

マルチチャンネルFTIRシステムの現状

錦田 晃一

サーモニコレ

研究開発部

ウイスコンシン州、マディソン市

市販システムの構成

- 分光器

- 液晶同調フィルタ(LCTF)、Linear variable filter (LVF)

- 干渉計

- 連続スキャン

- ステップスキャン

- 検出器

- 1次元アレー ・ InGaAs、 MCT

- 2次元アレー ・ InGaAs、 InSb、 MCT

- データ 処理・制御装置

市販システムの分類

- 中赤外

- FTIR + アレー検出器

- 連続スキャン + 1次元アレー検出器

- ステップスキャン + 2次元アレー検出器

- 連続スキャン + 2次元アレー検出器

- 近赤外

- 液晶フィルタ + アレー検出器

- LVF + アレー検出器

市販システムの分類(用途)

- 顕微分光サンプル
 - 6 x 6 μm 単位の試料情報(透過、反射測定)
 - 回折限界 $\sim 10 \mu\text{m}$
- マクロサンプル
 - 60 x 60 μm 単位の試料情報 (透過、反射測定)
- Imaging

需要

- 赤外スペクトル ・ 同定
- Imaging ・ 分布情報
- Imaging ・ スペクトルにおける固有情報によりImageのコントラストを増大
- Imageを解析
 - 製薬業界
 - 有効成分が目論んだように分布しているか？
 - 経時変化の状態
 - 生物・ 医学
 - 細胞
 - 化学・ 半導体等製造業

現在の傾向

- F D A 勧告
 - 全錠剤の検査
 - マクロ試料
 - NIRが有利
 - 開発競争に向け各社準備中
- 生命・生物科学
 - 細胞のイメージング
 - 顕微試料
 - Mid-IRが有利

市販システムの性能(1)

- 中赤外システム (MCT 検出器使用)

- 波数領域

- 2次元アレー : $\sim 7000 - 850, 7000 - 1000 \text{ cm}^{-1}$
- 1次元アレー : $\sim 7000 - 720 \text{ cm}^{-1}$

- 素子数

- 2次元アレー : $64 \times 64 (4096), 128 \times 128 (16,384)$
- 1次元アレー : 16

市販システムの性能(2)

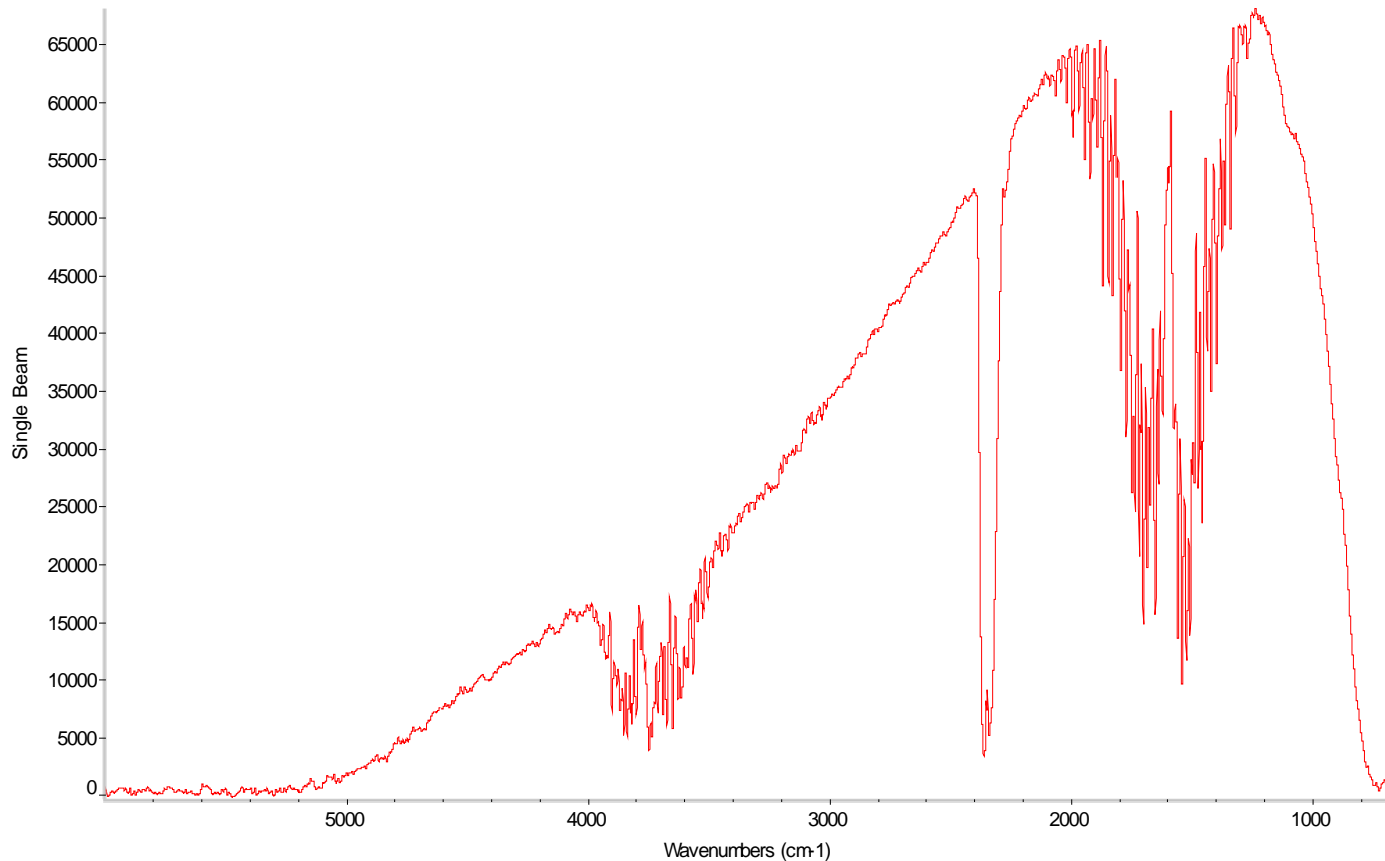
- 中赤外システム (MCT 検出器使用)
 - 測定速度(分解能 16 cm^{-1})
 - 連続スキャン + 1次元アレー
 - (7000 sp/90 sec 32 cm^{-1})
 - ステップスキャン + 2次元アレー
 - (4096sp/ 60 sec)
 - 連続スキャン + 2次元アレー
 - (16348sp/15sec)

