

**ThermoFisher**  
SCIENTIFIC

# 赤外顕微鏡による異物分析の基礎と 測定および解析のコツ

マテリアルズ&ストラクチャーアナリシス事業本部  
分光分析アプリケーション部

 The world leader in serving science

診断用には使用いただけません



# 目次

1 はじめに: 異物分析と赤外分光法

2 赤外顕微鏡の基礎

3 微小異物の形態とサンプリング

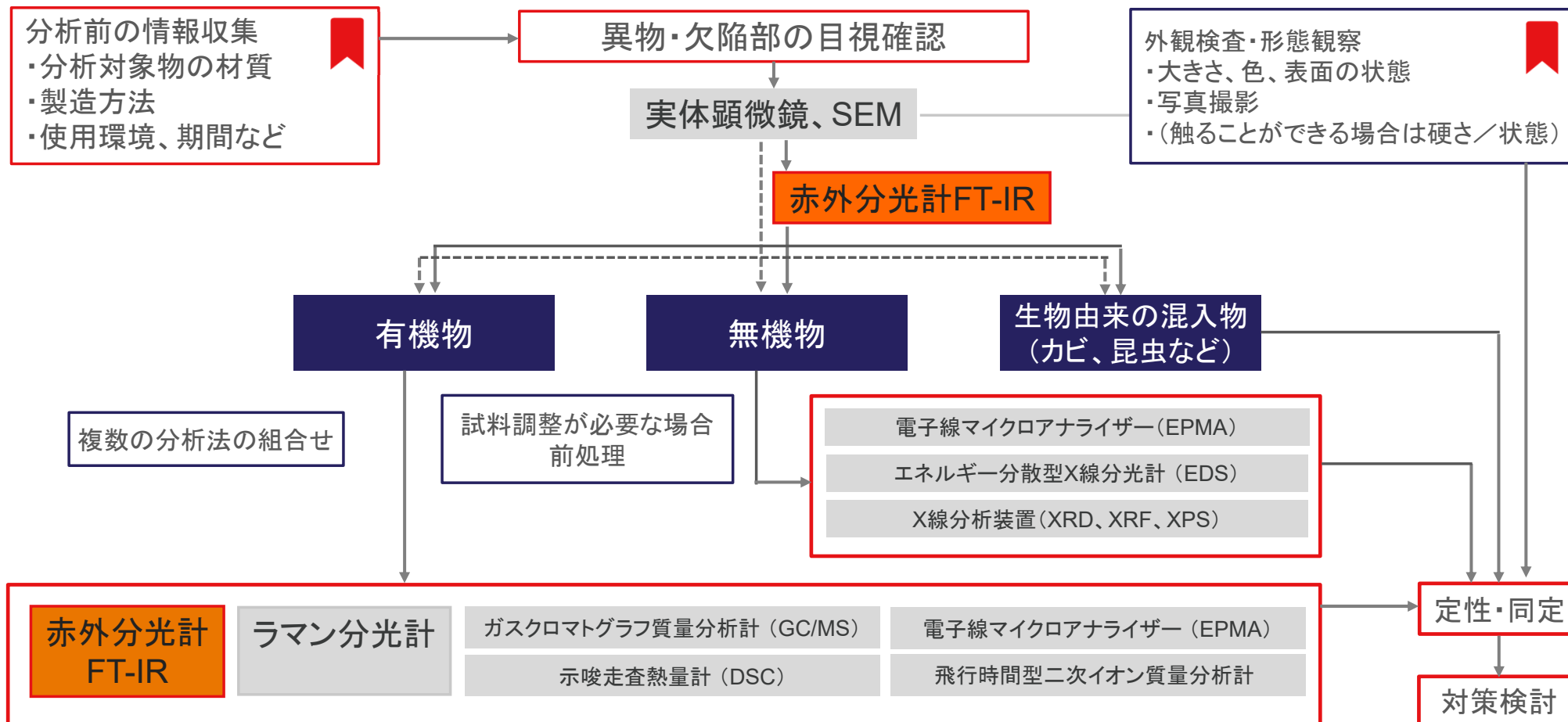
4 微小異物の測定事例

5 スペクトル検索



# はじめに: 異物分析について

## 異物分析におけるFT-IRの位置付け



## 赤外分光法による分析 - 異物と原因物質

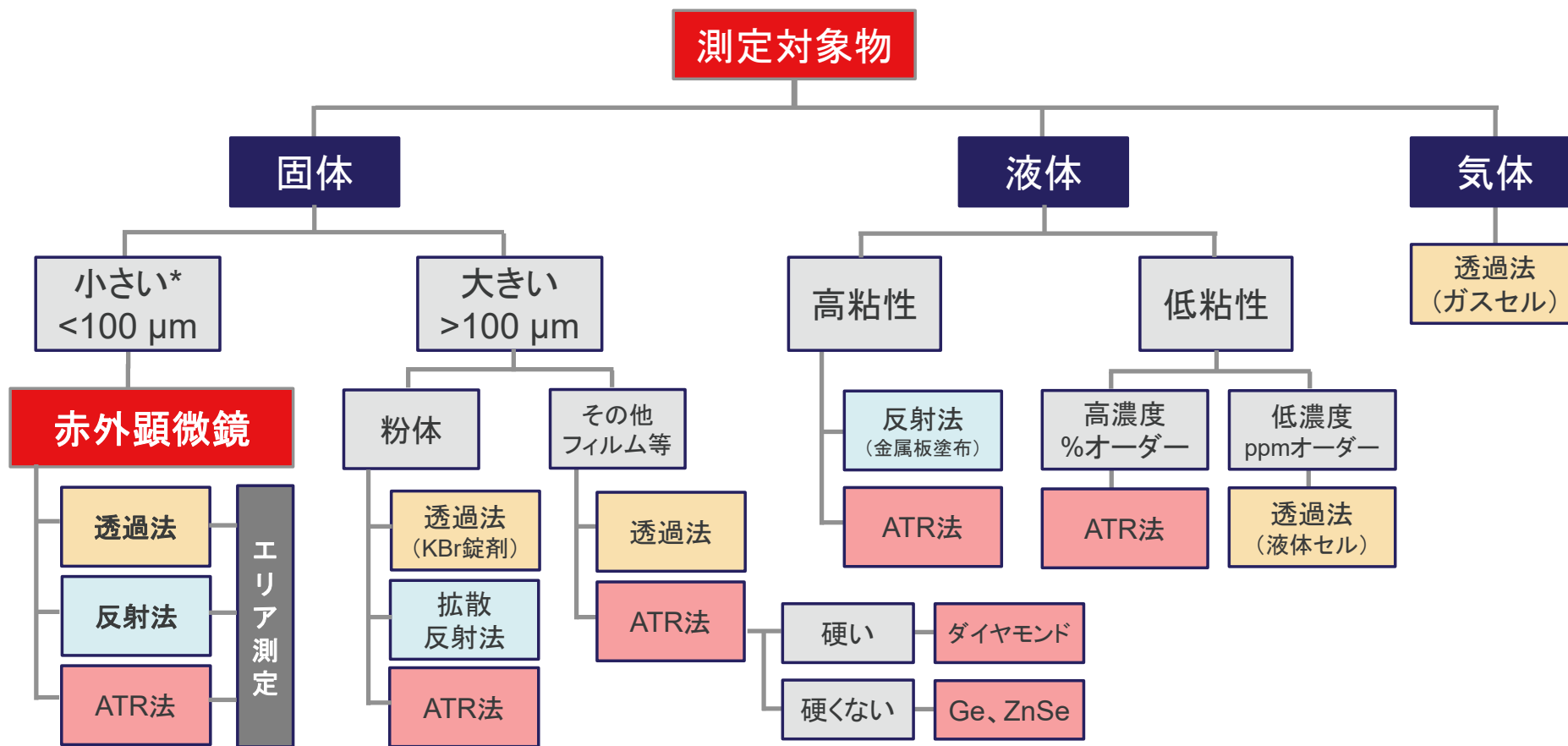
- 不純物 本来の成分表にはない物質
- 変質 後天的に発生する化学変化
- 析出 添加量過剰、余剰成分、化学変化(しみ出し)
- 汚染 周囲の作業環境
- 付着 表面の汚染、接触による汚れ
- 混入 偶発的な汚染、生物(昆虫、菌)由来
- 欠陥 気泡、ヒビ、欠落など

### 原因となる物質

ポリマー、添加剤、接着剤、インク、繊維、タンパク質、油脂、セメント、ゴム、ワックス、潤滑油、シリコン、洗浄剤残渣、砂など

FT-IRで  
分析が可能

# 赤外分光法による分析 – 測定法の使い分け



\* 目的物の大きさの目安 >10 μm: 顕微赤外法、> 1 μmの場合、顕微ラマン法の選択肢

# 目次

1 はじめに: 異物分析と赤外分光法

2 赤外顕微鏡の基礎

3 微小異物の形態とサンプリング

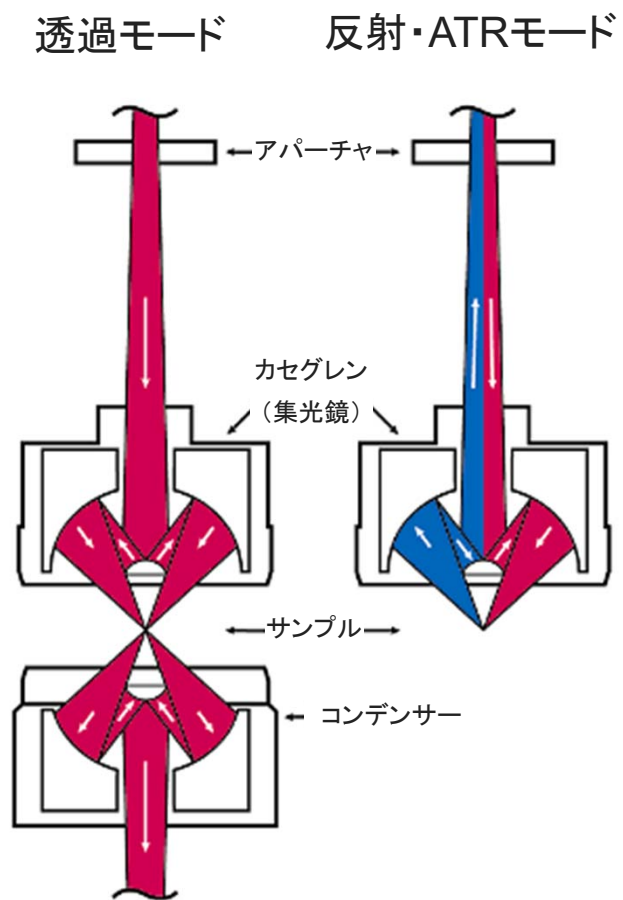
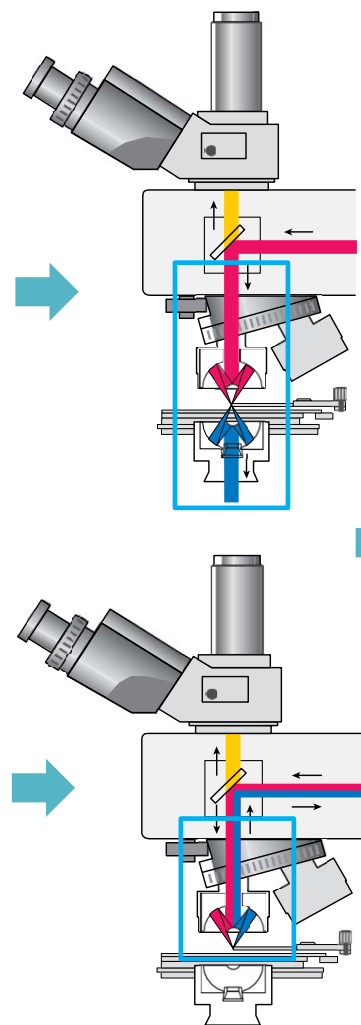
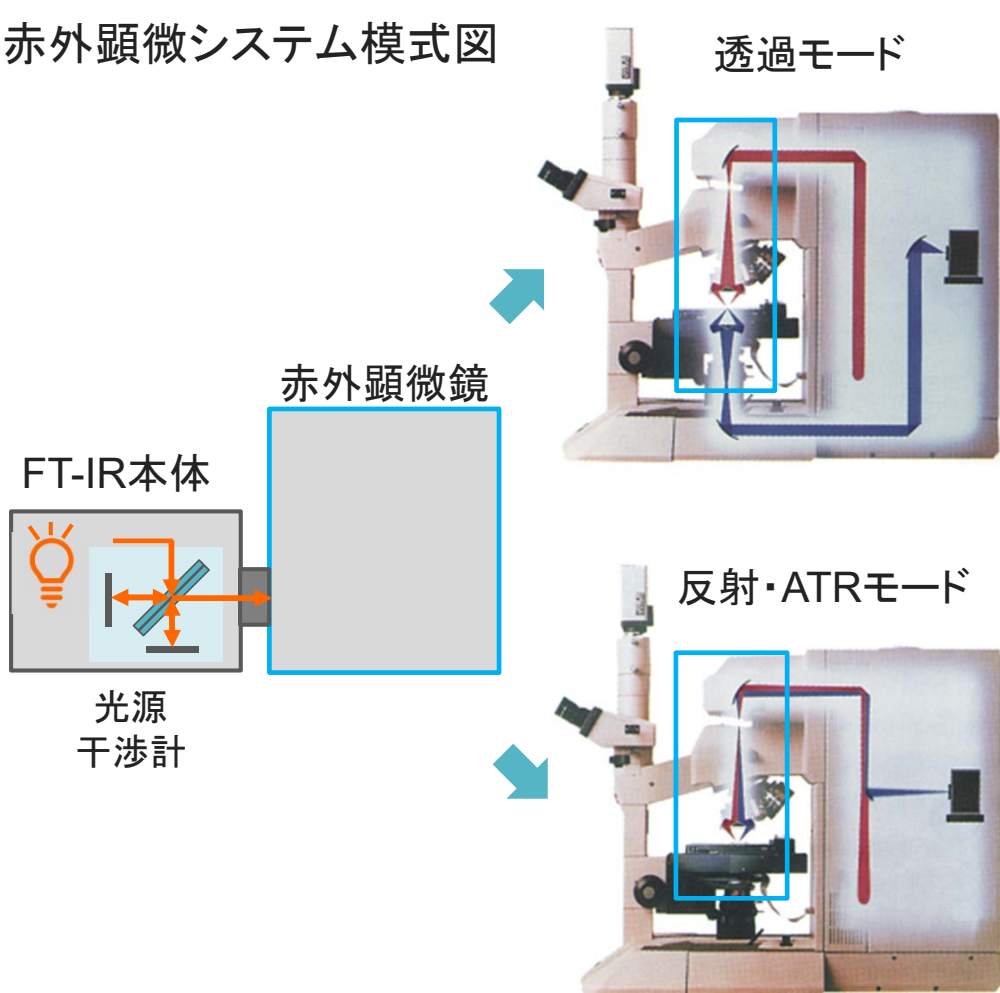
4 微小異物の測定事例

