

2.1　使用装置

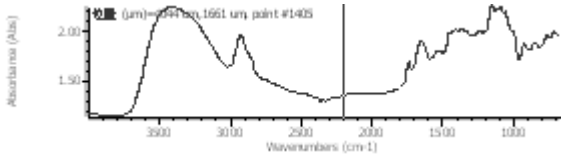
イメージング測定に使用した装置は，サーモフィッシャーサイエンティフィック（株）製の赤外イメージングシステム Nicolet iN10MX，日本日本分光（株）製レーザラマン分光光度計 NRS-3100 を用いた。



（a）玄米断面の観察像



（b）胚乳の赤外スペクトル



（c）胚芽の赤外スペクトル

図 1　玄米断面の観察像と赤外スペクトル

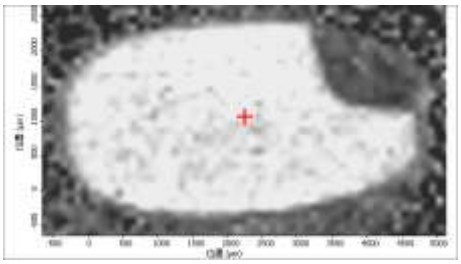
2.2　実験結果

多層フィルムや樹脂の劣化層などの工業材料や食品などのイメージング測定を行ったが，ここでは紙面の都合上，玄米の断面について，赤外分光分析によるイメージングとラマン分光分析によるイメージングを行った結果について示す。図 1 に玄米の断面の観察像と胚乳と胚芽の赤外スペクトルを示す。測定条件は表 1 のとおり。反射測定のため，一部スペクトルが歪んでいるが，胚乳，胚芽の測定部位の赤外スペクトルは異なっていることが分かった。そこで，1170，1560，1750cm^{-1} のピークに着目し，それぞれピーク高さでイメージングを行った。その結果を図 2 に示す。1170cm^{-1} は多糖（でんぷ

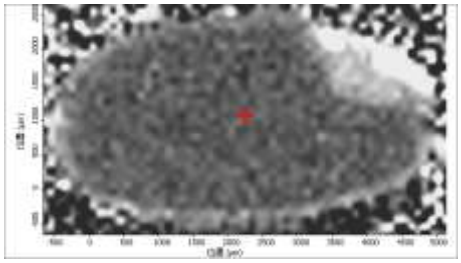
*　下越技術支援センター

表 1　測定条件

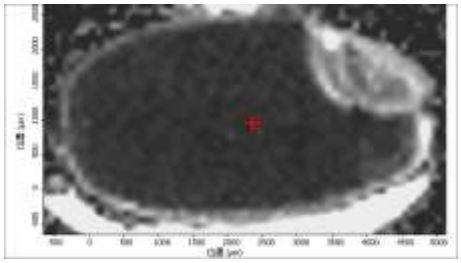
測定方法	反射法
分解能	8cm^{-1}
積算回数	16 回（3.06 秒）
ピクセルサイズ	100μm
測定エリア	5800×3300μm
スペクトル数	2006
測定時間	102 分
Au ミラーをバックグラウンドにして測定	



(a) 1170cm^{-1} のイメージング



(b) 1560cm^{-1} のイメージング



(c) 1750cm^{-1} のイメージング

図 2　玄米断面の赤外イメージング

ん），1560cm^{-1} はアミド（タンパク質），1750cm^{-1} はエステル（油脂）を示している。胚芽の部分にはタンパク質や油脂が多く，油脂は表面付近に多いことが分かる。また，胚芽の中でもタンパク質や油脂の分布があることも分かった。

同じサンプルをラマン分光分析によるイメージング測定を行った。図 3 に胚乳と胚芽，その境界のラマンスペクトルを示す。測定条件は表 2 のとおり。

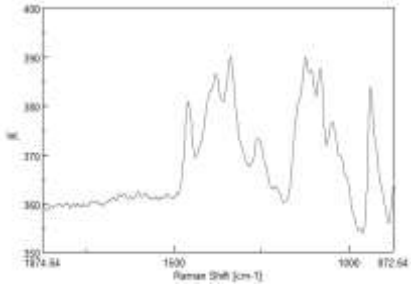
表 2　測定条件

レーザ波長	532nm
露光時間	1 秒
積算回数	20 回
ピクセルサイズ	100μm
測定エリア	5800×3200μm
スペクトル数	1856
測定時間	619 分