ニコレ における開発現状

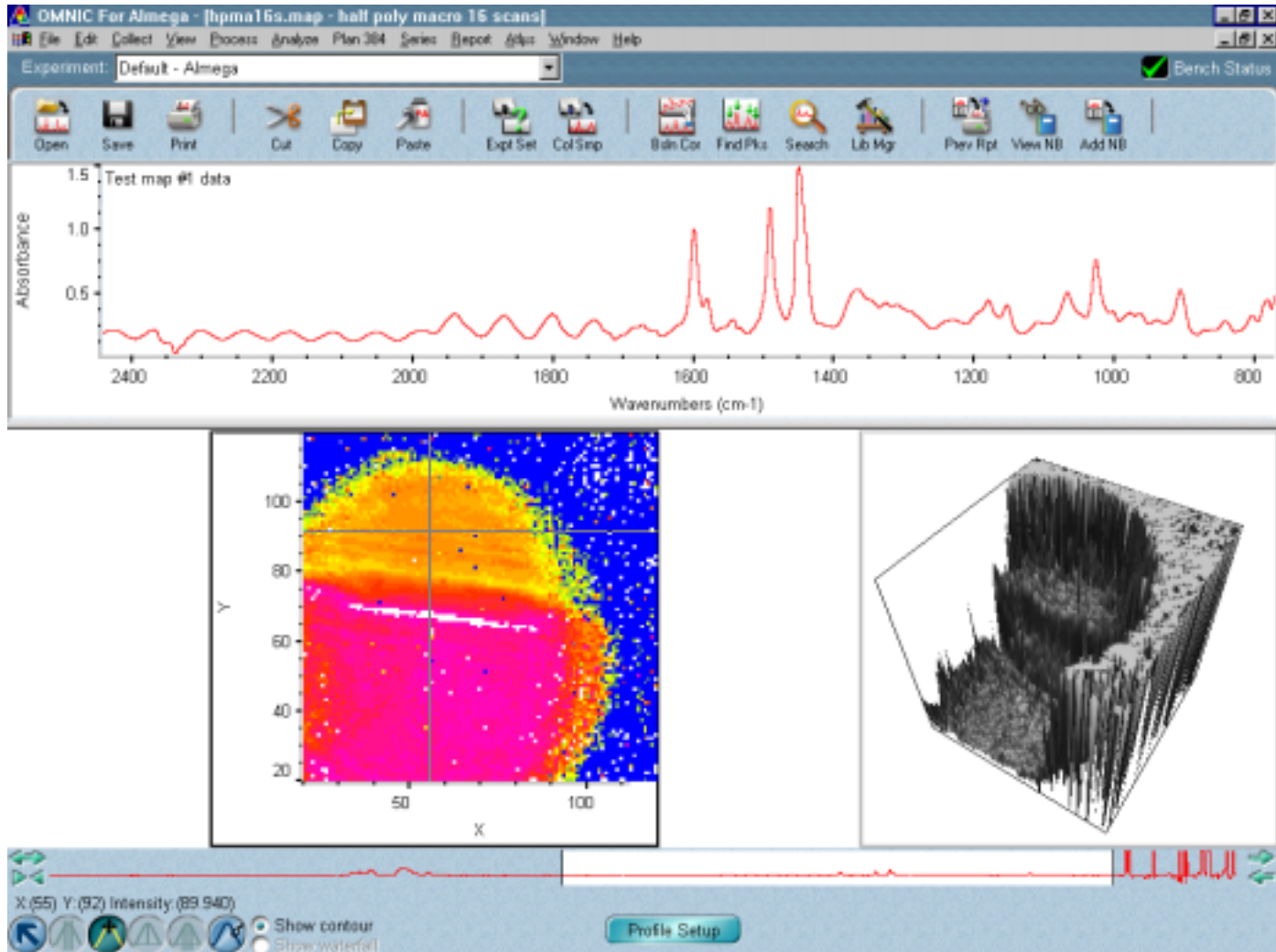
- Surface Optics Corp 及び Rockwell Science Center との共同研究
- 128 x 128 LWIR MCT Camera (5mm)
- 高速データ測定システム
 - 5000 フレーム/秒 (4096 データ)
 - 1000 フレーム/秒 (16,384 データ)
- Magna 860 連続スキャン FTIR
- ImageMax マクロサンプル光路 (4mm Array)
- OMNIC/Atlus software