5 スペクトル検索



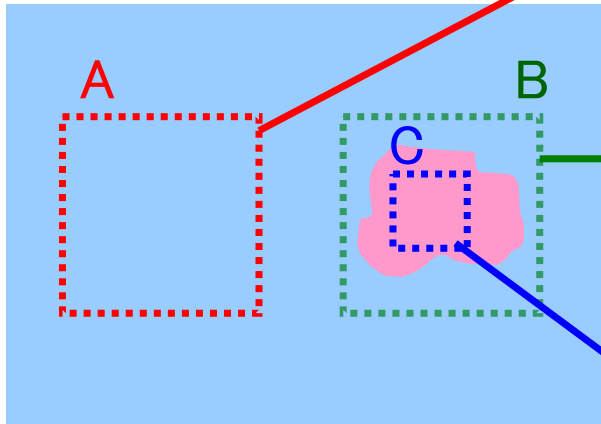
# 赤外顕微鏡の基礎：赤外顕微鏡のしくみ

赤外顕微システム模式図

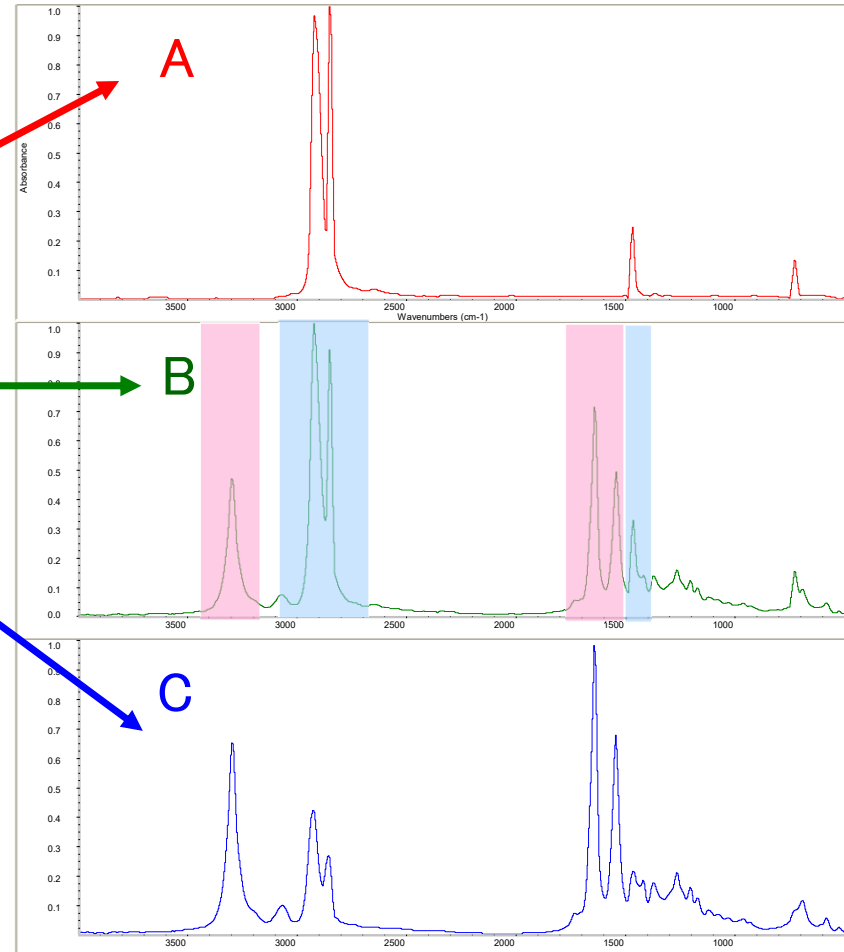


# 赤外顕微鏡の基礎：アパーチャ(絞り)について

2成分の偏在するサンプルを  
赤外顕微鏡で測定

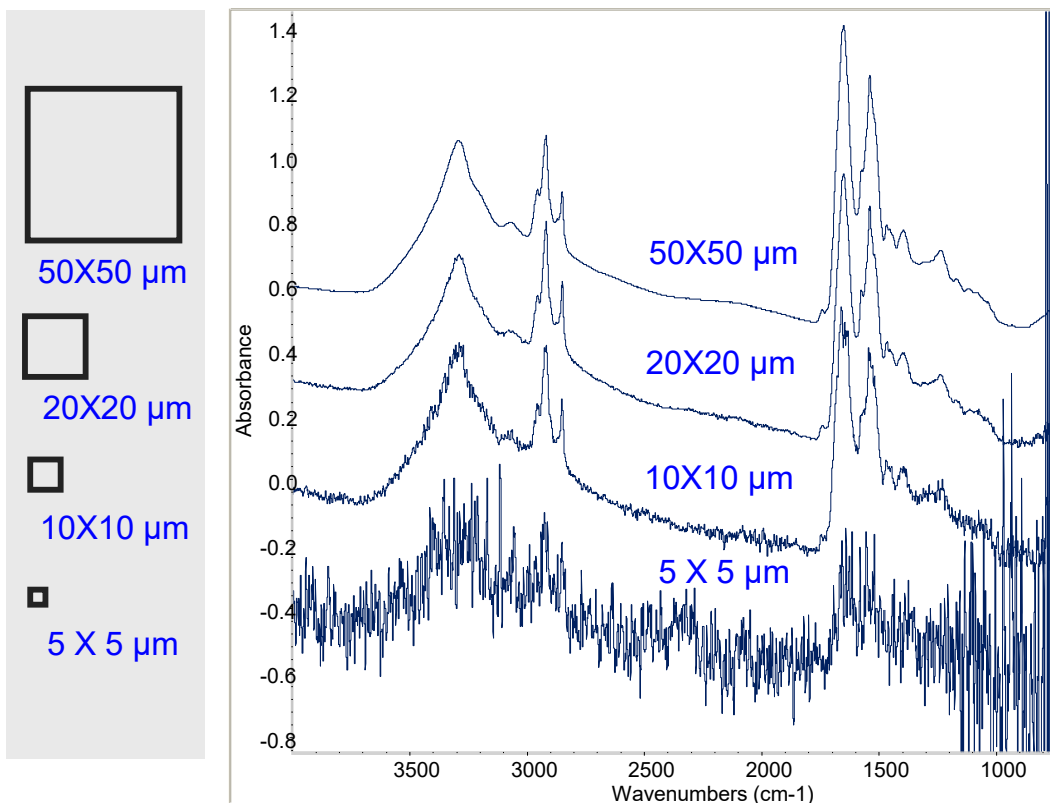


アパーチャの設定を変えると  
得られるスペクトル情報も変化

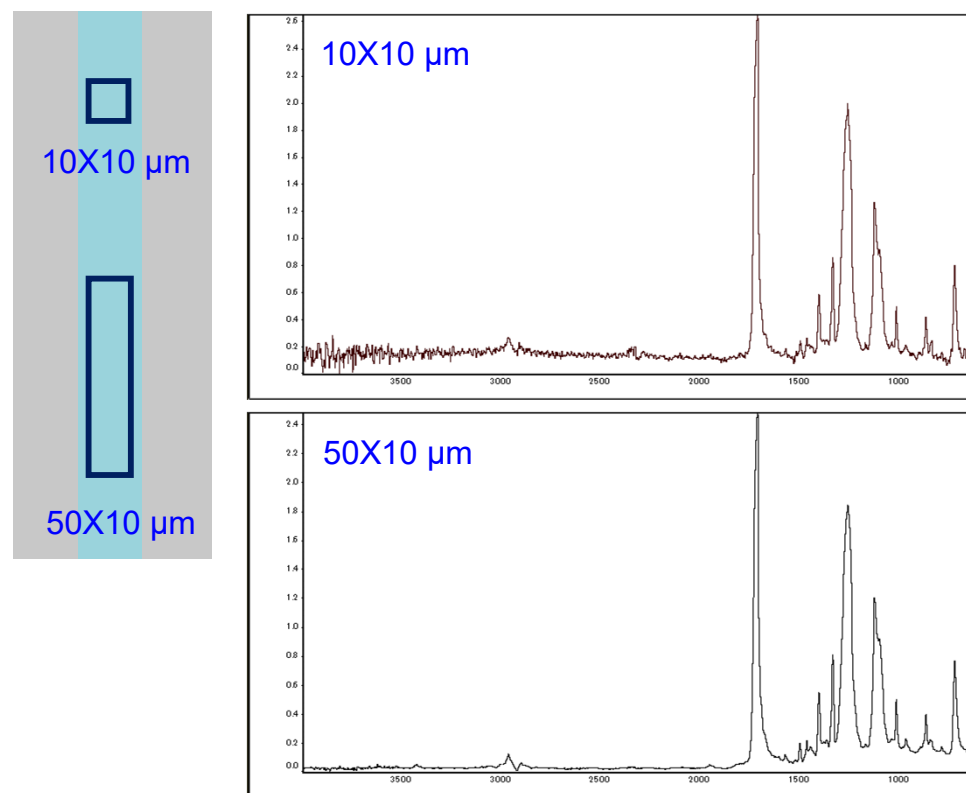


## 赤外顕微鏡の基礎：アパーチャサイズとスペクトルのSN

同一サンプルについてアパーチャサイズを変え、測定条件をそろえて測定を行った。アパーチャサイズを小さくするとノイズが大きくなるのが分かる。

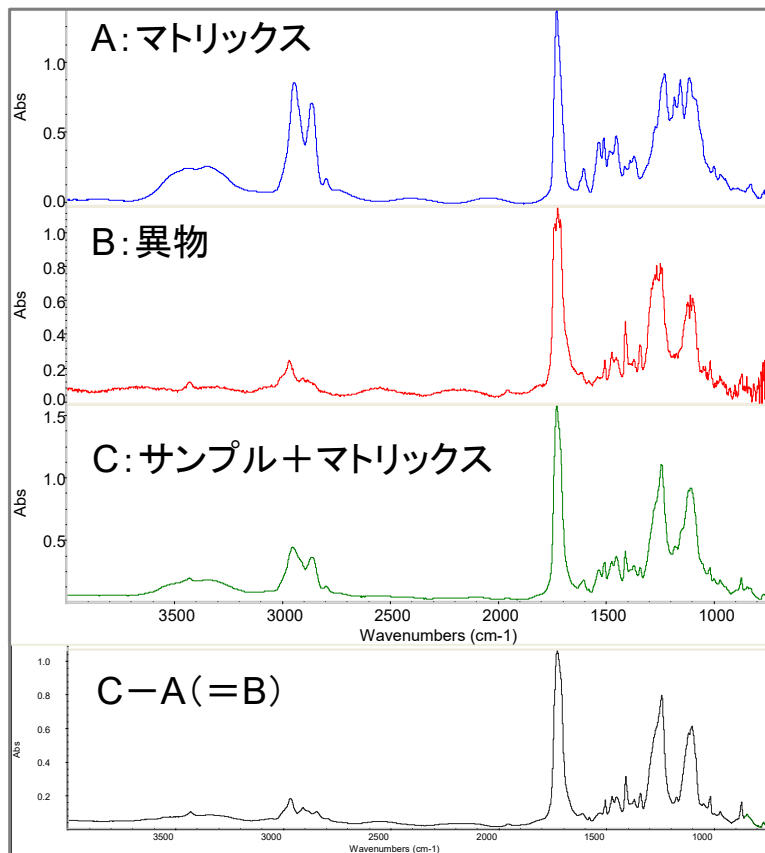
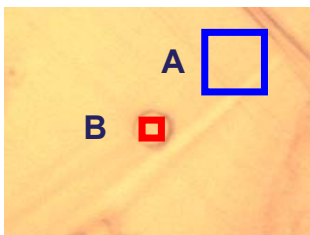


細長いサンプルを測定する場合、アパーチャはできるだけ大きく長辺方向に設定することでノイズを低減し、良好なスペクトルが取得できる。

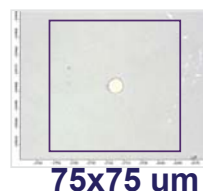
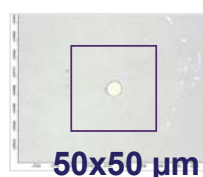
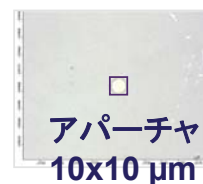


# 赤外顕微鏡の基礎：アパーチャの設定

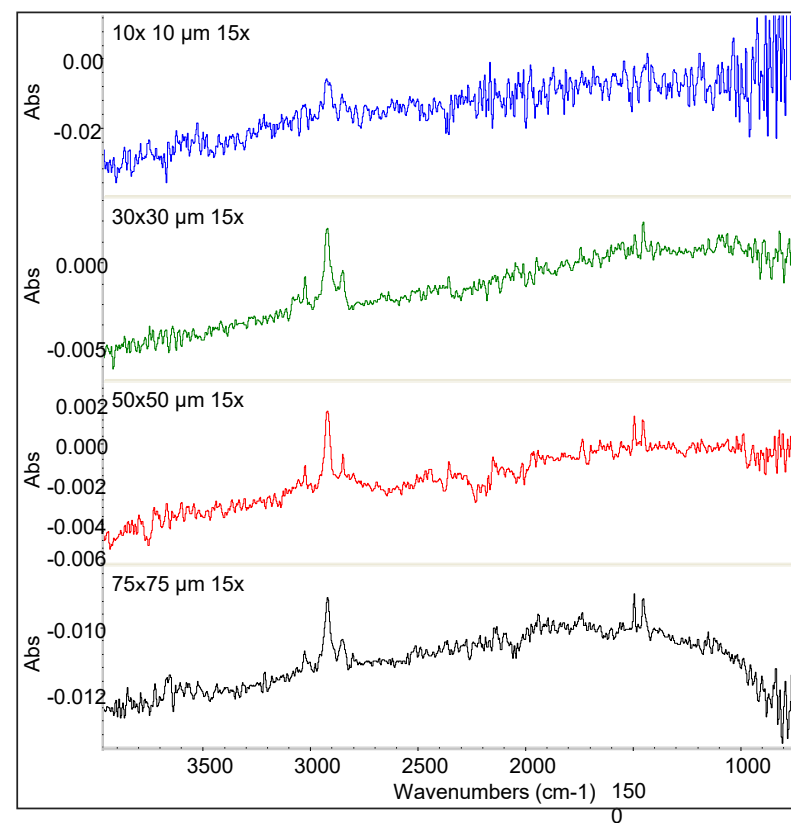
サンプルが小さく、マトリックスがある場合



サンプルが小さく、マトリックスがない場合



ダイヤモンド窓板  
に載せたサンプル  
(8 μmφ)



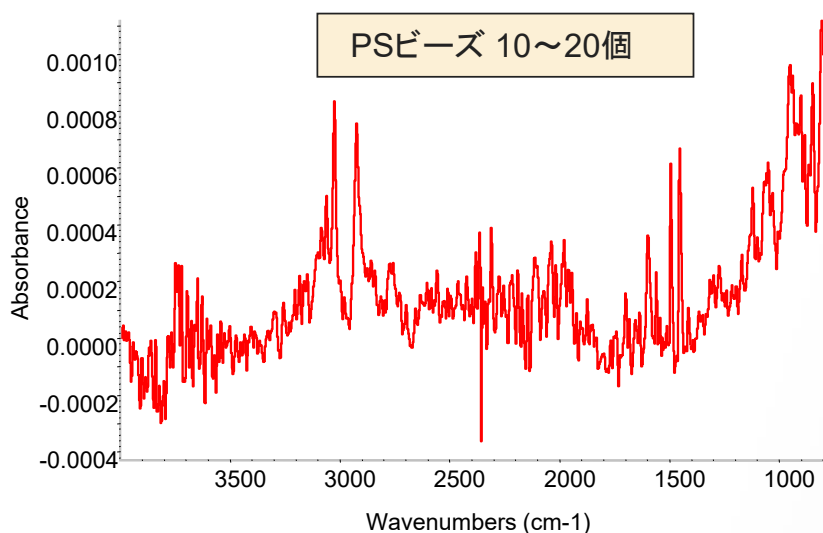
# 赤外顕微鏡の基礎: 最小サンプルサイズ

アパーチャで絞れるサイズ: 波長と回折

■ 空間分離能は 10~20  $\mu\text{m}$ 程度(回折限界)

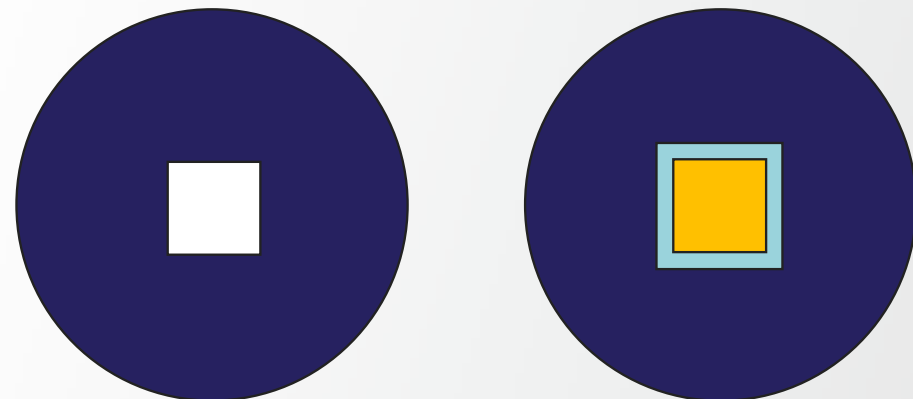
■ 検出できる絶対量: 数十pgオーダー  
ターゲットの大きさ※は 5~10  $\mu\text{m}$ 程度(検出下限)

※ ターゲットの周りにマトリックスがない場合



ポリスチレンビーズ ( $\phi \approx 1 \mu\text{m}$  / 個)  
10~20個程度をつぶして透過測定(190秒積算)

## ■ 回折について



全視野



短波長



アパーチャ領域



長波長



回折光(迷光)

波数 (cm-1)	波長 ( $\mu\text{m}$ )	回折限界 ( $\mu\text{m}$ )
3500	2.86	6.02
3000	3.30	6.94
1730	5.78	12.2
1000	10.0	21.0

NA=0.58の15倍レンズでの計算値

# 赤外顕微鏡の基礎：機種

目的に合わせて選択

一体型赤外顕微鏡



FT-IR一体型

オートメーション標準搭載

3種類の検出器搭載可

アレイ検出器搭載可

高速マッピング・イメージング

高性能赤外顕微鏡



FT-IR本体接続

オートステージ選択可

2種類の検出器搭載可

各種アクセサリによる拡張性

マッピング・イメージング

汎用赤外顕微鏡



FT-IR本体接続

マニュアルステージ

1種類の検出器を選択

シンプルな操作

低価格

# 目次

1 はじめに: 異物分析のワークフロー

2 赤外顕微鏡の基礎

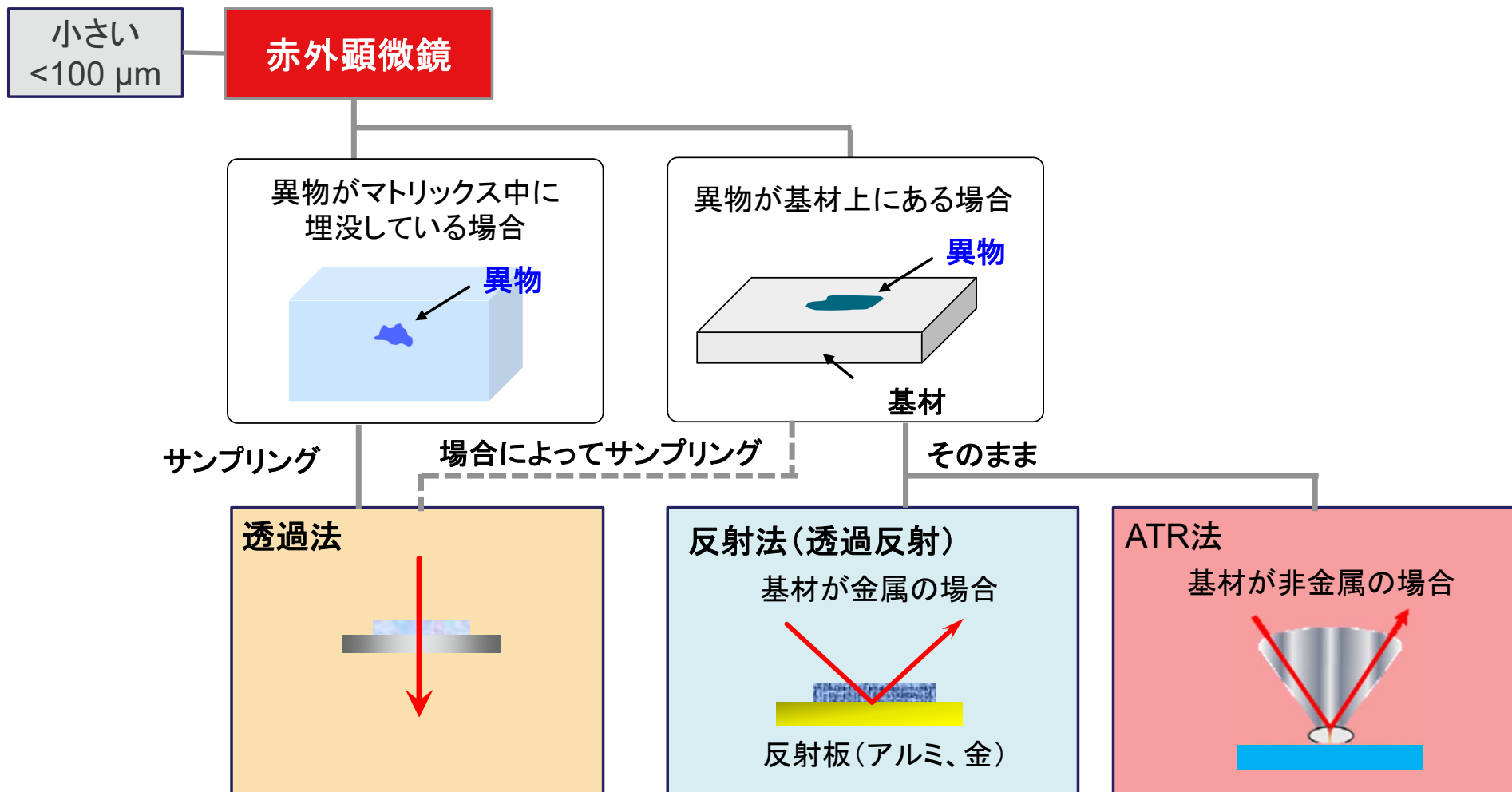
3 微小異物の形態とサンプリング

4 微小異物の測定事例

5 スペクトル検索



# 微小異物の形態とサンプリング



# サンプリング：必要なツール

## 実体顕微鏡



長作動距離  
 倍率50倍以上(100倍以上あるとよい)  
 被写界深度が深いタイプがよい  
 CCDカメラで異物の観察画像の保存ができる  
 顕微鏡の照明  
 上から照射する同軸落射照明(反射率差異)  
 斜めから照射する斜方照明(観察面凹凸)がある  
 両方の観察ができるとサンプリングがしやすい

## サンプリングツール



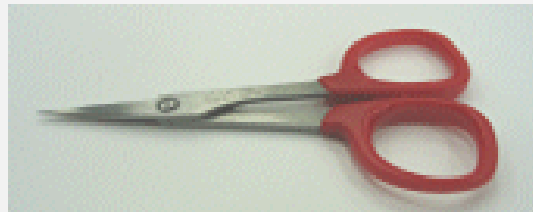
**ピンセット:**  
 一般的な形状のピンセット  
 板状サンプル(ウエハーなど)用  
 微小物用の先端の尖ったタイプなどがある  
 ※先端の噛合せが良好なものを選ぶ



**ニードル:**  
 針の先端に異物を付着させるツール  
 ステンレス製とタングステン製があり、  
 タングステン製の方が先端径を小さくできる



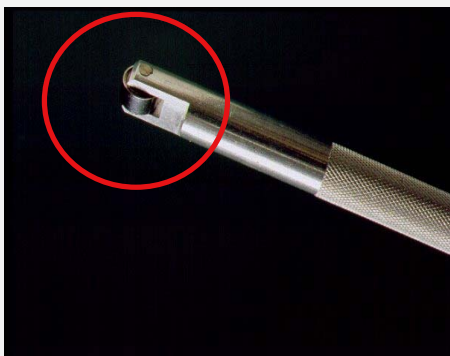
**ナイフ:**  
 刃の先端に異物を付着させたり、切り取る  
 試料を切断・成形し、埋没異物を掘り出す



