

# HYPERION II - ILIM : QCL と FT-IR を用いた自動車塗装片の法科学的分析

Application Note MIC420

## はじめに

赤外顕微鏡は、微小物の組成を同定できる分析ツールの1つであり、法科学の証拠分析においても不可欠なものとなっています。例えば自動車によるひき逃げなどの犯罪現場において、繊維、粒子、残留物などを化学的に同定することで、物的証拠を特定し、犯人や被害者との関連性を調査することができます。

今日、自動車ボディの塗装は、まさにハイテク製品と言えます。自動車に独特の外観を与え、さらに耐候性を向上させるために、非常に特殊な加工が行われ、複数の異なる層で構成されています。そのため、塗装の状態や各層の組成を分析することにより、指紋鑑定のように、自動車のメーカーやモデルを特定することができます。赤外顕微鏡は微小な塗装の欠片も分析することが可能なため、実際に事故車両の特定に貢献しています。

当然、科学捜査において、精度と信頼性は最重要課題です。ここで紹介するブルカーの HYPERION II - ILIM システムによる、IR レーザーイメージングと顕微 FT-IR 測定を併用した分析法は、分析時間を大幅に短縮しつつ、分析の質をさらに向上させることができます。

## IR レーザーイメージングと FT-IR で使用される光源のちがいを

IR レーザーイメージングの光源として用いられる量子カスケードレーザー (QCL : 波数可変半導体レーザー) は、FT-IR で一般的に使用される熱赤外光源と比較して、はるかに高いエネルギー密度を有しています。

そのため、これまでにない高い感度が得られ、その結果として、より高速な分光イメージングが可能になります。なお、現在の QCL で得られるスペクトル範囲は赤外指紋領域 ( $1800 \sim 950\text{cm}^{-1}$ ) に限られるため、さらに分析の信頼性を確保するには、通常の顕微 FT-IR 測定と組み合わせることが大切です。

## IR レーザーイメージングと FT-IR を併用したベストな分析法

HYPERION II - ILIM システムでは、IR レーザーイメージングと FT-IR とともに、透過、反射、ATR のいずれの測定手法も適用が可能です。また、IR レーザーイメージングには、2種類のイメージデータ取得モードが用意されています。

**波数スイープイメージング**では、測定する波数範囲を自由に選択でき、レーザー波数の連続的な掃引によってスペクトルが生成されるため、超高速スペクトルイメージングが可能になります。本アプリケーションノートにあるように、得られるスペクトルは FT-IR と同等です。

**IR ライブイメージング**では、任意の波数において、ビデオフレームレートでケミカルイメージをリアルタイムに観察することができます。先に記しましたが、IR レーザーイメージングで得られるスペクトルは、赤外の指紋領域 ( $1800 \sim 950\text{cm}^{-1}$ ) に限られます。一方、顕微 FT-IR 測定では従来同様、**広い波数範囲 ( $6000 \sim 450\text{cm}^{-1}$  程度)** の IR スペクトルが得られるため、未知物質の同定を容易にし、高度な信頼性を提供することができます。

したがって、**IR レーザーイメージングと FT-IR の併用**により、ユーザーは関心領域の迅速な特定と測定、そして、よりの確な定性分析を行うことができるようになります。

## 応用例：自動車の塗装片

通常、犯罪現場から採取した自動車の塗装片を分析する場合、その層構造を観察しながら分析ができるように、試料をエポキシなどの樹脂に包埋した後、マイクロトームを用いて塗装断面の切片を調製します。このとき、作業効率を上げるために複数の塗装片をまとめて樹脂包埋し、マイクロトームで一度に切削することもあります。この切片について、透過法で顕微 FTIR 測定を行うことは、迅速で安定したスペクトルデータの取得を実現するとともに、物的証拠を分析に供した状態のまま保存できるというメリットがあります。