高速カメラによる測定

- Single Scan : 光路差速度 = 0.15 cm/sec, データ長 = 4096 = 2 x 2048 点/lfg (double sided, 8 cm⁻¹ 分解), SSP=2 ($\nu_{\text{Max}}=7902\text{cm}^{-1}$)
変調周波数 = 1200Hz at 8000 cm⁻¹

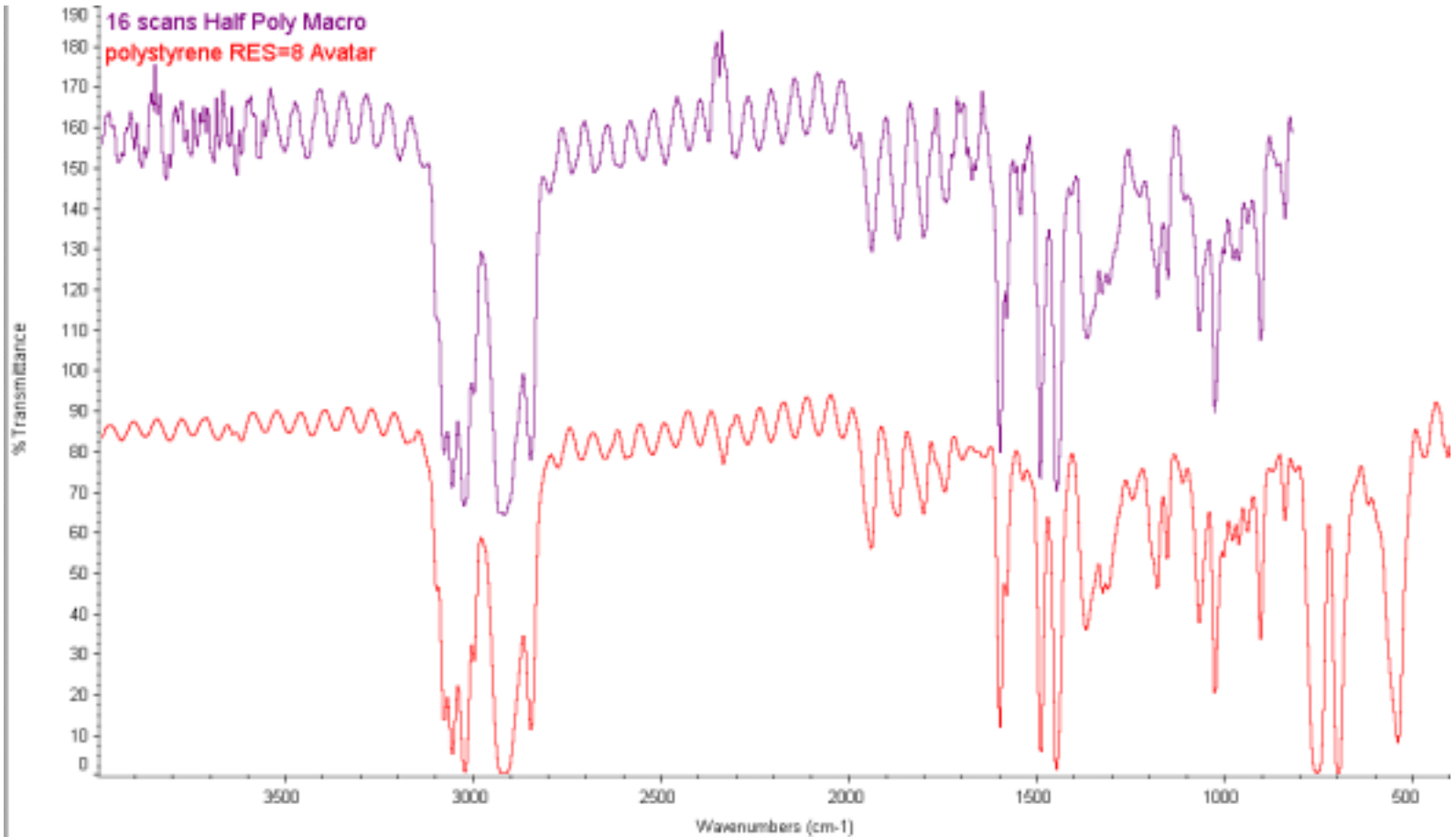


高速カメラによるImaging



single channel FTIR データとの比較

16 scans (30sec)



市販システムの性能(3)

- 近赤外システム (InGaAs検出器使用)
 - 波長領域
 - 850 – 1700 nm (分解能、3 – 30nm)