**はさみ:**  
 試料サイズがある程度大きい場合、ナイフ  
 よりも便利ことがある。ペーパークラフト用  
 の先端が細く尖った形状が使いやすい

# サンプリング：必要なツール

ローラーナイフ



単繊維の平坦化  
粉をつぶす  
厚みを薄くする

コンプレッションセル



ダイヤモンドセル



2枚のダイヤモンド板、あるいは赤外透過板で試料を挟み、厚さを調整するツール

試料の前処理では、利用される頻度が高く、特に異物の分析を行う場合には必須

顕微鏡用反射鏡



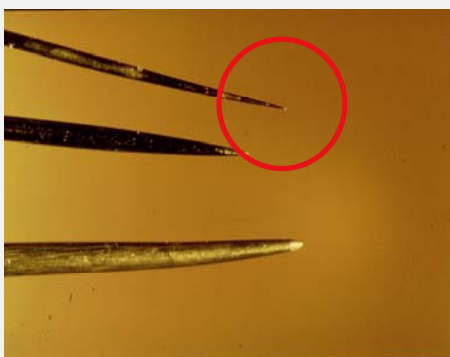
アルミ蒸着板



濃縮プレート



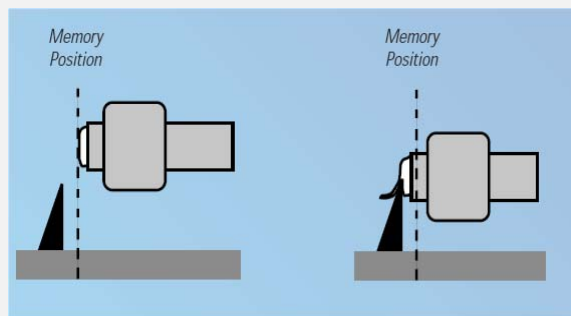
タングステンプローブ



微小異物かきとり  
赤外透過板への  
切片の移動

# サンプリング：あると便利なツール

## マイクローム



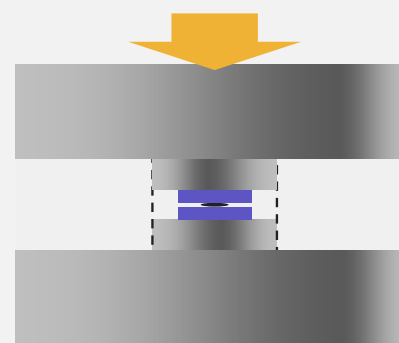
## マイクロマニピュレーター



## 油圧プレスとKBr板



① 実体顕微鏡下で  
試料をKBr板にのせる



② KBr板にのせた試料に  
KBrを重ねプレスする



③ 延伸サンプルを  
顕微透過測定

# 目次

1 はじめに: 異物分析のワークフロー

2 赤外顕微鏡の基礎

3 微小異物の形態とサンプリング

4 微小異物の測定事例

5 スペクトル検索



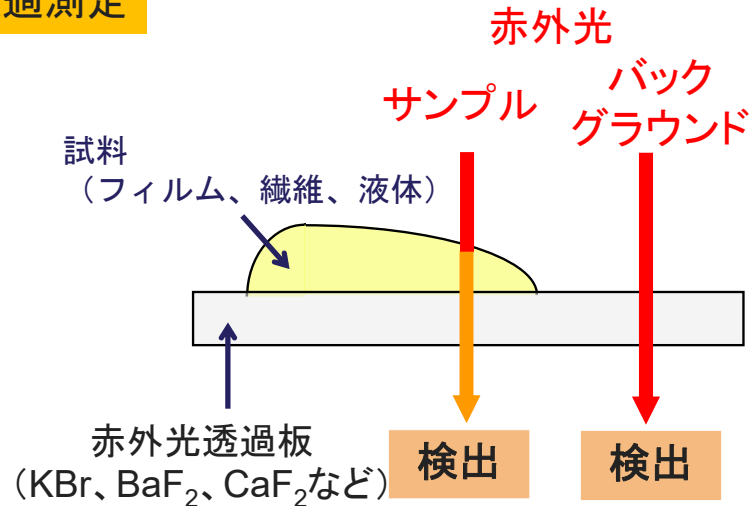
# 顕微透過測定

顕微透過法

ThermoFisher  
SCIENTIFIC

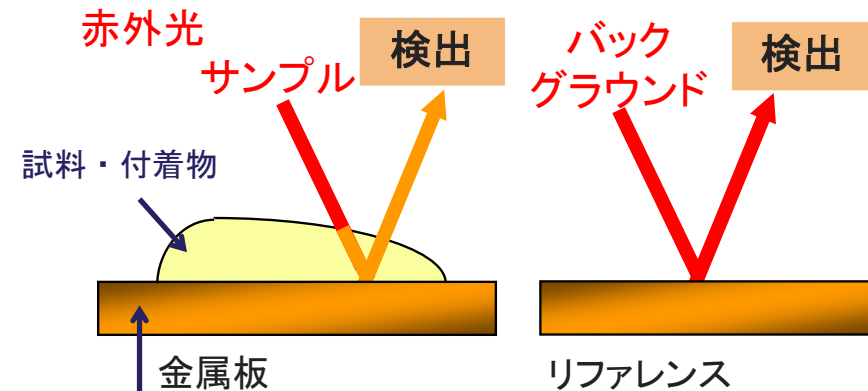
フィルム状、繊維状、液体などの試料は透過法で測定できる。  
試料が厚い場合も、末端や薄くなっている部分を探して測定する。  
一部をつぶしたり、先端が薄くなるように斜めに切るなどの処理を施すときれいなスペクトルが得られる。

## 透過測定



赤外透過板上(窓板)にサンプルを置き、アパーチャを設定  
※顕微鏡下部のコンデンサーの光学調整を行うこと  
基板部分でバックグラウンドを測定  
測定部にターゲットを合わせてサンプル測定

## 反射透過測定



赤外透過板の代わりに、金属板を使うこともできる  
測定モードは反射であるが、試料を二回透過する光を測定するので、透過法で得られるデータと同等のスペクトルが取得できる。※光路長に注意

# 顕微透過測定のポイント：スペクトルの飽和

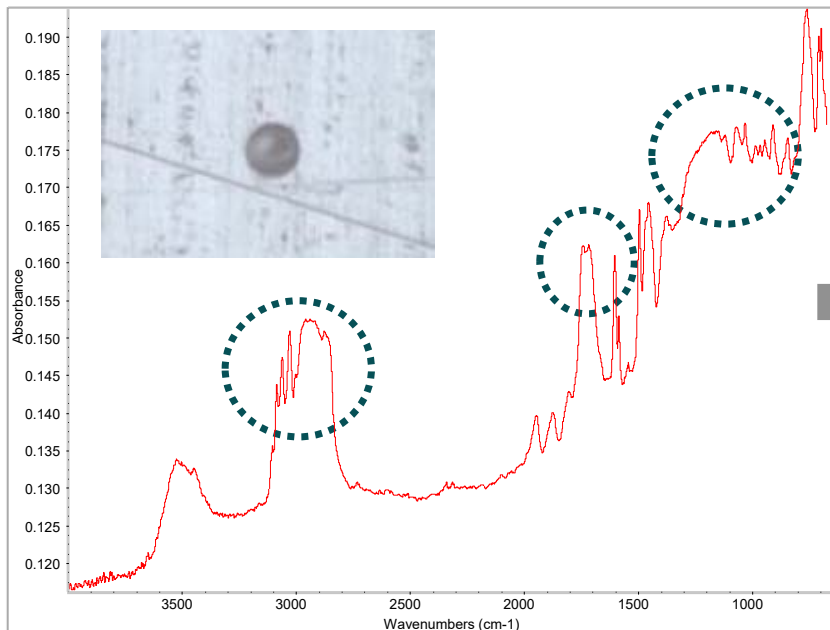
顕微透過法

ThermoFisher  
SCIENTIFIC

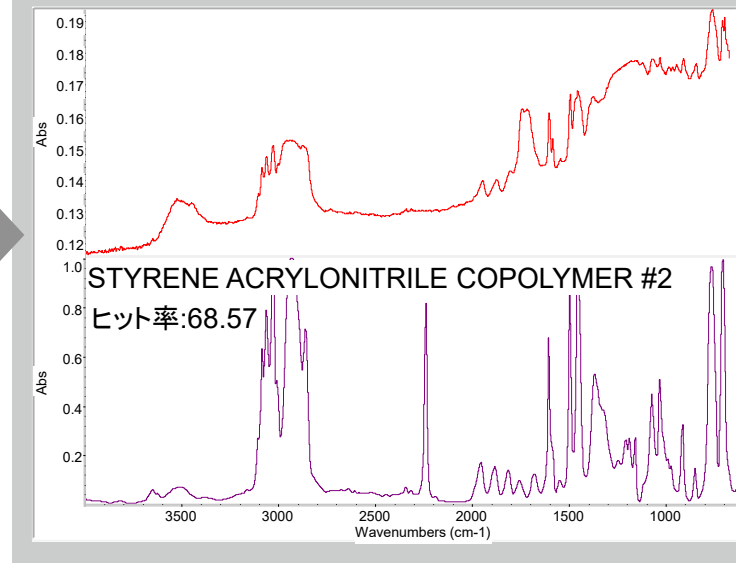
赤外顕微鏡を用いた異物の透過測定・反射測定において比較的起こりやすい現象としてスペクトルの飽和が挙げられる。サンプルが厚く、赤外光が透過しにくいため生じる。

吸収が飽和しているスペクトルは、ライブラリ検索で良好な結果が得られないことが多い。

## 金属板上付着異物の反射透過スペクトル



## ライブラリ検索結果



対応



サンプリング

サンプルの厚みを薄く調整

# 顕微透過測定のポイント:ベースラインの傾き

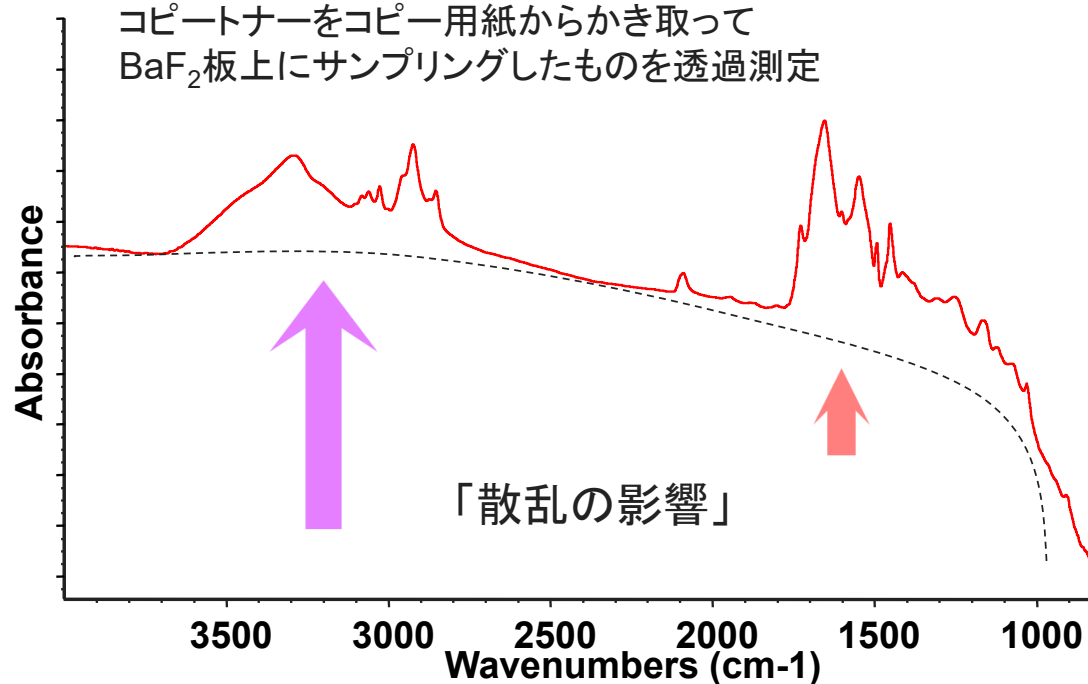
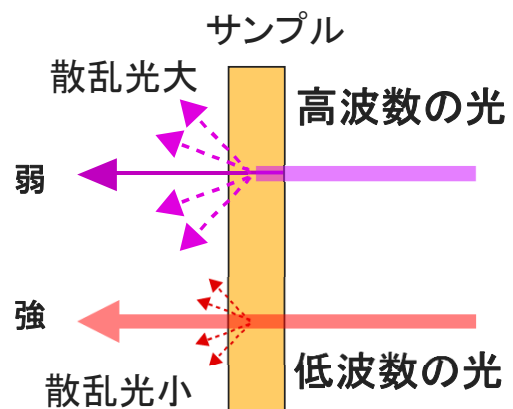
顕微透過法

ThermoFisher  
SCIENTIFIC

高波数側(波長の短い光)は、散乱の影響を受けやすい領域。  
散乱の影響は、「ベースラインの傾き」となって現れる。



コピー用紙からコピー用紙に転写したものをBaF<sub>2</sub>板上にサンプリングしたものを透過測定



対応



データ処理

ベースライン補正

対応



サンプリング

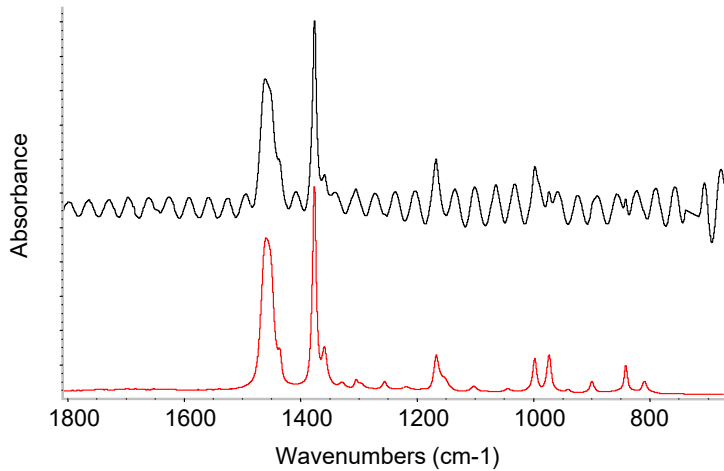
サンプルの厚みを薄く調整

# 顕微透過測定のポイント：フリンジの影響

顕微透過法

ThermoFisher  
SCIENTIFIC

赤外光が、試料あるいは窓材同士のギャップを通過する際に、内部反射光が生じる場合がある。  
フリンジとは、光に位相差が生じることで干渉し、結果としてスペクトルに周期的なノイズが重畳する現象。

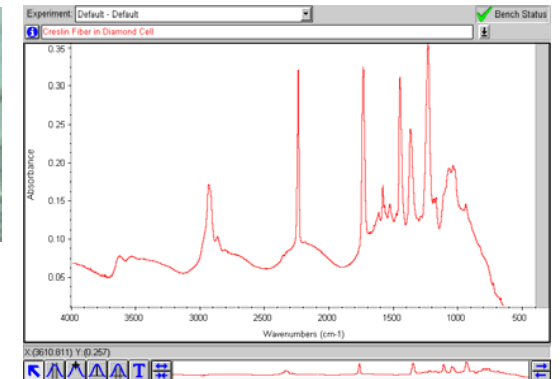
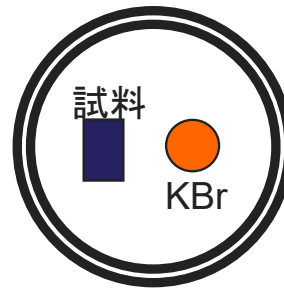
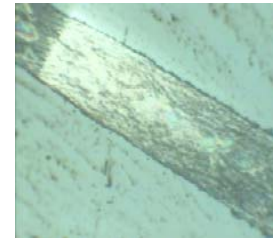


対応



**バックグラウンド**

ギャップのない部分で  
バックグラウンドを測定



ギャップ部でバックグラウンド測定 → フリンジ発生

対応

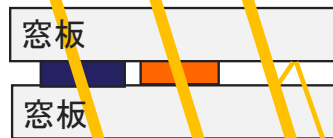


**サンプルセル**



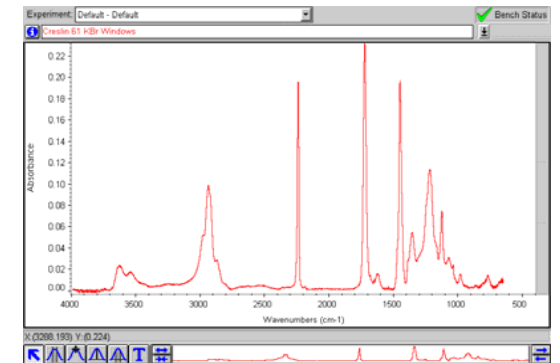
窓板を1枚にする  
→ ギャップをなくす

試料部 KBr部 ギャップ部  
→ フリンジ



窓板：ダイヤモンド、BaF<sub>2</sub>等

KBr部でバックグラウンドで測定 → フリンジなし



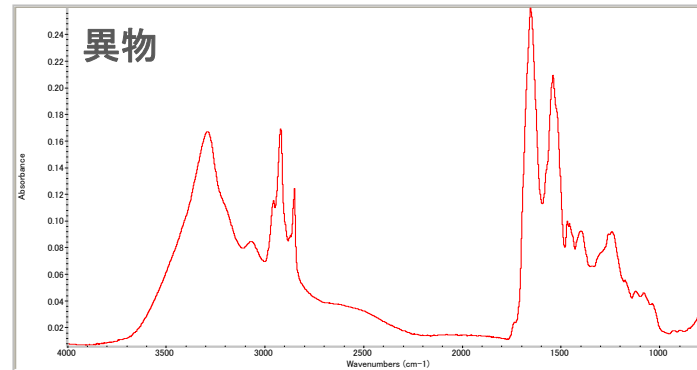
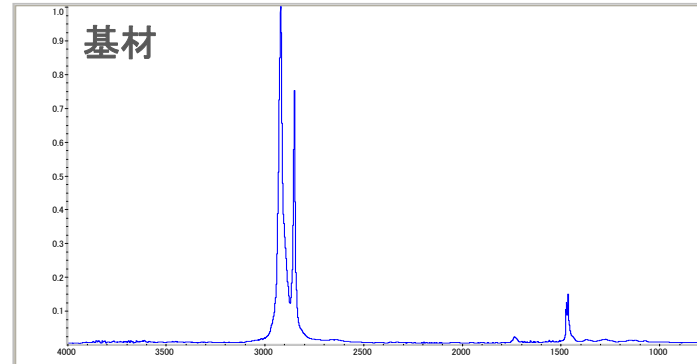
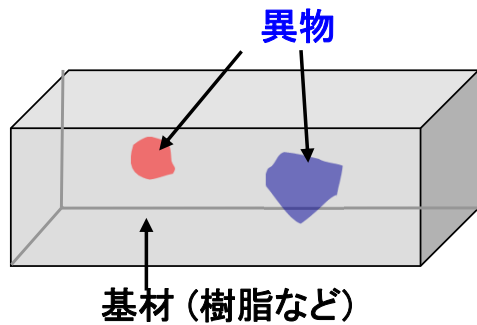
# 顕微透過測定例

顕微透過法

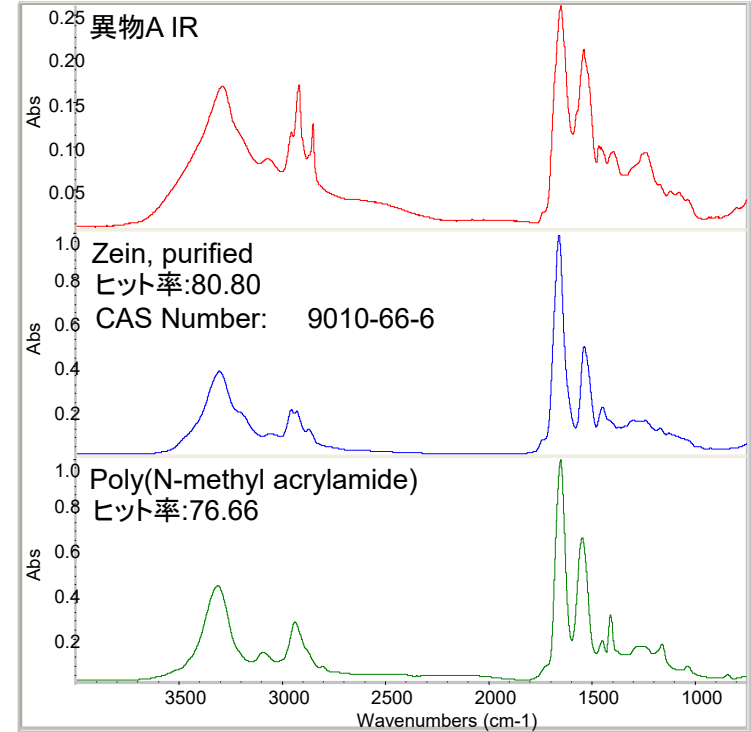
ThermoFisher  
SCIENTIFIC

サンプル: 透明フィルム中に埋没した白色異物

測定方法: フィルムから異物を取り出し、透過法にて測定



ライブラリ検索結果



ライブラリ検索の結果、埋没していた異物はポリアミドであることが分かった。  
異物のみがうまく取り出せない場合は、フィルム部分についても同様の測定を行い、差スペクトル処理により異物情報を得ることができる。