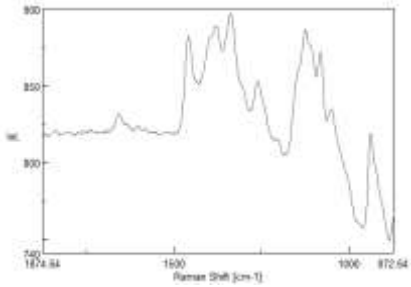
ラマン分光分析でも胚乳と胚芽のスペクトルが異なっており，胚乳で見られるスペクトルはでんぷん，胚芽で見られているスペクトルはカロテノイドのスペクトルと一致している。胚芽と胚乳の境界部分ではでんぷんのスペクトル以外に油脂やタンパク質に由来する 1660cm^{-1} 付近にピークがみられるが，油脂の不飽和結合とタンパク質のアミド I のラマンシフトはほぼ同じ位置に出るため，分離した解析が難しい。940，1520，1660cm^{-1} のピークに着目し，それぞれピーク高さでイメージングを行った。その結果を図 4 に示す。940cm^{-1} は多糖（でんぷん），1520cm^{-1} はカロテノイド，1660cm^{-1} は油脂とタンパク質を示している。ラマンイメージングでも赤外イメージングとほぼ同じような像が得られているが，ラマンイメージングでは赤外イメージングでは確認できなかったカロテノイドの分布を知ることができている。ただ，カロテノイドの分布は見えてはいるものの，胚芽の部分では蛍光が強く，その他の情報が得られにくい。油脂のカルボニル基の感度も赤外分光分析のほうが良いため，油脂の分析するためには赤外を使用するほうが望ましい。

3. 結　　言

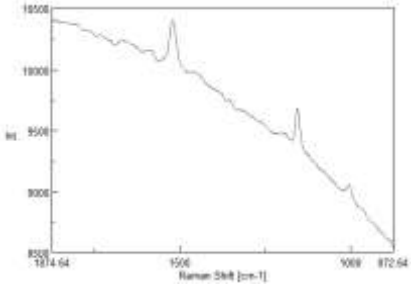
化学構造の情報が得られる赤外分光分析とラマン分光分析によるイメージング測定により，製品や食品中の成分の分布状態を把握することができることがわかった。



(a) 胚乳のラマンスペクトル

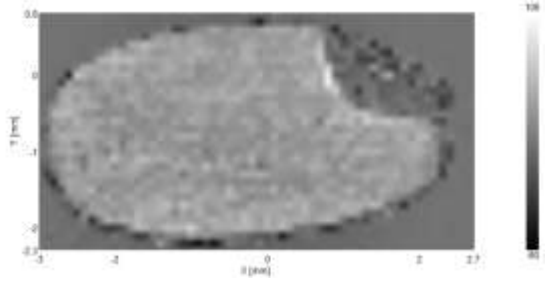


(b) 胚芽と胚乳の境界のラマンスペクトル

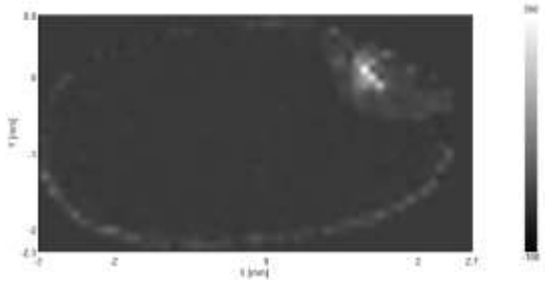


(c) 胚芽のラマンスペクトル

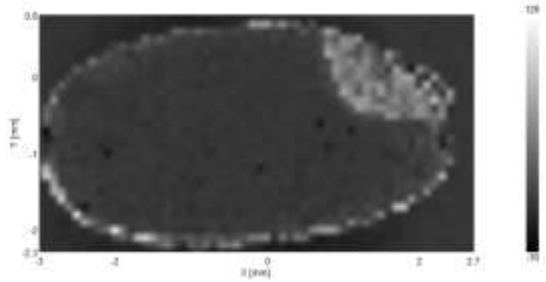
図 3　玄米断面のラマンスペクトル



(a) 940cm^{-1} のイメージング



(b) 1520cm^{-1} のイメージング



(c) 1660cm^{-1} のイメージング

図 4　玄米断面のラマンイメージング