 - 素子数
 - 320 x 240 (76800 素子)

市販システムの性能(4)

- 近赤外システム (InGaAs検出器使用)
 - 測定速度 : 2分程度
(128 wavelength increment scans,
76,800 spectra)

データ処理

- **スペクトル処理**
 - 差スペクトル・K K解析・K M補正……
- **イメージ処理**
 - GRBイメージ・Binaryイメージ・相関イメージ ……
- **統計計算**
 - Chemometrics
 - 因子解析
 - 主成分解析

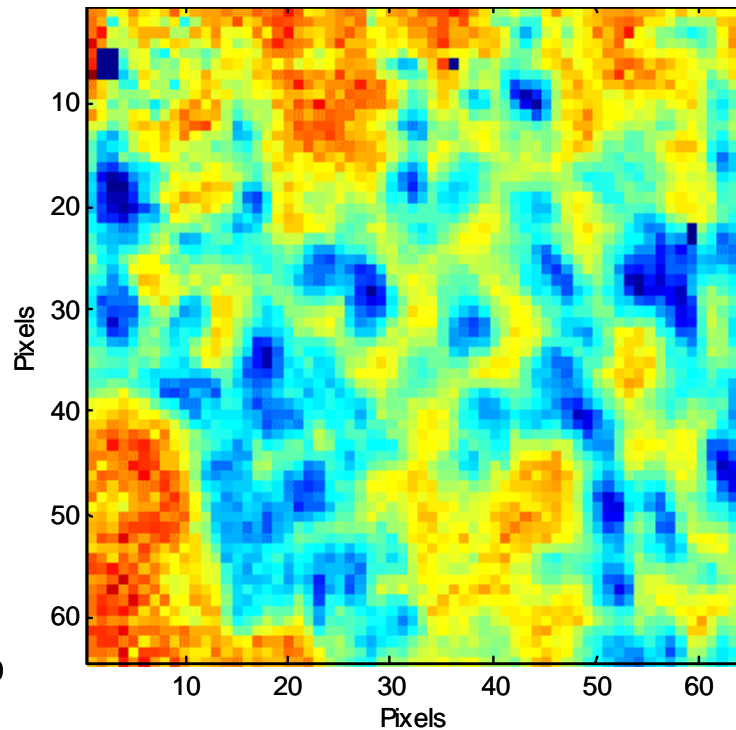
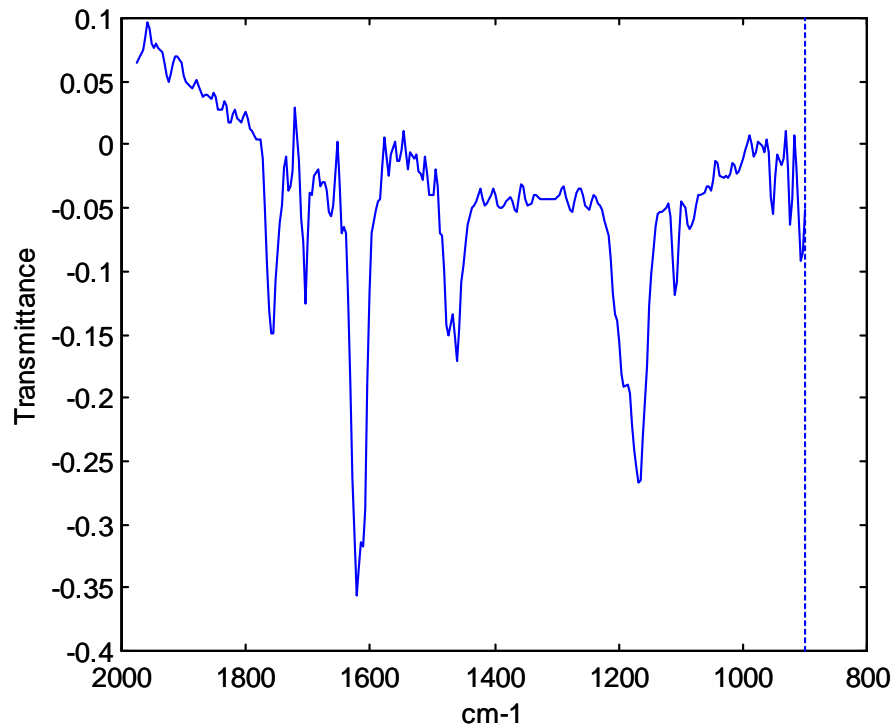
補助装置