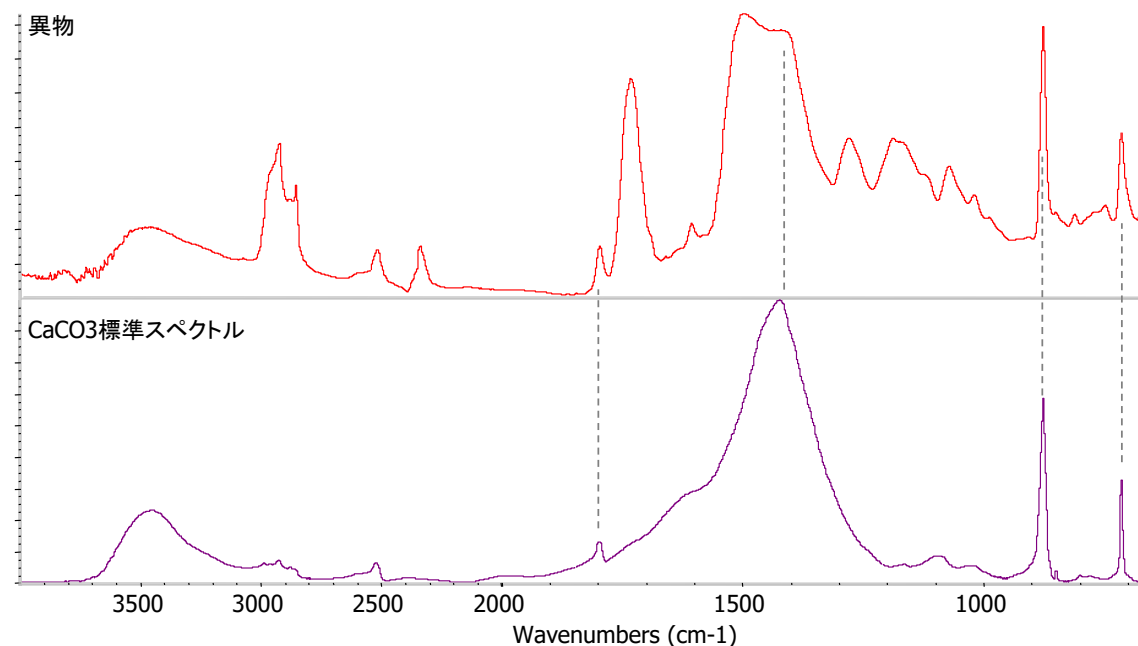
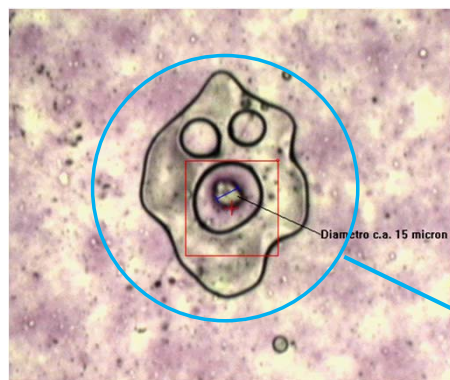
# 顕微透過測定例

顕微透過法

ThermoFisher  
SCIENTIFIC

サンプル: パッケージ不適合品中の異物

香水のパッケージ不適合品が発生。泡状の異物で、中央部分に小さな異物が観察された。



- 化粧品メーカーから印刷メーカーへ、さらにインクメーカーへ連絡。インクメーカーが顕微FT-IRで分析。
- 異物をサンプリングし、透過法にて測定。異物部分に漂白剤と思われるCaCO<sub>3</sub>が多く含まれていることを示唆。
- 紙パッケージメーカーへ漂白剤の過剰使用の可能性を連絡。

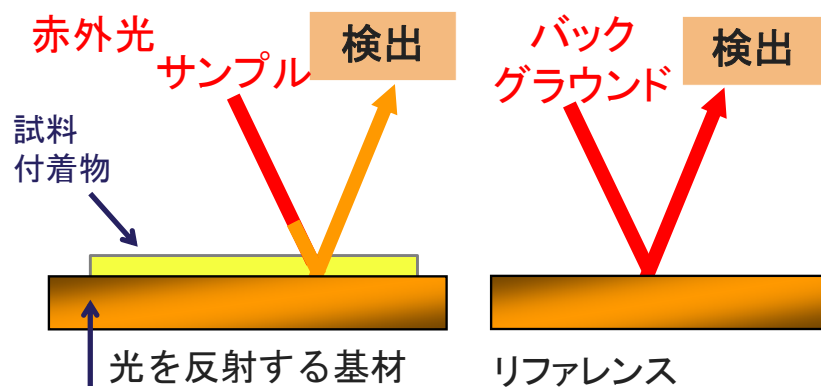
# 顕微反射測定

顕微反射法

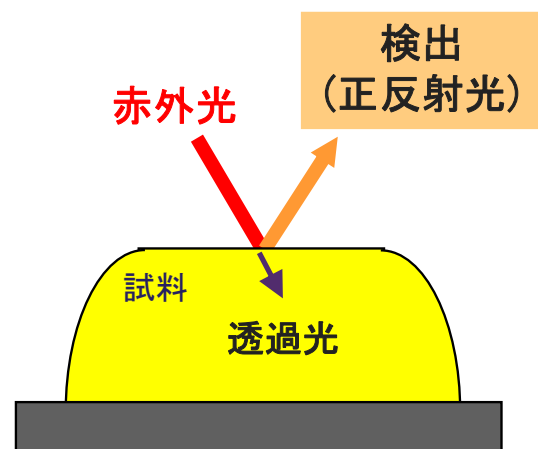
ThermoFisher  
SCIENTIFIC

光を反射する基材上のサンプル、透過&ATR測定ができないサンプル

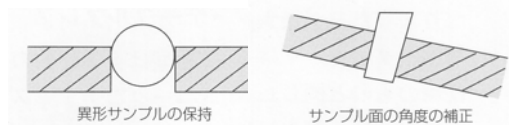
金属板上付着物



分厚い試料表面



マイクロバイス (傾斜補正機能付)



金属板等の光を反射する基材の表面に薄く付着したサンプルに適した手法。基材表面に凹凸があるケースでは反射光が散乱する場合がある。

前処理ができず透過測定ができない試料や、ATRクリスタルが接触できない形状の試料は、反射測定を選択せざるを得ない場合がある。表面反射で得られたスペクトルは、透過スペクトルとは異なり、微分形のスペクトルになる。

※ 反射測定では、バックグラウンドに用いるリファレンスの選択が重要

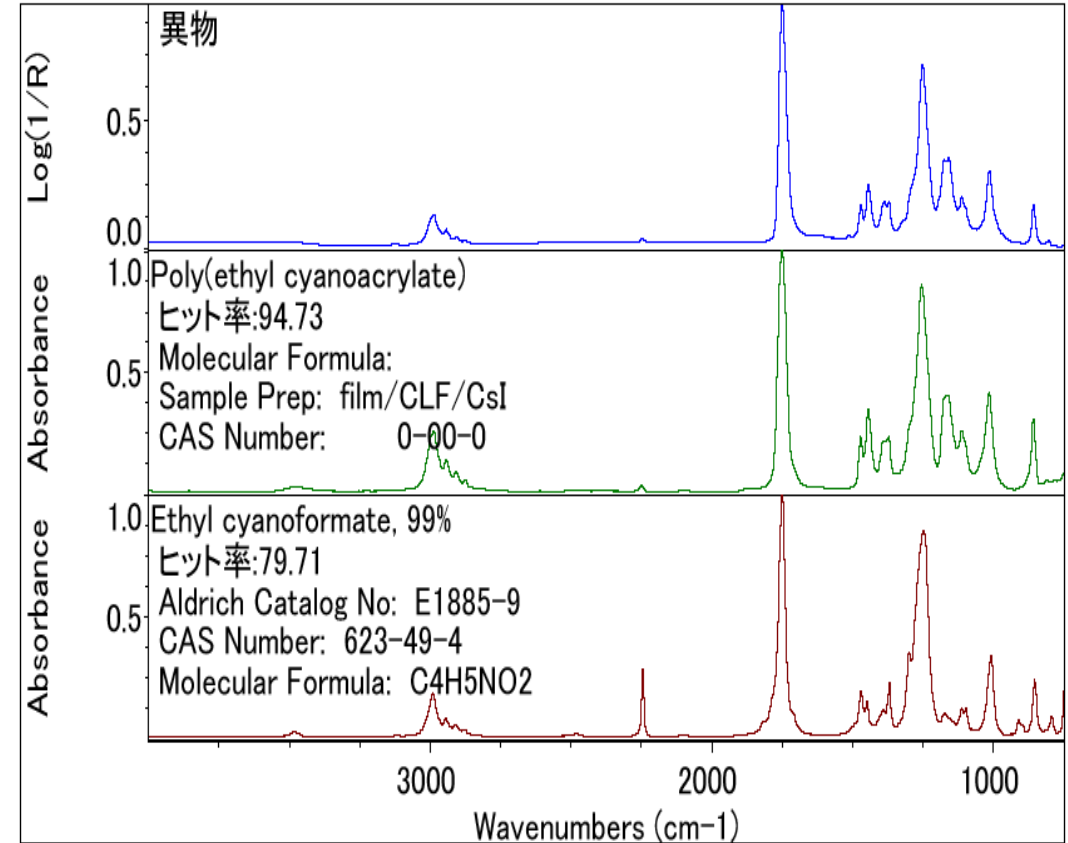
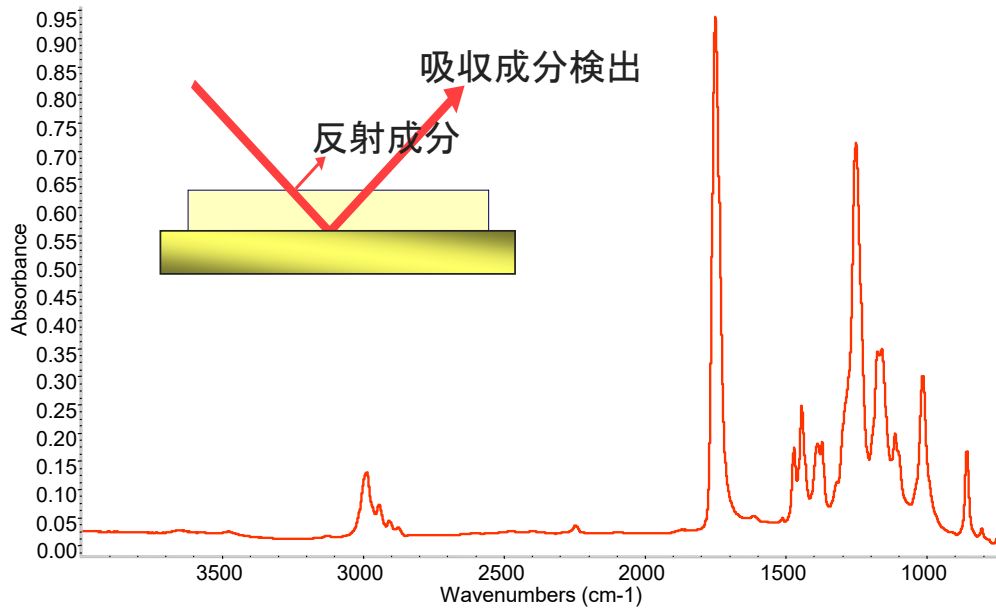
# 顕微反射測定例

顕微反射法

ThermoFisher  
SCIENTIFIC

## 金属板上の微小しみ異物

大きさ  $\Phi 50 \mu\text{m}$  程度のしみ部分を測定。  
測定手法そのものは顕微反射法であるが、しみの厚みが薄いため、光はサンプルを透過し、金属基板上で反射して反射吸収のスペクトルが得られる。



# 顕微反射測定例

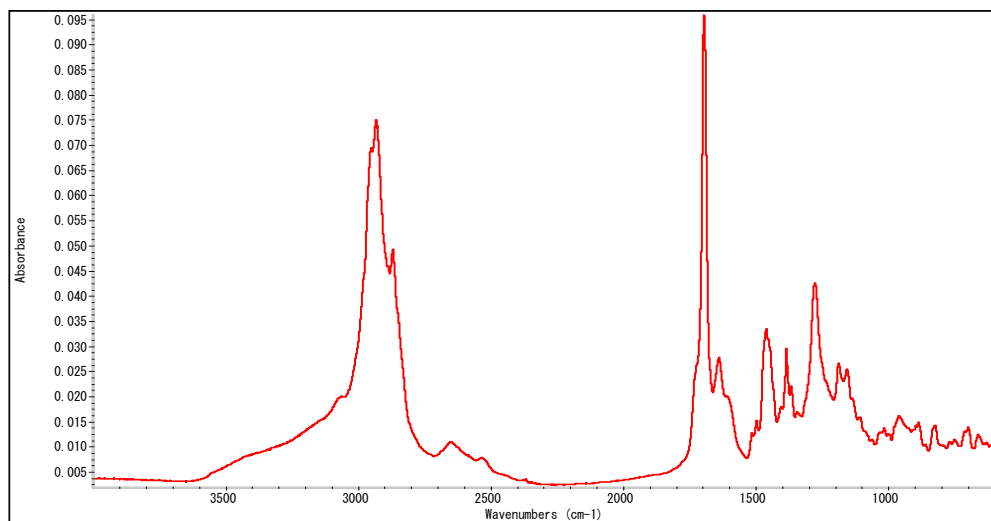
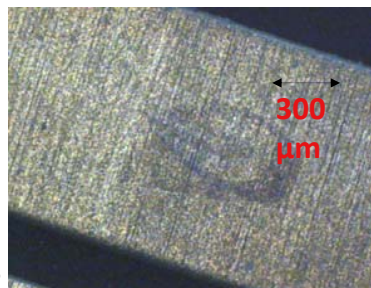
顕微反射法

ThermoFisher  
SCIENTIFIC

## 接点上の異物

電子部品の金属接点表面に付着した  
斑点状の異物

測定面が平らになるよう注意しながら  
ステージに設置し、反射法で測定。

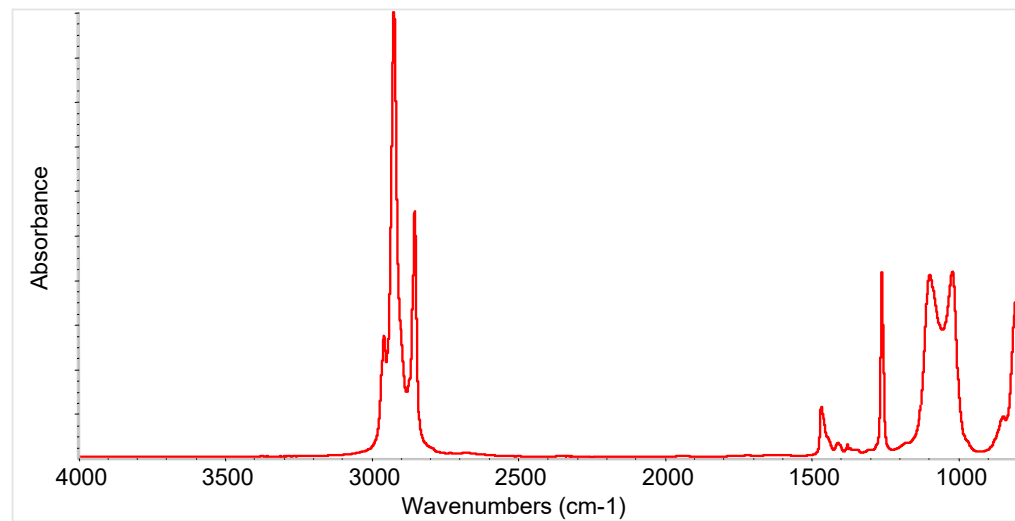


検索の結果、フラックス(松脂)であることがわかった。接点の異物は有機物であることが多く、赤外顕微鏡での分析が有効。

## 塗装面のはじき

金属塗装面上のはじき部分

はじきが発生した部分をカットして、測定面が平らになるようにステージに保持し、顕微反射法で測定。



はじき部分にシリコン系ワックスが付着していることを示唆。素地の洗浄不足、あるいはシーラーへのワックス混入による不良である可能性。

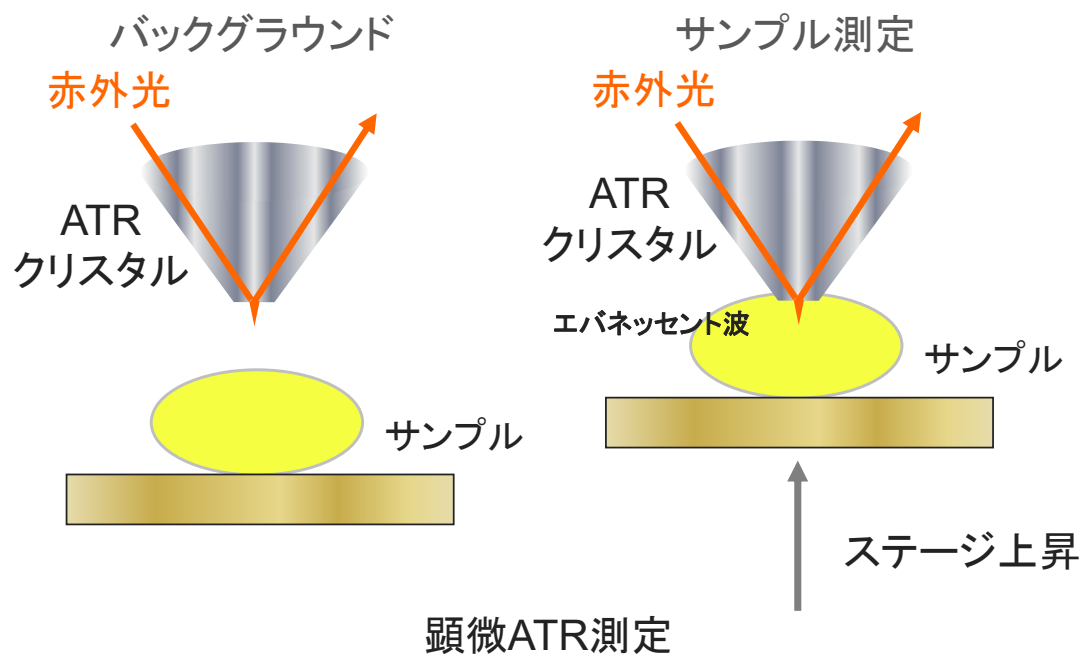
# 顕微ATR法

- ・ 高屈折率のクリスタルに、試料表面を接触
- ・ クリスタルから「エバネッセント波」という極微量の光がしみ出す現象を利用
- ・ クリスタルが接触する試料表面のわずかな厚み(深さ)部分を測定