図 1 (左) は、エポキシ樹脂に包埋された複数の塗装片試料を含む 2.3x2.3 mm<sup>2</sup> のマイクロトーム切片の観察像です。はじめに、この切片試料全体について、QCL の波数スイープイメージ測定を行い、全指紋領域のスペクトルを取得することで、図 1 (右) のケミカルイメージを作成しました。ここで、同一色で示された層は、それぞれが同一材料であることを意味しています。スペクトル本数約 21 万本、ピクセル分解能 5µm という高解像度のケミカルイメージながら、測定時間はわずか 8 分です。得られた高コントラストのケミカルイメージにより、図 1 (左) の可視観察像では不明瞭だった層も明確に識別でき、関心領域の選択が非常に容易になりました。続けて、試料を別のステージに移動することなく、そのままの状態でご関心領域について FTIR 測定を行い、ライブラリ検索による定性分析を行いました。これにより、ケミカルイメージで色分けされた各層の成分が特定され、各塗装片の組成を明確化することができました。

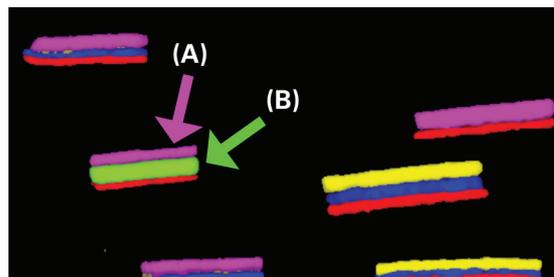


図 1  
自動車塗装片の可視観察像 (左) と QCL イメージ (右) の比較。

## ゲームチェンジャー：IR レーザーイメージングと FT-IR 測定を 1 台の装置で実現

HYPERION II - ILIM の IR レーザーイメージングは、驚くほどの短い時間で非常に高品質なケミカルイメージを提供しますが、今日の QCL では測定波数域が限られているため、未知試料を確実に特定するために必要な化学情報が十分に得られない場合があります。例えば、無機顔料やフィラー材料に関する情報は、1000cm<sup>-1</sup> 以下の領域に限られるケースがほとんどです。

HYPERION II は、こうした QCL の現時点における弱点を補える、IR レーザーイメージングと FT-IR 測定を 1 台で実現したハイブリッドシステムです。例えば、FT-IR 測定時に広帯域 MCT 検出器を使用することで、4500cm<sup>-1</sup> までの解析が可能となり、より多くの情報を得ることができます。広帯域 MCT 検出器は、低波数域にのみ現れる成分も検出できることから、しばしば法科学分野でも利用されています。HYPERION II のワークフローは完全に統合されており、ワンクリックで測定モードを切り替えることができるため、IR レーザーイメージングと FT-IR 測定を容易に併用することができます。

## 測定結果：効率と信頼性の向上

図 2 は、図 1 (右) に示した IR レーザーイメージングデータから抽出した、層 (A) および (B) に関する QCL スペクトルと、IR レーザーイメージングの直後に測定した、同じ 2 つの層の FT-IR スペクトルを、相互に比較したものです。各層について、赤外指紋領域における QCL および FT-IR スペクトルのパターンは一致しており、それぞれを同等に捉えていることがわかります。さらに、広帯域 MCT 検出器を用いて測定された層 (A) の FT-IR スペクトルからは、低波数領域においてブロードな吸収ピークが確認されました。これについてスペクトルデータベースと照合した結果、最下段に示す酸化アンチモン (Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) の標準スペクトルと一致することが確かめられ、層 (A) には無機系難燃剤として使用される Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> が含まれることが判りました。なお、今回の連続測定から一連の解析に要した総分析時間は、15 分未満でした。

QCL / FT-IR - ハイブリッド顕微鏡 HYPERION II は、最先端の IR レーザーイメージング技術と高い信頼性と実績をもつ FT-IR 技術を、1 つの簡単なワークフローで統合した最新のシステムです。両分析法の利点を活かし、より効率的な作業を実現するとともに、解析データの信頼性を向上させることが可能です。

図 2  
QCL イメージ (図 1 右) に示した層 (A) と (B) に関する、QCL および FTIR スペクトルの比較。