- 偏光子
- DIC (Differential Interference Contrast)
- 蛍光照射及び測定装置

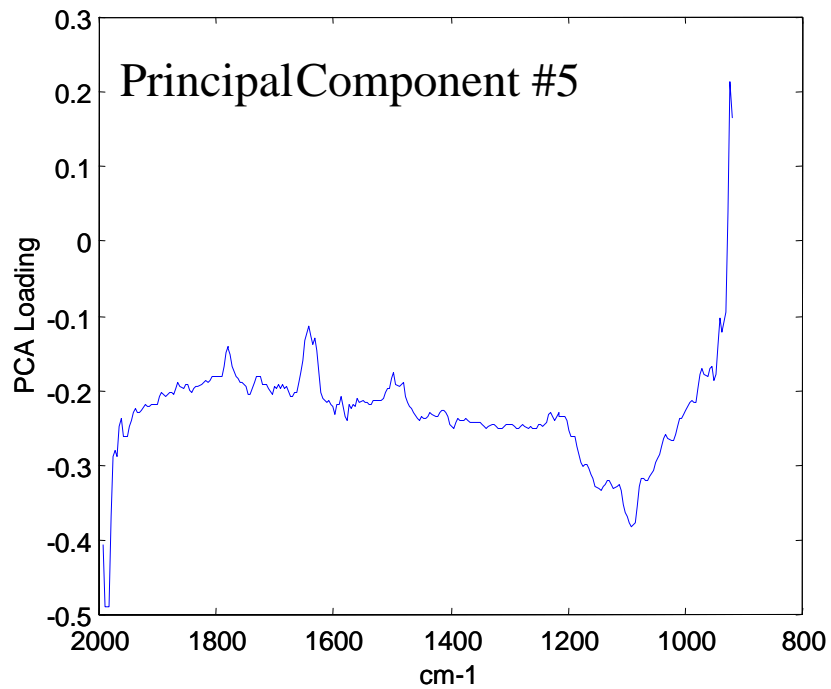
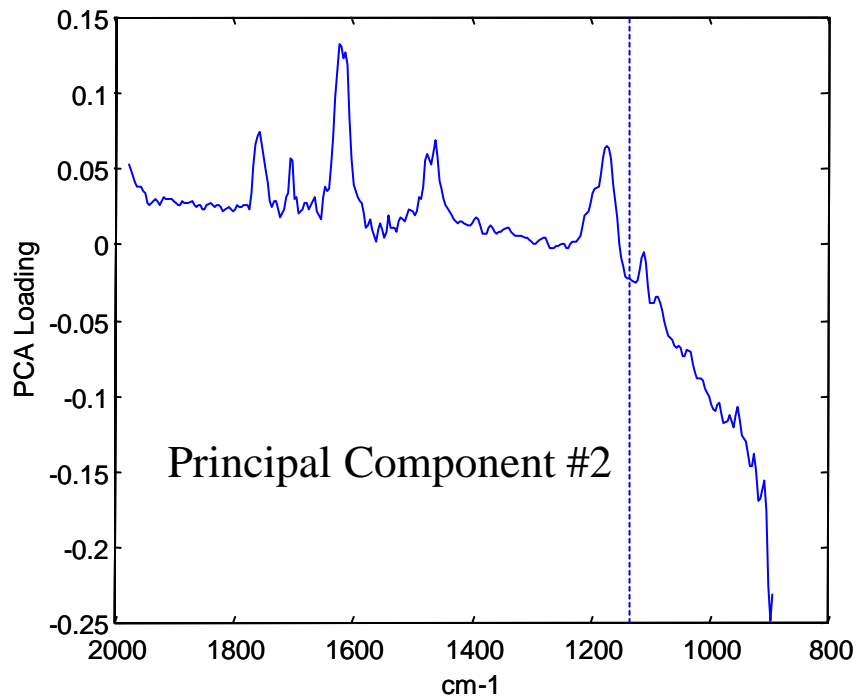
医薬錠剤成分の分布