顕微ATR法



ATR アタッチメント

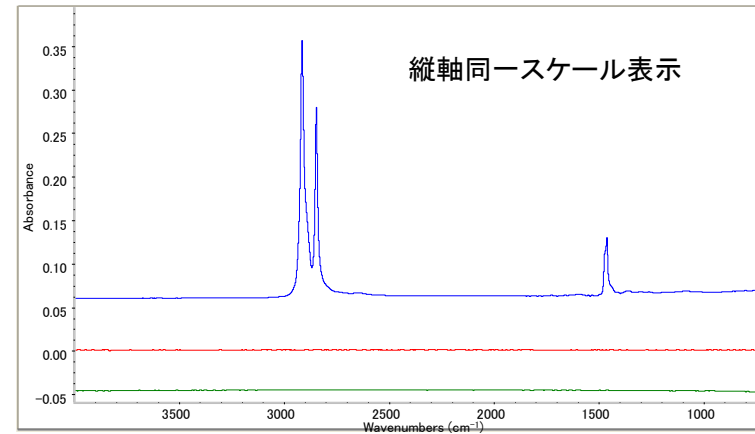
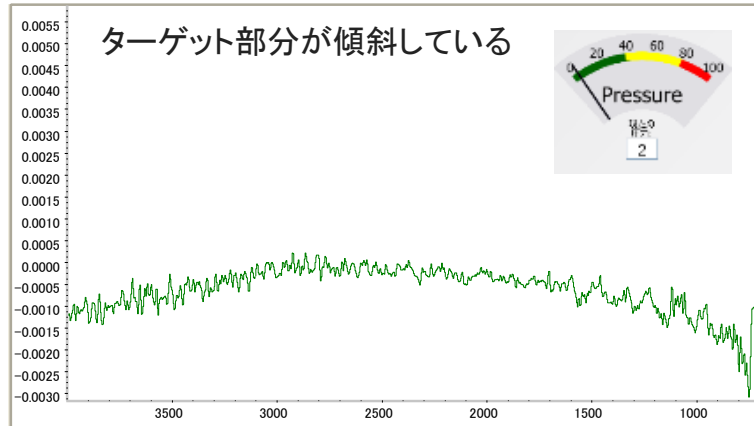
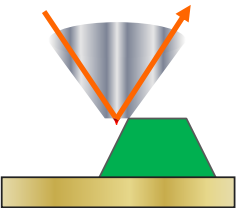
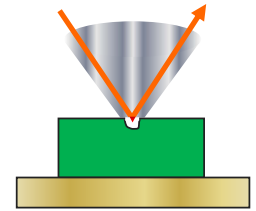
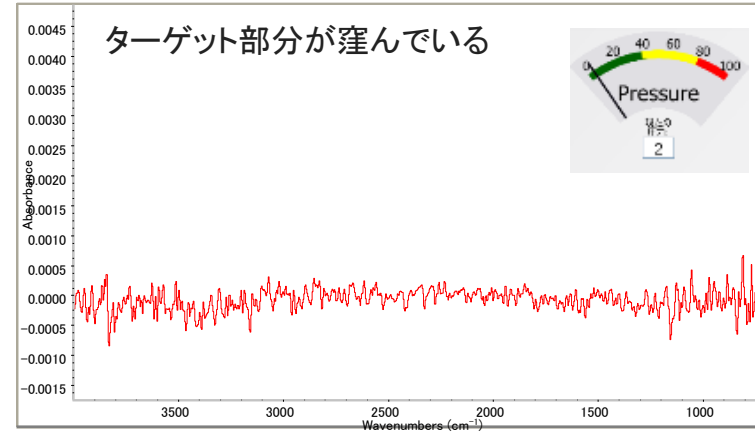
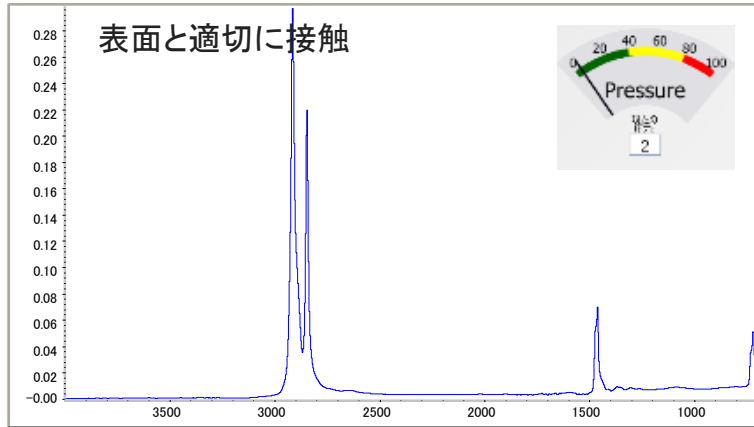
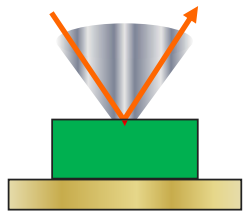


# 顕微ATR測定のポイント: クリスタルとの密着の重要性

顕微ATR法

ThermoFisher  
SCIENTIFIC

ATR測定においては、サンプルとATRクリスタルが接触することが測定の必須条件

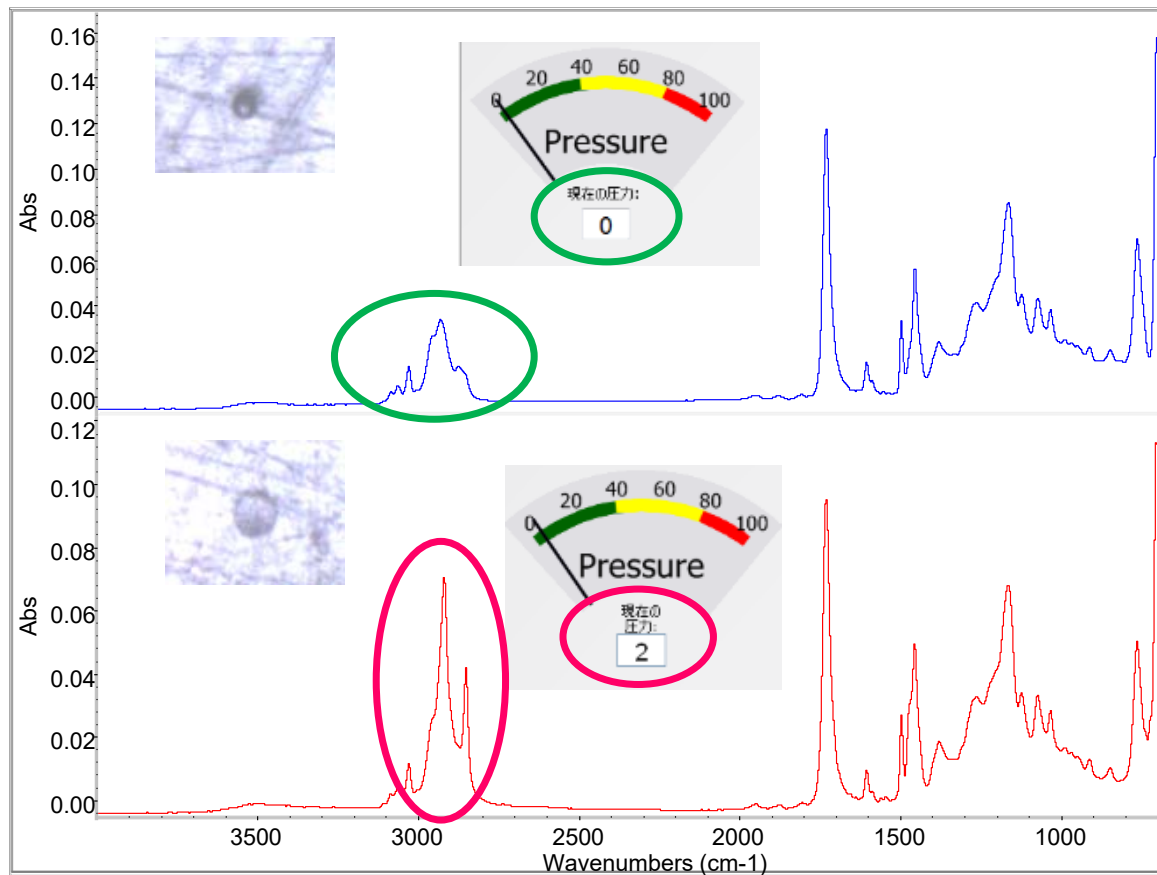


# 顕微ATR測定のポイント：接触圧力の調整

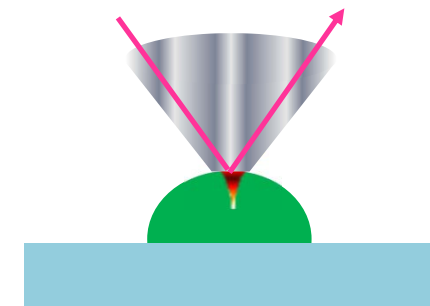
顕微ATR法

ThermoFisher  
SCIENTIFIC

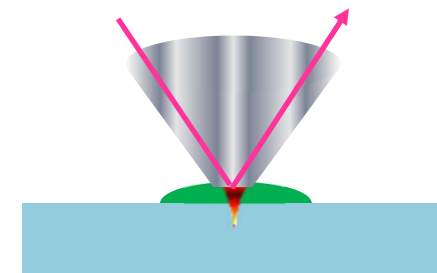
接触圧力を抑えて測定することで、基材の吸収の影響を避け、付着異物のスペクトルを取得できる場合もある。



接触圧力設定：表面に接触する程度



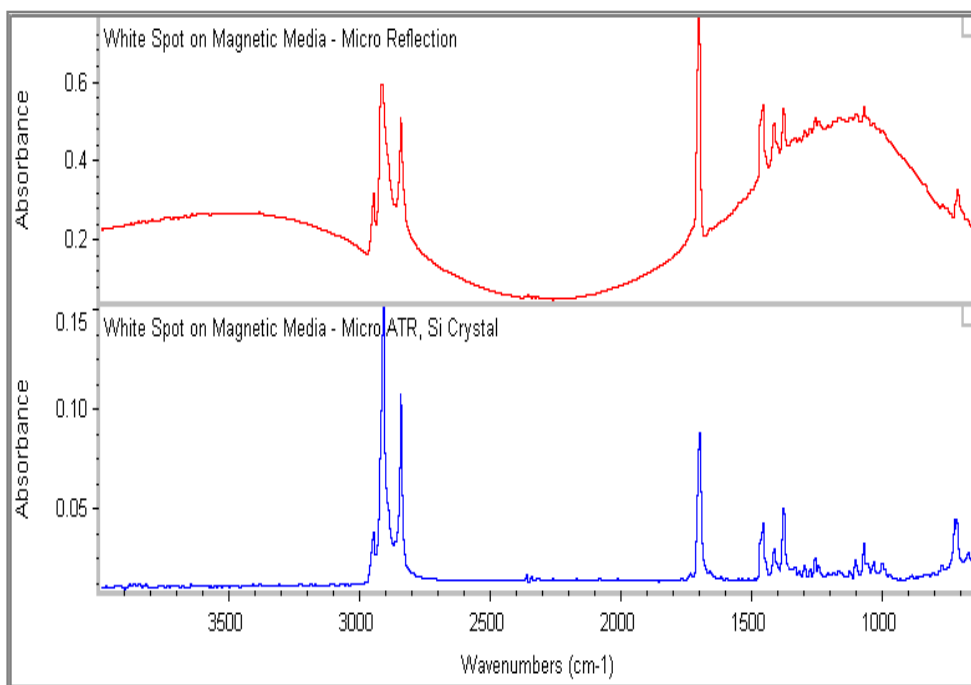
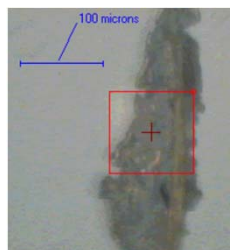
接触圧力設定：少し押し付ける程度



# 顕微ATR測定例

## 磁気メディア上異物

磁気メディアをステージに設置し、反射法およびATR法で測定を行った。

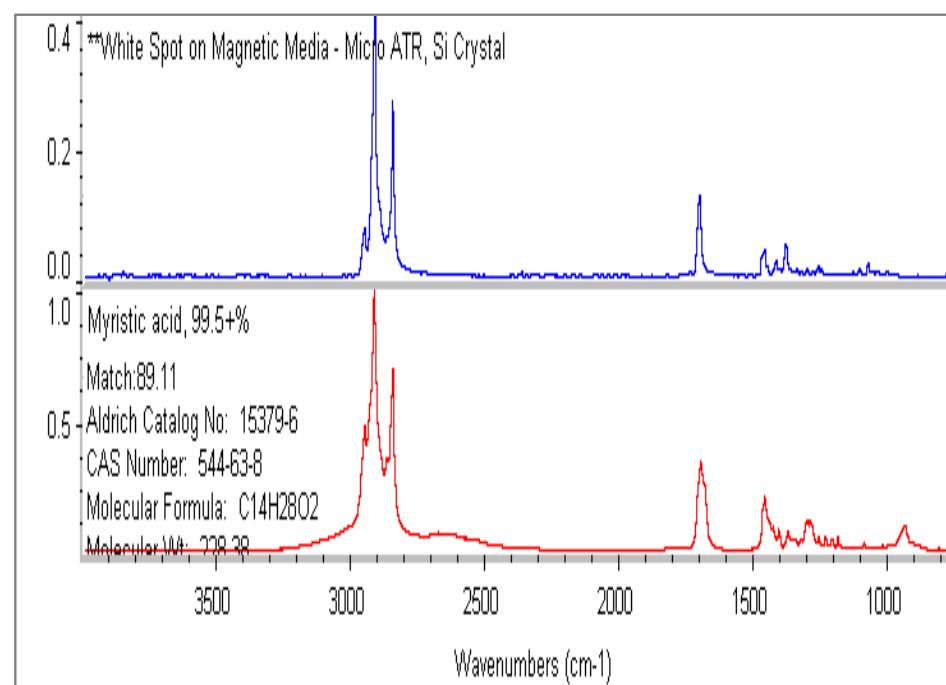


顕微反射法(上)では、ベースラインのうねりが見られる。  
顕微ATR法(下)では、ベースラインも正常、反射法で得られたスペクトルと同様の結果が得られた。

顕微ATR法

ThermoFisher  
SCIENTIFIC

ATRで得られたスペクトルにアドバンスドATR補正を施し、  
スペクトル検索を行った。



ライブラリ検索の結果、石鹼原料であるミリスチン酸を示唆。

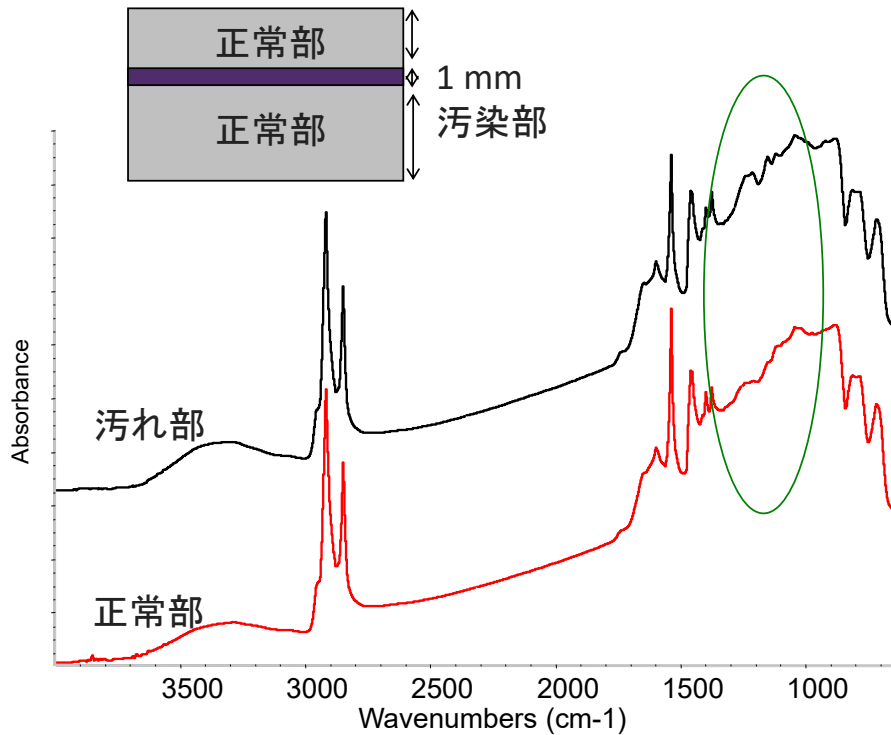
# 顕微ATR測定例

顕微ATR法

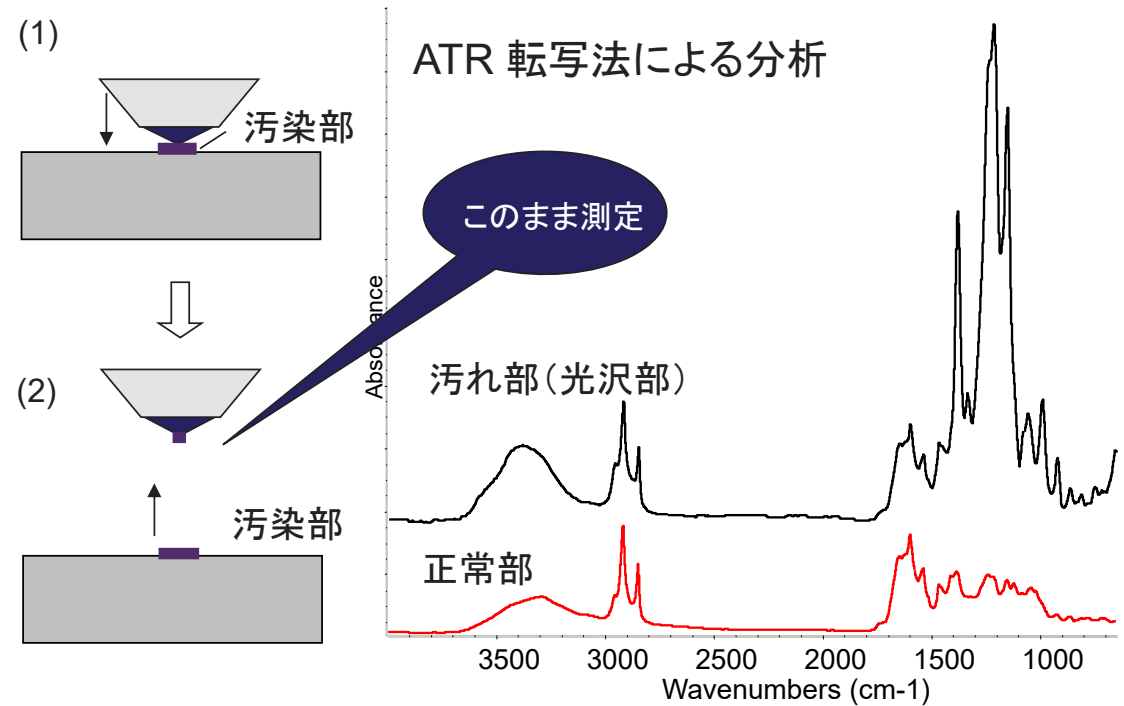
ThermoFisher  
SCIENTIFIC

## ラバーシート上汚れ

ラバーシート表面の幅1 mm程度のすじ状汚れ  
顕微ATR法を用い、それぞれの部位を測定したところ、  
下のようなスペクトルが得られた。若干の違いが見ら  
れたものの、差スペクトルの結果は良好ではなかった。  
→ 転写法を試みた。



汚れ部(光沢部)、正常部をおのこの一度密着させた後、離した状  
態で測定。汚れ部分のスペクトルにのみ1230 cm<sup>-1</sup>のCF結合に由  
来するピークが見られる。製造ラインの搬送装置から、フッ素系オイ  
ルが付着したものと推定。



# 目次

1 はじめに: 異物分析のワークフロー

2 赤外顕微鏡の基礎

3 微小異物の形態とサンプリング

4 微小異物の測定事例

5 スペクトル検索



# スペクトル検索のポイント

スペクトル検索機能を活用するために

## 検索領域の設定

スペクトルのブランク処理  
検索ソフトウェアの領域指定

## スペクトルの補正

スペクトル処理機能を活用

- ・ S/N: スムージング処理
- ・ 差スペクトル
- ・ ベースライン補正
- ・ アドバンスドATR補正
- ・ ブランク処理

## ライブラリスペクトルとの差

検索スペクトルとの差(再検索)  
多成分検索の実行

## 検索アルゴリズムの選択

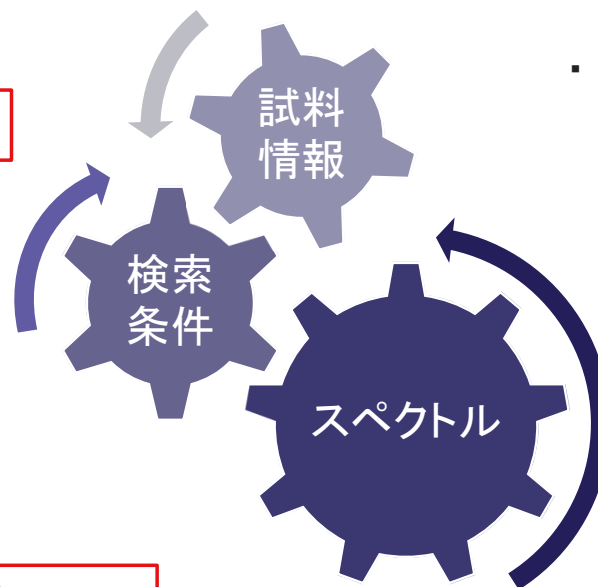
- ・ コリレーション  
ベースライン、オフセットの影響を除去
- ・ 微分法  
ピークの位置に重点  
ピーク強度の差による影響を除去