- 低反射率
 - 4時間積算
- Kramers-Kronig 変換
 - 4096データの変換に約5秒
- Principal Component Analysis

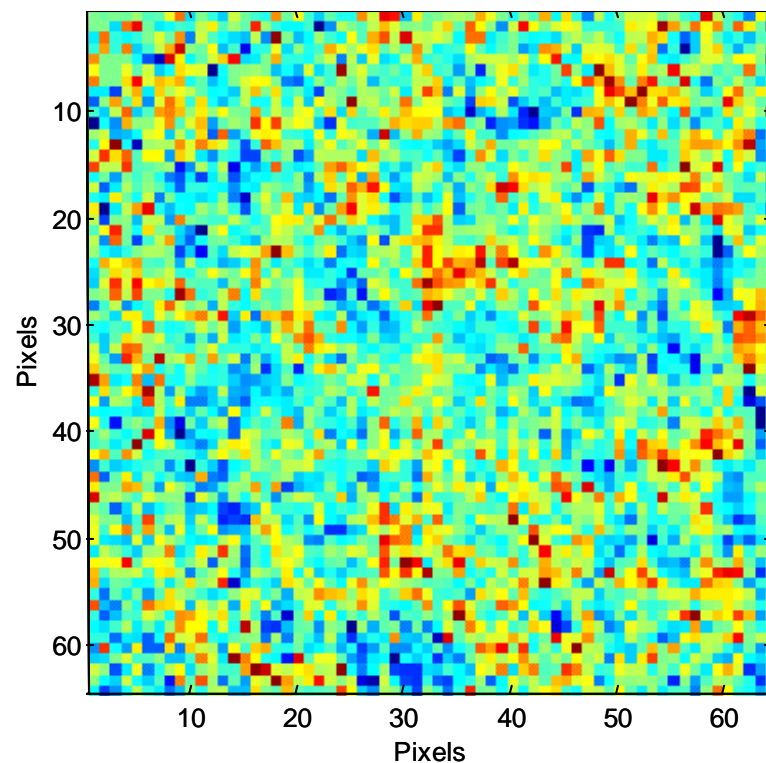
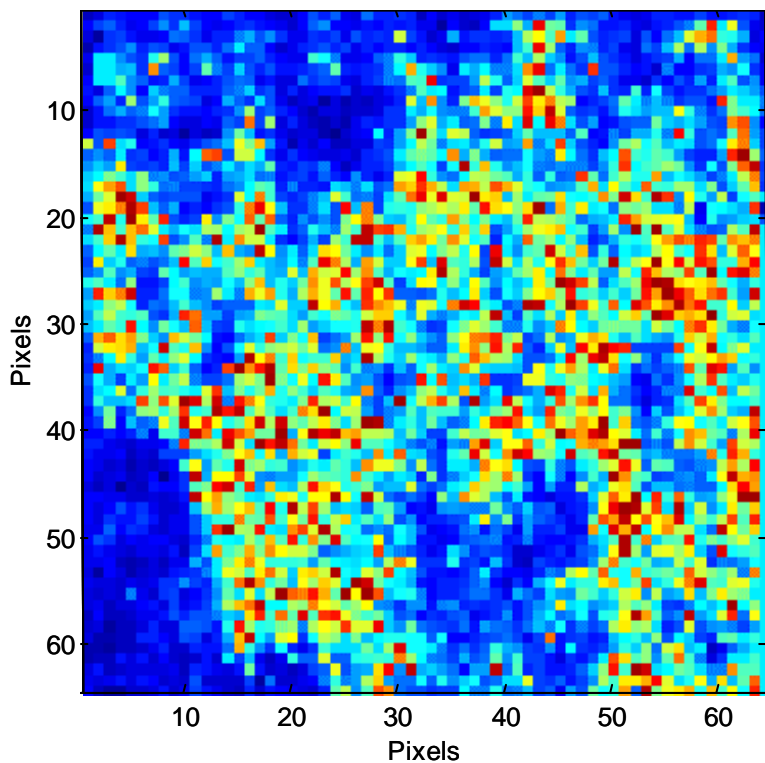
主要成分のスペクトルと分布