## 検索ライブラリの選択

サンプル情報を活用  
状態観察情報を活用

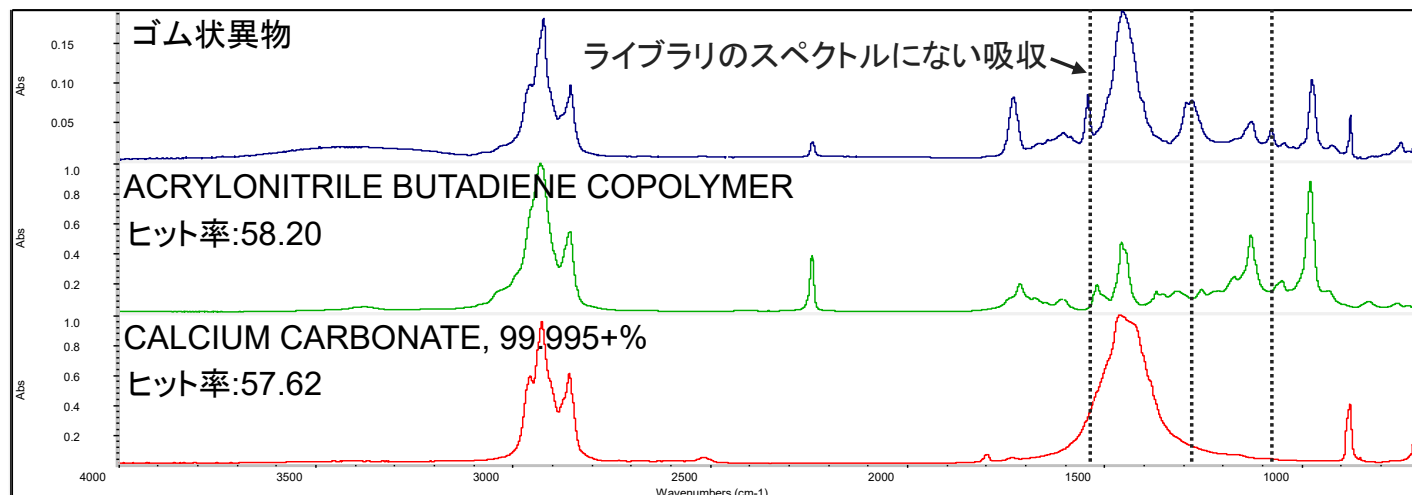
## 検索のヒット率

異物のスペクトル検索におけるヒット率は目安  
ヒットしたライブラリスペクトルは目視確認推奨



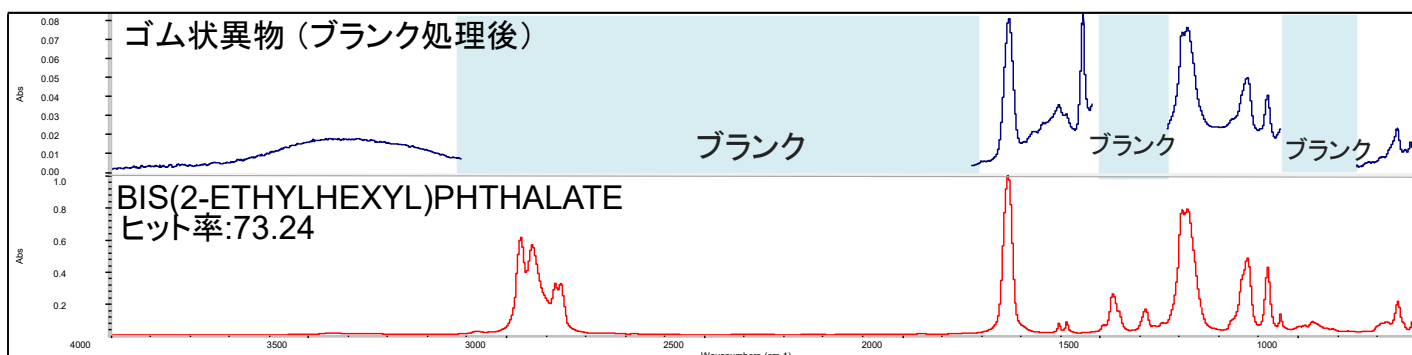
## 検索領域の設定: ブランク処理の有効性

ゴム状異物 ① 単成分検索を実施 → ライブラリ検索で該当しなかったピークを確認。



ゴム状異物のスペクトル検索により、NBRと炭酸カルシウムがヒットした。

② 上記のピーク領域を残し、主要な吸収領域をブランク処理。→ 再度検索

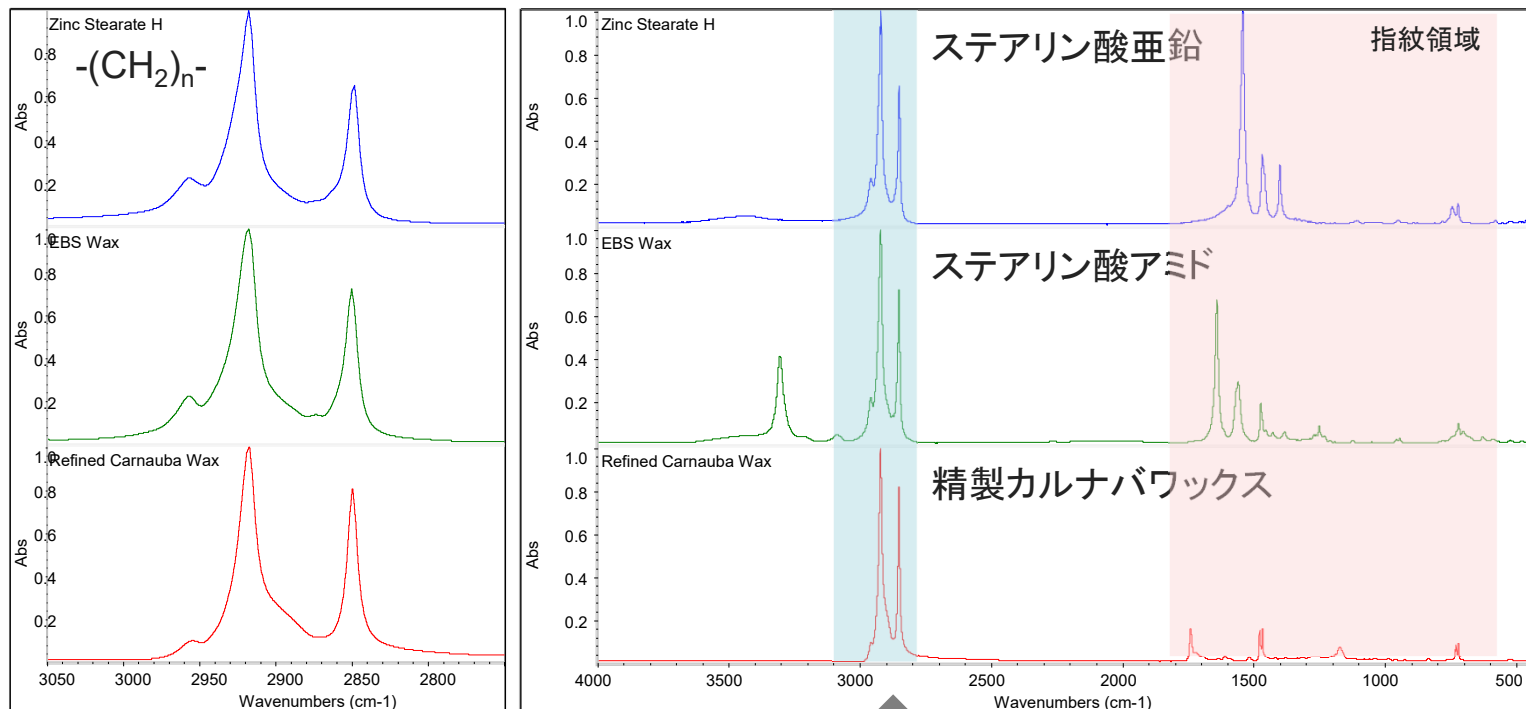


ブランク処理後のスペクトル検索により、さらにフタル酸エステルの存在が示唆された。

## 検索領域の設定：検索結果の改善

多くの有機物に共通の吸収ピーク(官能基)を検索領域から排除

アルキル鎖を持つ化合物の場合、同じ形状のピークが2900 cm<sup>-1</sup>付近に検出されるものがあります。



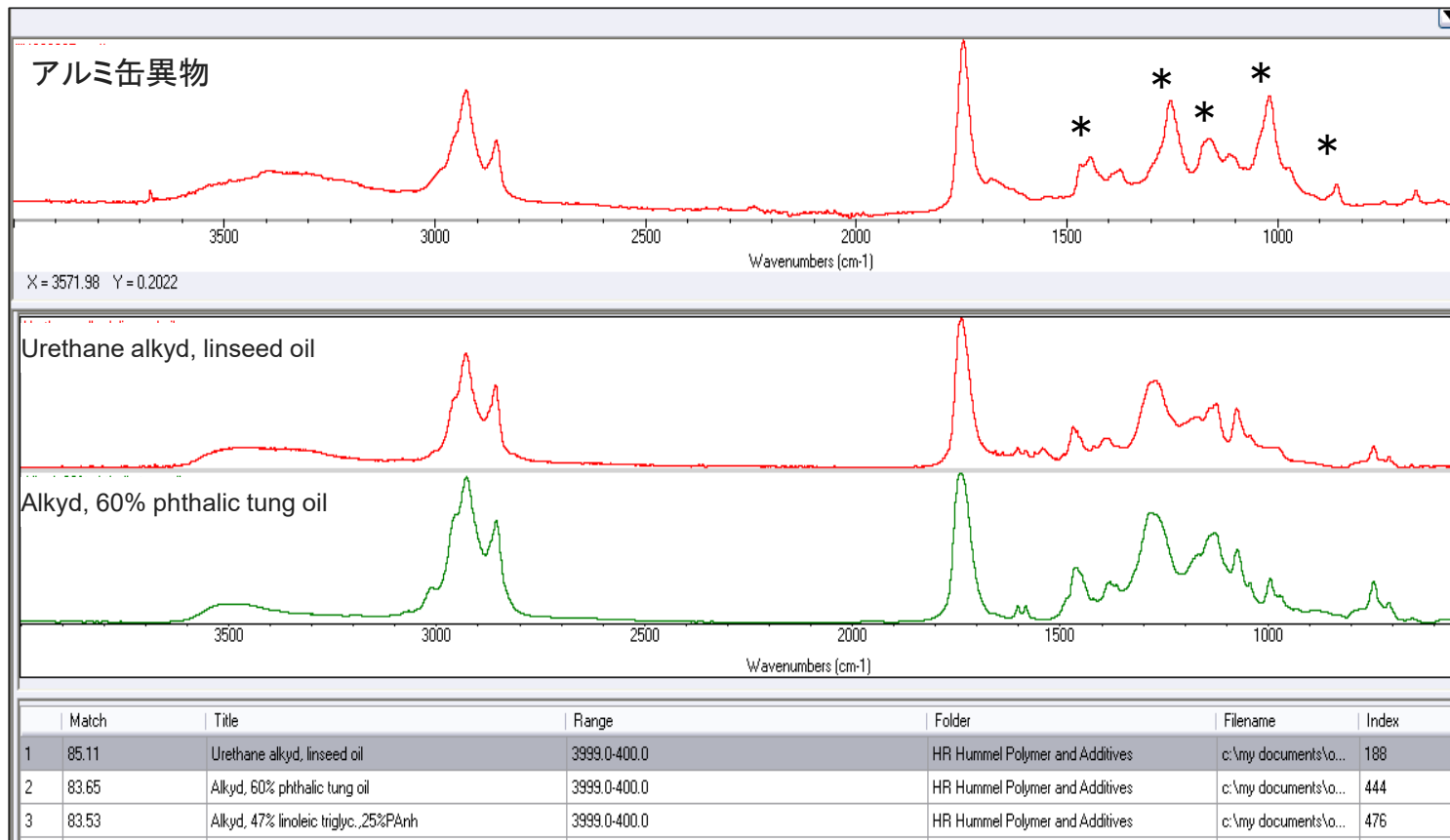
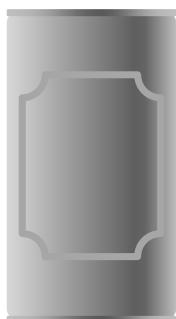
アルキル基(-CH<sub>2</sub>-)が主査のポリマーは、3000~2800 cm<sup>-1</sup>のピーク強度が大きく、形状が似ている場合がある。

アルキル基由来の吸収領域を検索領域から排除し検索を実施することで、指紋領域に重点を置いた検索が有効になる。

主成分に偏っていた検索結果が改善される可能性

# スペクトル検索例: アルミ缶外装に付着した異物

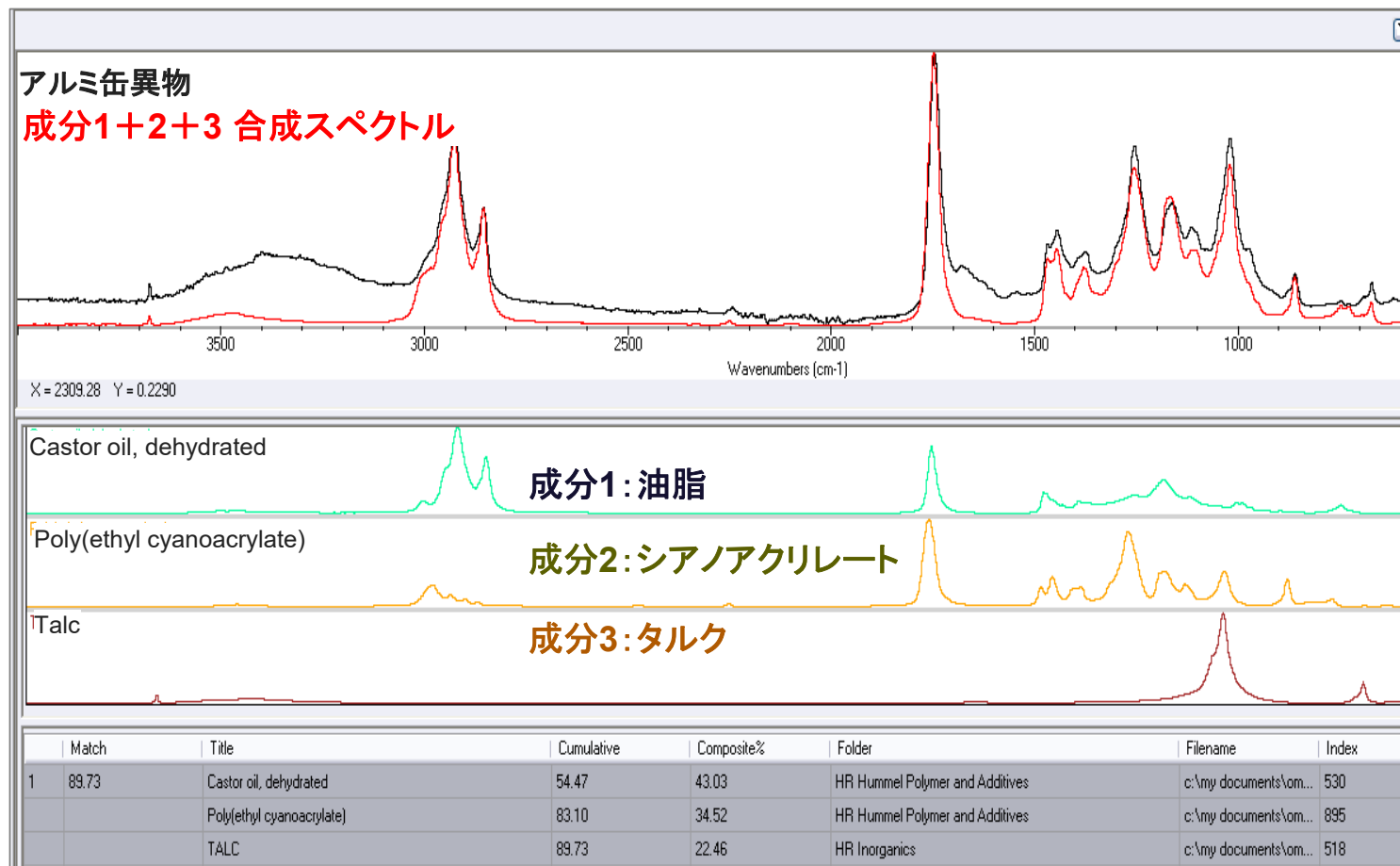
アルミ缶底部に付着した粘着性の異物: ニードルで一部を採取し、ATRクリスタルへ移してATR測定



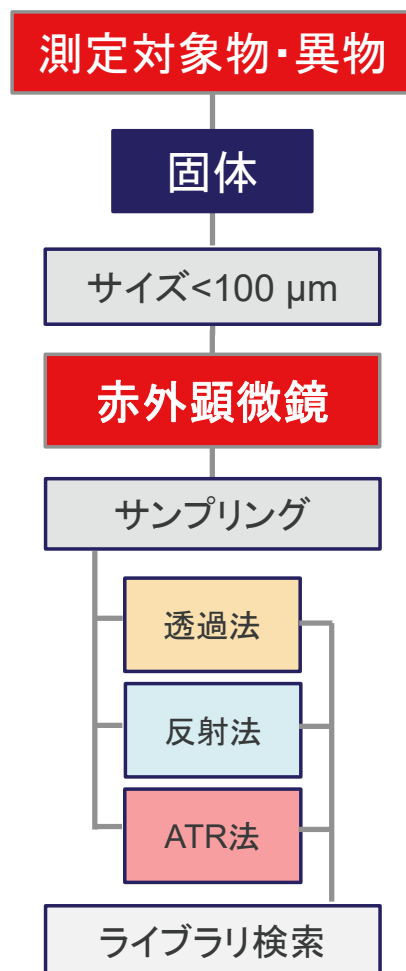
通常のライブラリ検索を行うと「アルキド」がヒットし一致しないピークが多くあった → 多成分検索へ

## スペクトル検索例: アルミ缶外装に付着した異物

Thermo Scientific™ OMNIC™ Spectaソフトウェアを用いた多成分サーチの結果、粘着性の異物はシアノアクリレート系接着剤と油脂、タルクの混合物であることが示唆された。



## まとめ：赤外顕微鏡による異物分析の基礎と測定および解析



- ・ サンプル情報を収集
  - ・ 状態観察、形態観察は重要な情報
  - ・ 妥当な測定方法を選択、適切な方法で測定
  - ・ サンプリングで良好なスペクトルが得られる場合も多い
  - ・ ライブラリ選択では試料情報を活用
  - ・ スペクトル検索は種々の条件でアプローチ
- [補足]他の分析手法の情報を得ることで確実に絞り込み

# Thank you

診断用には使用いただけません。

© 2021 Thermo Fisher Scientific Inc. All rights reserved.

All trademarks are the property of Thermo Fisher Scientific and its subsidiaries unless otherwise specified.

実際の価格は、弊社販売代理店までお問い合わせください。

価格、製品の仕様、外観、記載内容は予告なしに変更する場合がありますのであらかじめご了承ください。

標準販売条件はこちらをご覧ください。 [thermofisher.com/jp-tc](https://www.thermofisher.com/jp-tc)



**ThermoFisher**  
SCIENTIFIC

# FT-IR・近赤外・ラマン製品オプション ソフトウェア・アクセサリのご紹介

マテリアルズ & ストラクチャーアナリシス事業本部

 The world leader in serving science



# アジェンダ

1 FT-IR・近赤外・ラマン製品のご紹介

2 私がおすすめするアクセサリ・ソフトウェアのご紹介①

3 私がおすすめするアクセサリ・ソフトウェアのご紹介②

ThermoFisher  
SCIENTIFIC



# ベンチトップFT-IRのラインアップ

ThermoFisher  
SCIENTIFIC



Thermo Scientific™ Nicolet™ iS5 / Summit



Thermo Scientific™ Nicolet™ iS20



Thermo Scientific™ Nicolet™ iS50

## 品質保証

品質に影響を与える汚染や欠陥を素早く確認する。

- サンプル可能な異物分析
- ルーチン分析
- 教育実習

## 問題解決

材料解析において、根本的な原因を特定する。

- ルーチン分析から研究開発
- 高分解能なガス分析
- 時間変化する長時間測定
- 顕微IRへのアップグレード
- TGA-IRアクセサリ対応

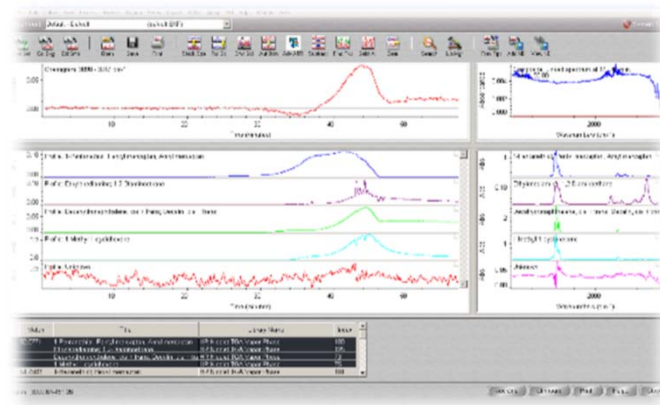
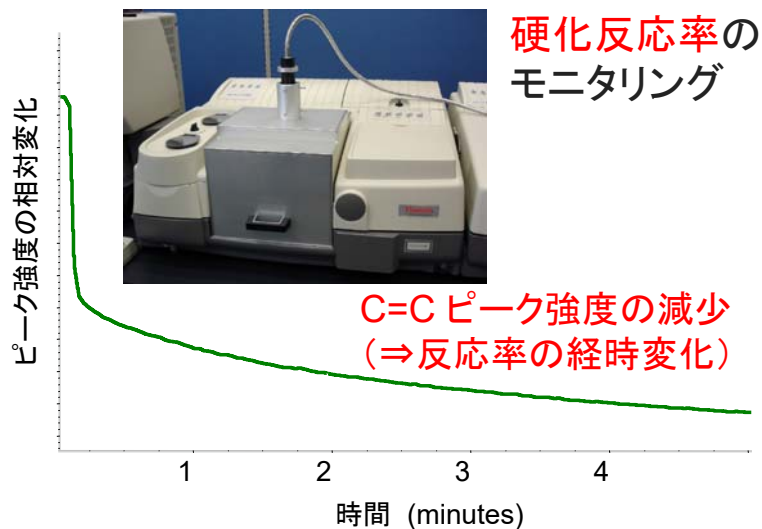
## 材料開発

材料の化学的、物理的、構造的、元素特性を理解する。

- FT-IRの最高峰クラス
- 近赤外、中赤外、遠赤外をカバー
- ビルトインATRによる低波数分析
- 複数台の検出器でさまざまな研究
- UV硬化などの高速スキャン測定
- 多種類の測定モジュール

# FT-IRの測定例 ～幅広いアプリケーションに対応～

- リアルタイムUV反応追跡
- 熱硬化・熱劣化測定
- MAIRS法
- FT-Raman
- TGA-IR
- GC-IR
- 遠赤外領域のATR測定



# 顕微FT-IRのラインアップ

ThermoFisher  
SCIENTIFIC



Thermo Scientific™ Nicolet™ iN5(+  
Thermo Scientific™ Nicolet™ iS20)



Thermo Scientific™ Nicolet™ iN10  
(+iZ10)



Thermo Scientific™ Nicolet™  
Continuum™ (+iS50)

## 品質保証

品質に影響を与える汚染や欠陥を素早く確認する。

- 接眼レンズによる目視観察
- マニュアルステージの直観的操作
- 自動化を必要としないポイント測定
- ルーチン業務

## 問題解決

材料解析において、根本的な原因を特定する。

- 自動化されたインターフェース
- 面分析による赤外イメージの取得
- 多様な画像解析
- 赤外イメージから得る統計的な考察

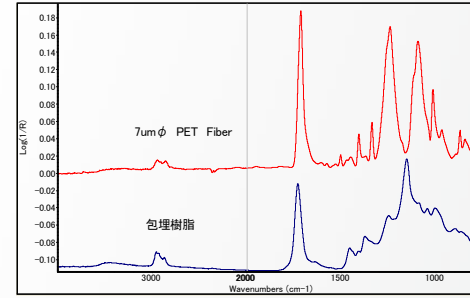
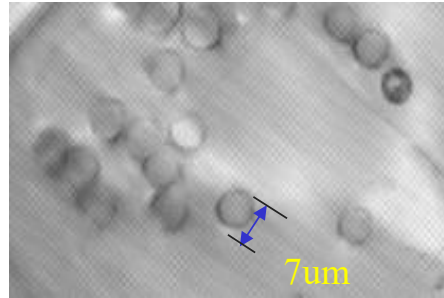
## 材料開発

材料の化学的、物理的、構造的、元素特性を理解する。

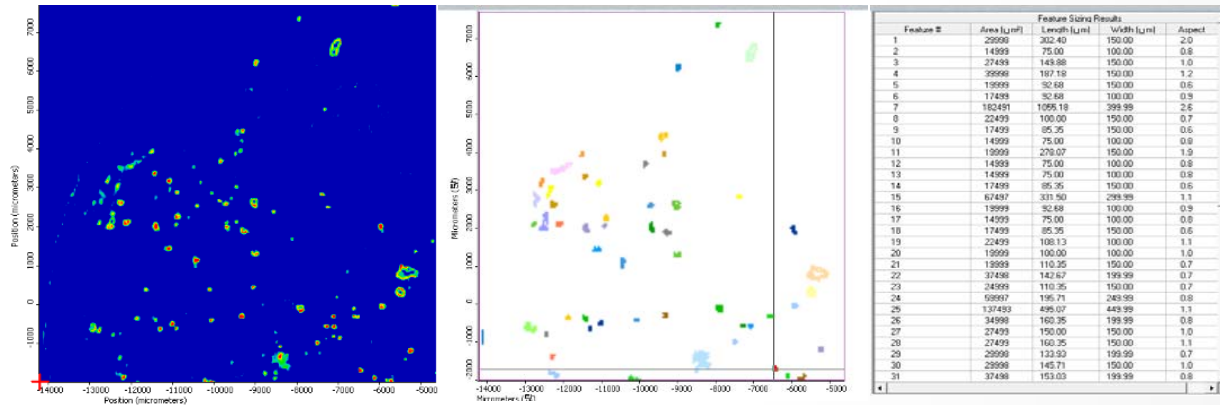
- 偏光や微分干渉を用いた可視観察
- 迷光をカットするデュアルマスキング
- 用途に合わせた検出器の選択
- 加熱・冷却ステージを用いた微小部位での反応追跡

# 顕微FT-IRの測定例

- 微小異物の測定
- マッピング・イメージング
- (多層フィルムなど)
- マイクロプラスチック分析

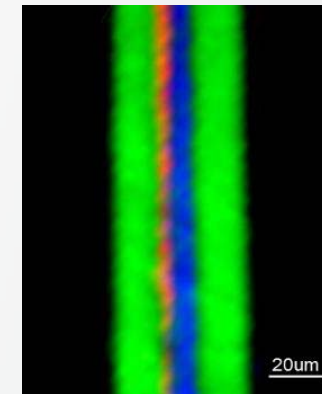


## 微小異物測定



## マイクロプラスチック分析

包埋樹脂  
PP  
PE  
PE  
PE  
PP  
包埋樹脂



## 多層フィルムのイメージング測定

# ラマン分光装置のラインアップ



Thermo Scientific™ DXR™3 Smart ラマン

## 品質保証

原料受入検査や製品出荷検査などバルクケミカル測定に最適なラマン装置。

- バイアル瓶、ビニール越しの測定可
- 混合物の平均データを取得 (最大5 mmx5 mm)
- オートキャリブレーション機能



Thermo Scientific™ DXR™3 顕微ラマン

## 品質保証・問題解決

微小領域(約1 μm)のポイント測定およびマッピング測定が可能なラマン装置。

- 共焦点機能により深さ方向測定可能
- FT-IRと同じThermo Scientific™ OMNIC™ ソフトウェア
- 豊富なライブラリ
- オートアライメント／キャリブレーション



Thermo Scientific™ DXR3™xi イメージングラマン

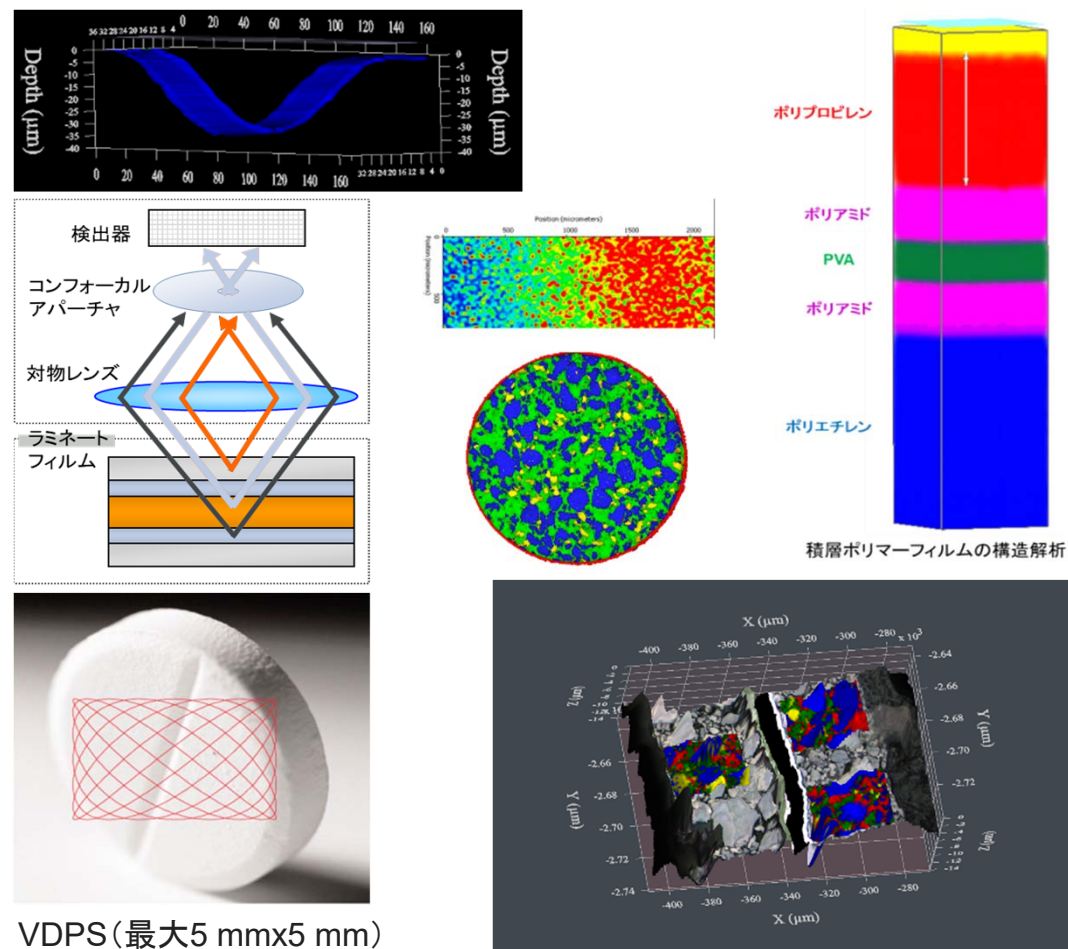
## 材料開発

高速・高感度イメージング。凹凸のあるサンプルも測定可能なラマン分光装置。

- 共焦点機能による3Dイメージング
- サンプルへのダメージを低減する積算イメージング
- オートアライメント／キャリブレーション

# ラマンの測定例

- **ポリマー**  
ポリエチレン成形品の結晶性評価  
多層フィルムの非破壊測定(各層や接着層の定性分析)  
PTFE成形品の配向性評価
- **電池材料**  
リチウムイオン電池電極材料の分散性  
全固体電池材料の分散性
- **カーボン材料**  
グラフェンの層数解析、グラファイト結晶性の評価、  
ダイヤモンドライクカーボン(DLC)の状態
- **製薬(薬局方にラマンスペクトル測定が2019年に収載)**  
錠剤イメージング  
結晶多形の判別  
貼付剤の各材料の深さ方向へのイメージング測定



## 近赤外分光装置のラインアップ



Thermo Scientific™ Antaris™ II

Thermo Scientific™ Nicolet™ iS50+NIR  
モジュール

Thermo Scientific™ Nicolet™ iS5N

透過・積分球・ファイバー・タブレット

透過・積分球・ファイバー

透過

堅牢なボディ・高感度・高安定性を兼ね備えた近赤外専用分光光度計。

中赤外に加えて近赤外も同時測定が行えるFT-IRとNIRの複合モデル。

コンパクト設計と簡易操作で手軽に近赤外測定を開始。

- 測定モジュールを増設可能な設計
- 製薬向けバリデーション対応
- Audit Trail/Data Integrity対応
- 検量線作成ソフトウェア

- FT-IRとNIR同様のソフトウェア操作
- 最適な光源・ビームスプリッター・検出器
- NIRモジュールによる専用の光学系

- ルーチン分析や簡易検測定に最適

# NIRのアプリケーション例

各分野で使用されているアプリケーション例

## 製薬

- 原材料の受入検査(識別)
- タブレット(API)含有量の確認
- 乾燥プロセスのモニタリング
- 細胞培養の発酵確認
- 固体のブレンド均一性
- 凍結乾燥した材料の水分定量



## 食品・飲料・農業

- 食品中の脂肪・でんぷん・水分・タンパク質などの定量分析
- 食用油の分析
- 食品添加物の確認試験
- 製粉の確認試験
- バイオ燃料生産の最適化



## インダストリ(ケミカル&ポリマー)

- バッチ中の反応モニタリング
- 潤滑油の品質確認
- 潤滑油中の添加剤モニタリング
- 水分、溶剤中の残留物
- 押出成形機からダイレクト確認
- ポリウレタン原料ポリオール



# アプリケーションノート紹介

## ■ FT-NIRによる凍結乾燥製品の重要パラメーターの非破壊分析

thermo scientific  
アプリケーションノート

### FT-NIRによる凍結乾燥製品の重要パラメーターの非破壊分析

NO.A181591

**キーワード**  
Antaris II FT-NIR, QAVOC, 凍結乾燥, 水分, トロンピン, 非破壊

**要約**  
凍結乾燥製品は受入検査の際、容器を開封すると内容物が影響を受けやすいため、QAVOC測定が難しいサンプルです。近赤外分光分析は、ガラスやプラスチックなどの容器をスキップして内部のサンプルを非破壊的に分析できるため、凍結乾燥材料に最適なソリューションとして広く採用されています。本アプリケーションノートでは、従来のより信頼性が高いとされている凍結乾燥過程であるトロンピンの凍結乾燥サンプル分析を行い、Thermo Scientific™ Antaris II FT-NIR 近赤外アナライザーの性能を実証しました。凍結乾燥トロンピンの主要な安定性パラメーターは水分と力価であり、多変量解析を用いて単一のスペクトルから同時に予測することが可能です。また、凍結乾燥後の分析におけるその他の考慮事項についても説明します。



Antaris II FT-NIR近赤外アナライザーオートサンプリングソフトウェア

凍結乾燥のプロセスは、バイアルに注入されたさまざまな成分の層を、暴風気化の過程から始まります。バイアルに部分的に凍らせて、常圧をガス脱離温度 (T<sub>g</sub>)、または結晶性化合物の場合には昇温速度以下に凍結します。ガス脱離温度は、その温度以下では材料が本質的に固体であるため、水の除去を効率的に進めることができます。次に圧力を下げ、凍結乾燥プロセスを一次乾燥段階から開始します。一次乾燥段階ではバルク水分を除去した後、二次乾燥段階で残留水分 (時には8重量%よりも多い場合がある) を除去します。ここでは、所望の乾燥度が達成されるまで、圧力をさらに下げながら温度をゆっくりと上げていきます。最後にバイアルに栓を密封して完了します。

**はじめに**  
凍結乾燥は、食品業界と製薬業界において一般的なプロセスであり、サンプルの劣化の必要をなくし、保存期間を劇的に延ばします。たとえば、通常数か月しか冷蔵保存できない製剤を凍結乾燥することによって、室温で数年も安定して保存することが可能です。凍結乾燥は、解凍 (凍結を解かす) に水蒸気相から乾燥に移行させるプロセス) によってサンプル内の残留水分を除去することによって機能します。加熱プロセスでサンプルから水を除去しようとする、サンプルが壊れることがあります。

ThermoFisher  
SCIENTIFIC

近赤外アナライザーとカールフィッシャー滴定装置の結果を用いた検量線により、凍結乾燥品の水分定量を行った事例と凍結乾燥品の状態変化(崩れて粉末化したもの)による影響を考察した事例のご紹介



## ■ 錠剤・ソフトジェル専用の分析ソリューション

thermo scientific  
アプリケーションノート

### 錠剤・ソフトジェル専用の分析ソリューション

#### 固形製剤の透過分析

NO.A181577

**キーワード**  
Antaris II, 錠剤, ソフトジェル, FT-NIR, 医薬品, 錠剤, 透過率, 原薬, 錠剤, 錠剤, ソフトジェル, QAVOC

**要約**  
開発されている医薬品製剤の大部分は、錠剤形態を目的とした錠剤やカプセルです。FT-NIRによる近赤外 (FT-NIR) 分析は、これらの材料を測定するための強力な技術です。このアプリケーションノートでは、Thermo Scientific™ Antaris II FT-NIR アナライザーのソフトジェル透過モジュールとスタンダードタブレット透過モジュールの異なる出力モードの利点について説明します (錠剤、ソフトジェル抽出、スタンダードタブレット抽出と透過)。錠剤とソフトジェルカプセルの基礎的スペクトルと透過スペクトルを説明します。

**はじめに**  
医薬品の固形製剤の分析は、通常、液体クロマトグラフィーを用いて行われますが、手間の多い試料調製や装置の再利用が必要となります。製薬会社は、代表的な固形剤の錠剤を分析するために、明確かつ、信頼性の高いHPLCアクセスに比べて、パッチ当たりでのサンプル数を増やす、より簡単な技術に興味を持っています (明確かつ信頼性の高いHPLCアクセスよりも迅速になります)。これらの理由から、FT-NIR分析は魅力的な代替手段です。

錠剤の分析には基礎的透過率が提供されていますが、含有物の同一性に対する懸念が残り、錠剤の成分をより正確に測定できる透過法のような非破壊的な方法を検討する必要があります。これは、錠剤に成形するものが脆いサンプルです。これは

の過程の中で、ソフトジェルカプセルは安全で費用対効果の高い製剤形態です。ソフトジェルカプセルは、柔軟性が低く、脆く、バラバラに砕けやすい材料でできています。錠剤、カプセルの製造は、香味のある薬を患者に提供するための有効な方法として1800年代前半頃に始まりました。したがって、多くの製薬会社がカプセル化された医薬品が増加すると予想しました。

基礎的透過率では、ソフトジェルタイプの錠剤の正しい情報を得られません。一方、FT-NIR透過率は、カプセルやソフトジェルのような非破壊的な製剤の迅速で非破壊的な分析に理想的な答えを提供できます。

**実例**  
すべてのスペクトルを、ユニバーサルタブレットホルダーを使用して、Antaris II FT-NIRアナライザー (図1) を用い、16 cm<sup>2</sup>の面積、30秒の測定時間で取得しました。透過測定には、ソフトジェル抽出とスタンダードタブレット抽出器を使用しています。基礎的透過率は、内部の食塩コーティングカウントとして量分を測定して行いました。ビタミンE (油状) の測定には、光路長1 mmの光ファイバーチッププローブを用いました。



図1. ソフトジェル抽出器とAntaris II FT-NIRアナライザー

ThermoFisher  
SCIENTIFIC

飲み薬として一般的な固形錠剤(固体)とカプセル錠剤(液体)について近赤外アナライザーを用いて医薬品の有効成分を測定した事例をご紹介します



凍結乾燥製品: <https://assets.thermofisher.com/TFS-Assets/MSD/Application-Notes/an-118-ftnir-lyophilized-materials-non-destructive-analysis-an118.pdf>