主成分解析



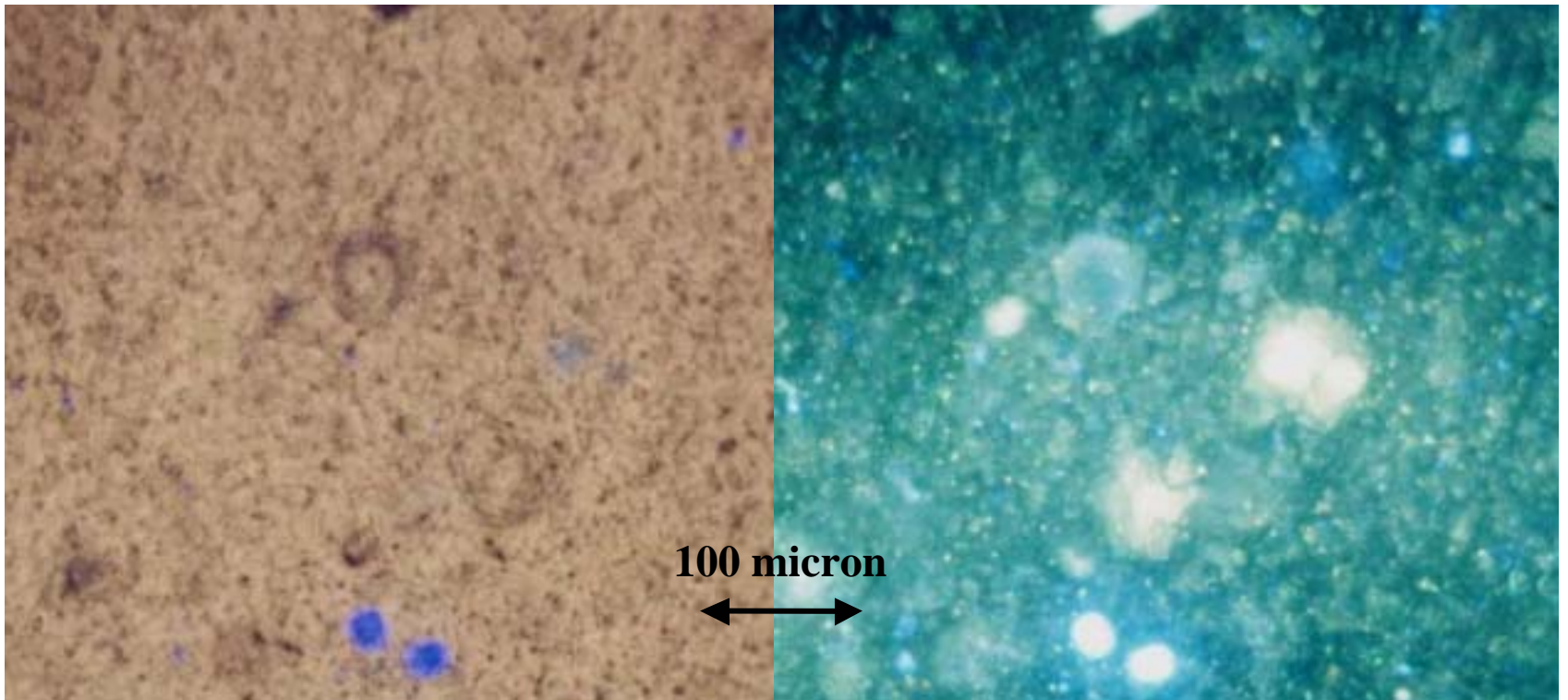
主成分-2 及び -5 の分布



ポリプロピレン中異物の測定

- 試作ポリプロピレンフィルム製造工程におけるトラブル
- 多数の異物が混在
- 原因究明

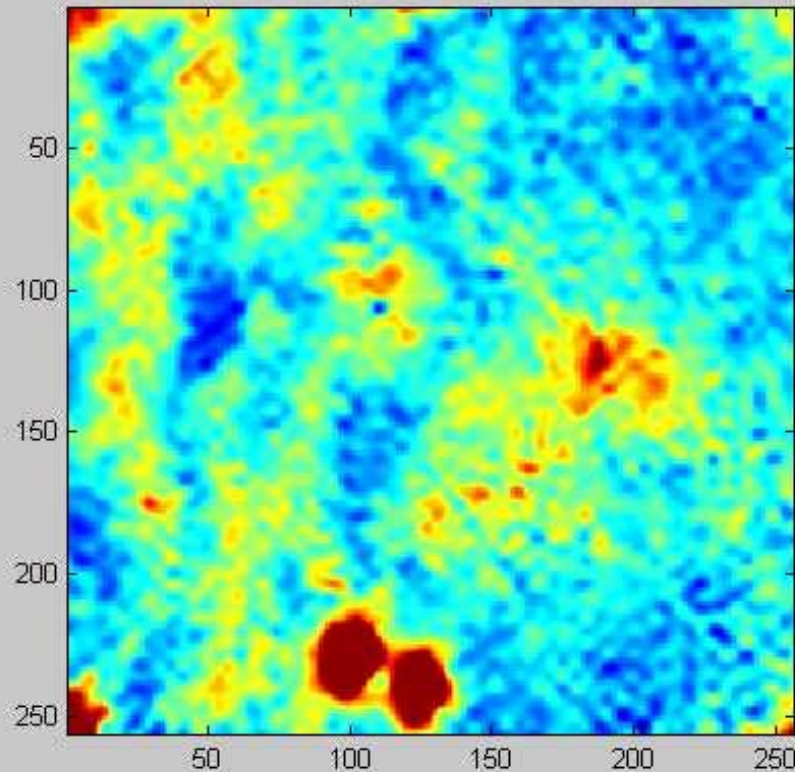
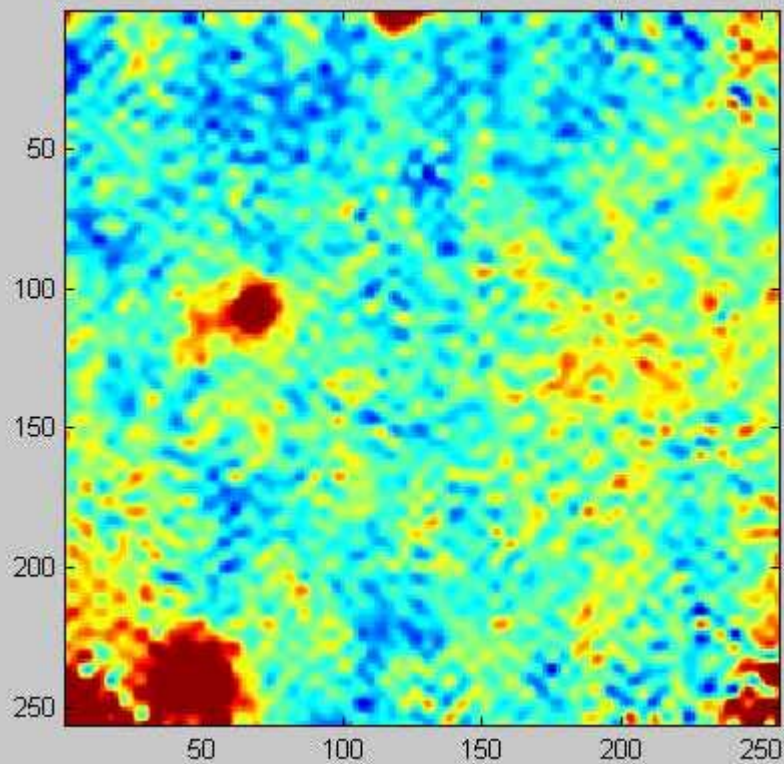
サンプルの目視観測



VIS/Fluorescence Image

Fluorescence Image

ポリアミド及び CaCO_3 の分布



将来の方向

- 中赤外のマルチチャンネル分光器
 - MCT高速カメラ・連続スキャンFTIR
 - 空間分解能 : $2 \times 6.4 \mu\text{m}$
 - 回折限界
- 近赤外
 - InGaAsアレー・液晶フィルタ型が主流？
 - NIR-FTIR？
 - Spectrograph？
 - AOTF？
 - CCDカメラ？ ……