錠剤ソフトジェル: <https://assets.thermofisher.com/TFS-Assets/MSD/Application-Notes/an-117-ftnir-solid-dosage-pharmaceuticals-an117.pdf>

# アプリケーションノート紹介

## ■ 近赤外分光装置を用いたポリオール中水酸基価の測定

thermoscientific

アプリケーションノート

### 近赤外分光分析装置 (FT-NIR) を用いたポリオール中水酸基価の測定

はじめに  
ポリウレタンはせつとも柔軟な弾力に富む特性として、車の内張りやゴルフクラブのグリップ、テニスラケットなどの市販品に多く利用されています。ポリウレタンはポリオールとイソシアネートとの反応により形成されます。図1に示すように、反応物であるポリオールとイソシアネートは通常二つの以上の官能基を持っています。最終生成物であるポリウレタン鎖にはカルボニル基もしくはウレタン結合を持っています。



図1. ポリウレタンの反応方式

ポリウレタンの物理的特性は、製造過程における出発物質であるポリオール分子固有の特性を左右する要因により影響されています。ポリオール中の水酸基価 (OH) の数がウレタン結合の量に直接影響を与え、最終生成物であるポリウレタンの物理的特性に大きな影響を与えます。従来では、ポリオール中の水酸基価は滴定法とポリオールと反応させた、水酸化カルシウムの測定により測定されます。滴定法は中和する量がASTM D4274-11Cに規定されています。この滴定化学法は時間がかかり、いくつかの試薬を必要とします。ASTM D6342-12により、近年ではさまざまな物質の水酸基価の測定にフーリエ変換式近赤外分光分析装置 (FT-NIR) が用いられるようになってきています。最新のFT-NIR分析装置を用いることで少量のサンプルで短時間の分析が可能です。このアプリケーションノートではThermo Scientific™ Nicolet™ iS50近赤外分光分析装置とID11H超高速分光セルを組み合わせて用いた、さまざまな水酸基価を持つポリブレングリコールの分析を行う方法をご紹介します。

測定条件  
水酸基価の測定にはSigma-Aldrich™社より購入した六種のポリブレングリコールサンプルを用いました。この六種のサンプルにおける水酸基価は26~263 mg KOH/gです。各標準サンプル1 mLを8×40 mm、光路長約6 mmのガラスバイアルに充填しました。このバイアルをID11H超高速分光セルに取り入れ、より正確な結果を得るために、サンプルの温度が約15°Cに40°C一定に保ちました。Nicolet iS50近赤外分光分析装置 (図2)での測定を行う前に、サンプルをID11H超高速分光セルに1分間静置して温度が安定な状態になるようにしました。装置構成は、CaF<sub>2</sub>ミームプリッター、タンダムスキャン/ハロゲン光源、高感度InGaAs近赤外検出器です。1分以内の測定時間で、11,000から64,000 cm<sup>-1</sup>領域のスペクトルを得ることができ、スベクトル分解率 8 cm<sup>-1</sup>, 90回積算。



ポリウレタンの物理的特性を左右するポリオール中の水酸基を定量分析する手法をご紹介します



## ■ FT-NIRを用いたセルロースエステルの識別分析

thermoscientific

APPLICATION NOTE

### FT-NIRを用いたセルロースエステルの識別分析: フィールドからラボへのメソッド移行

キーワード  
Nicolet iS50 NIRセジュール, FT-NIR 近赤外分光法, ドラッグデリバリー, 分散セルロース

はじめに  
近赤外 (NIR) 分光法は、食品または製薬業界における両方に制約されたプロセス環境のための一般的な分析ツールです。電磁スペクトルの近赤外線部分は、ガラス製の窓、窓、ファイバーを容易に透過するため、試料を採取したり、実験室に持ち込んで分析したりする必要がなく、プロセスの流れの中で直接物質を分析する目的に理想的です。一般に、光ファイバープローブは、プロセス内の物質をリアルタイムで連続してモニタリングするために利用されます。さらに、サンプルをガラスバイアルごと分析できるため、分析者を選択した材料、またはサンプルを環境に暴露することがありません。



Thermo Scientific Nicolet iS50 FT-IR 分光光度計とiS50 NIRセジュール

NIR分析メソッドは、しばしば、研究用の装置を使用して、管理されたラボ内で開発・テストされます。柔軟性を備えた装置と制約された環境は、理想的な一連の標準物質からスペクトルを収集し、最良の理論とメソッドのパラメータを開発するのに最適です。いったんこのメソッドが確立されると、次に既述に設計されたNIR装置を用いて、生産プロセス環境におけるルーチン分析に適用されます。場合によっては、容認されるようになったメソッドが現場で失敗することがあり、実験室でそのメソッドを再検証する必要があります。これらの場合、試験サンプルは、方法分析およびトラブルシューティングの一環として中央の研究所に送られます。この評価、修正プロセスについても、使用地の生産現場のメソッドを分析ラボの装置へ移行する必要があります。そのためには生産プロセスとラボの装置間の装置パフォーマンスが限りなく一致している必要があります。



Thermo Scientific Antaris II FT-NIR 分光光度計

ここでは、分析、評価および修正の目的のために、プロセス機器Thermo Scientific™ Antaris™ NIR 近赤外アナライザから、実験機器Thermo Scientific™ Nicolet™ iS50 FT-IR分光光度計 (両方とも上図) へのメソッド移行の同等性を検証します。この「逆移行」(生産現場からラボ)の効率性を証明するために、一連のセルロースアセテートエステルをモデル化合物として使用しました。



さまざまなセルロースエステルの識別と、Antaris II でのメソッドをiS50に移行した検証作業のご紹介(製造現場とラボによる双方向での問題解決)



ポリオール中の水酸基化: <https://assets.thermofisher.com/TFS-Assets/MSD/Application-Notes/an-119-ftnir-determining-hydroxyl-value-an119.pdf>

セルロースエステルの識別: <https://assets.thermofisher.com/TFS-Assets/MSD/Application-Notes/an-107-ftir-ftnir-cellulosicester-analysis-an107.pdf>

# アジェンダ

1 FT-IR・近赤外・ラマン製品のご紹介

2 私がお勧めするアクセサリ・ソフトウェアのご紹介①

3 私がお勧めするアクセサリ・ソフトウェアのご紹介②

ThermoFisher  
SCIENTIFIC

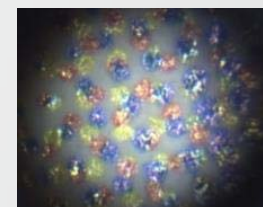


# 私がお勧めするアクセサリ・ソフトウェアのご紹介①

## 外部反射アクセサリ『Thermo Scientific™ ConservatIR™』



- 測定方法: 反射／拡散反射による非破壊測定! (ダイヤモンドATRオプションあり)
- 測定モード: 反射およびATR
- サンプル表面の可視映像取得可能(USB出力)
- 光学系アーム可動角:  $-5\sim 95^\circ$  (赤外光入射角は常に $45^\circ$ )
- 赤外光スポット径(直径): 反射測定 1.25 mm(ATRのスポットサイズは0.5 mm)
- スペクトル領域: 中赤外～遠赤外領域(無機化合物のサンプルの測定にも非常に有効)  
※FT-IR本体光学系仕様に依存
- サンプルを近づけるだけの簡単測定! 誰でも容易に使用可能!
- OMNICおよびThermo Scientific™ OMNIC Paradigmソフトウェアで精度の高いKramers-Kronig(K-K)変換



ConservatIRの可視観察  
で得られたカタログ表面の  
可視画像

## 測定例①: 自動車タイヤ表面の付着物の分析

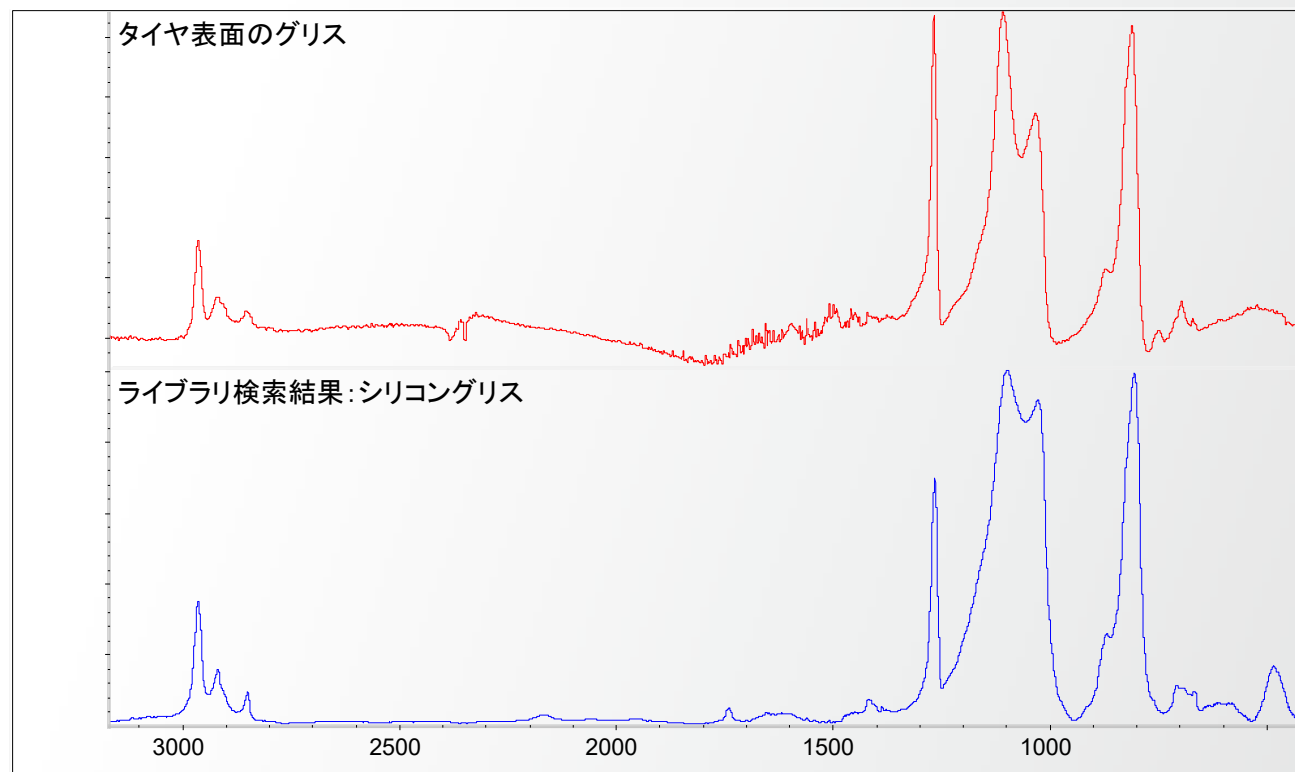


自動車タイヤの表面に付着しているコンタミネーション



ConservatIRのアームを0度付近にセットして測定

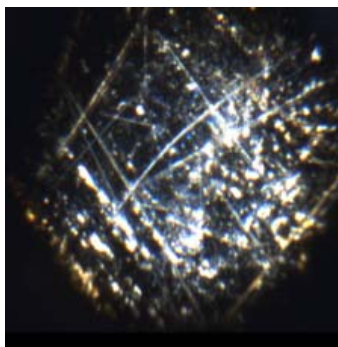
測定部を切り取ることができない、サイズ的にラボに持ち運べないサンプルの測定。  
小型IRを用いて、現場でConservatIRを近づけるだけでダイレクトに測定可能。



## 測定例②: 缶の表面のコーティング膜の分析

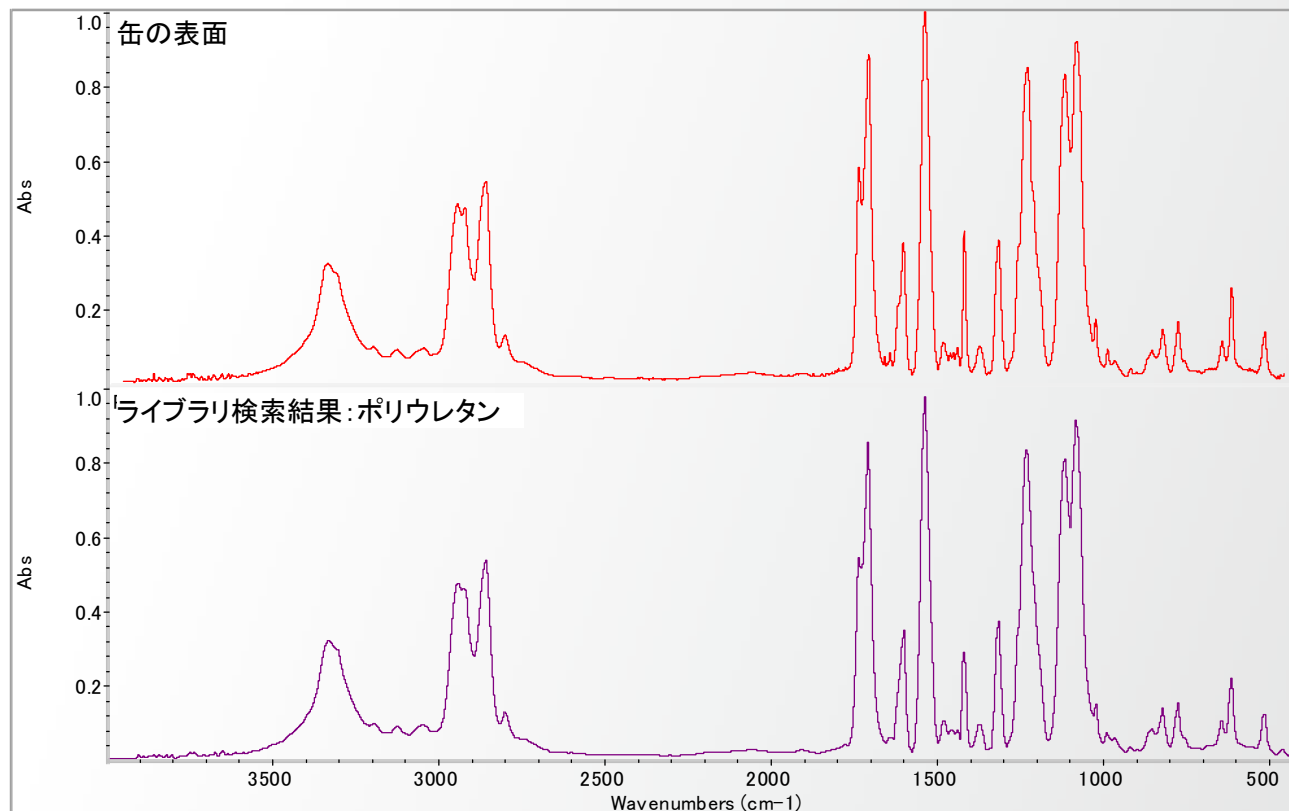


ConservatIR アームヘッドにATRアッセンブリを装着、  
サンプルをダイヤモンドクリスタルに接触させている様子



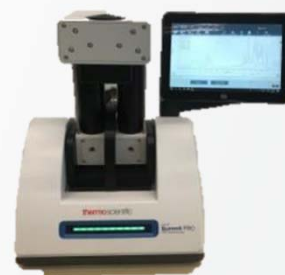
可視観察画像(PCでキャプチャ)

サンプリングが困難な金属製の缶の表面を測定。ConservatIRに装備できる  
ダイヤモンドATRを用いて、表面のウレタンコーティング層を検出した。

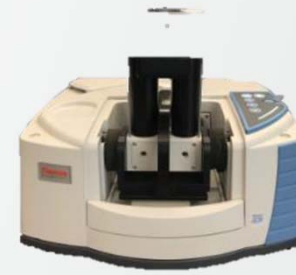


## まとめ

- ConservatIRは、「分解できない」「外せない」「動かさない」「希少・貴重品」「カッティング不可」などサンプリングができない対象物に対して高感度で測定可能  
(例)FT-IRサンプル室に収まらない大きなサンプル(自動車ボディや部品、建材)などに付着したコンタミネーションやコーティング成分の解析、缶表面、美術品の真贋評価
- 搭載可能モデル  
小型(Summit、iS5)、ミドルレンジ(iS20)、リサーチグレード(iS50)、旧型モデルなど、すべてのサーモフィッシャーサイエンティフィック社製FT-IR
- 当社ラボ(リモート含む)や持込デモで実機を使った測定の様子をご覧ください。



Nicolet Summit/ConservatIR



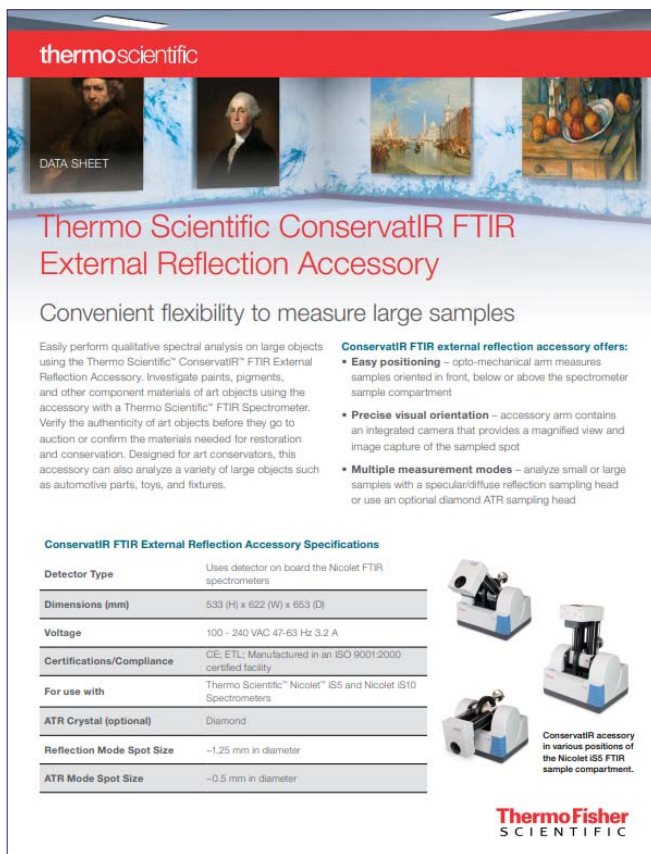
Nicolet iS20/ConservatIR



Nicolet iS50/ConservatIR

# 参考資料

## ConservatIRリーフレット



thermo scientific

DATA SHEET

### Thermo Scientific ConservatIR FTIR External Reflection Accessory

Convenient flexibility to measure large samples


Easily perform qualitative spectral analysis on large objects using the Thermo Scientific™ ConservatIR™ FTIR External Reflection Accessory. Investigate paints, pigments, and other component materials of art objects using the accessory with a Thermo Scientific™ FTIR Spectrometer. Verify the authenticity of art objects before they go to auction or confirm the materials needed for restoration and conservation. Designed for art conservators, this accessory can also analyze a variety of large objects such as automotive parts, toys, and fixtures.

**ConservatIR FTIR external reflection accessory offers:**

- **Easy positioning** – opto-mechanical arm measures samples oriented in front, below or above the spectrometer sample compartment
- **Precise visual orientation** – accessory arm contains an integrated camera that provides a magnified view and image capture of the sampled spot
- **Multiple measurement modes** – analyze small or large samples with a specular/diffuse reflection sampling head or use an optional diamond ATR sampling head

**ConservatIR FTIR External Reflection Accessory Specifications**

Detector Type	Uses detector on board the Nicolet FTIR spectrometers
Dimensions (mm)	533 (H) x 622 (W) x 653 (D)
Voltage	100 - 240 VAC 47-63 Hz 3.2 A
Certifications/Compliance	CE, ETL; Manufactured in an ISO 9001:2000 certified facility
For use with	Thermo Scientific™ Nicolet™ iS5 and Nicolet iS10 Spectrometers
ATR Crystal (optional)	Diamond
Reflection Mode Spot Size	~1.25 mm in diameter
ATR Mode Spot Size	~0.5 mm in diameter



ConservatIR accessory in various positions of the Nicolet iS5 FTIR sample compartment.

ThermoFisher  
SCIENTIFIC

## ConservatIR 外部反射アクセサリ

<https://assets.thermofisher.com/TFS-Assets/MSD/Datasheets/DS52332-conservatir-ftir-reflection-accessory.pdf>



※日本語リーフレットも準備しておりますのでお問い合わせください。

# アジェンダ

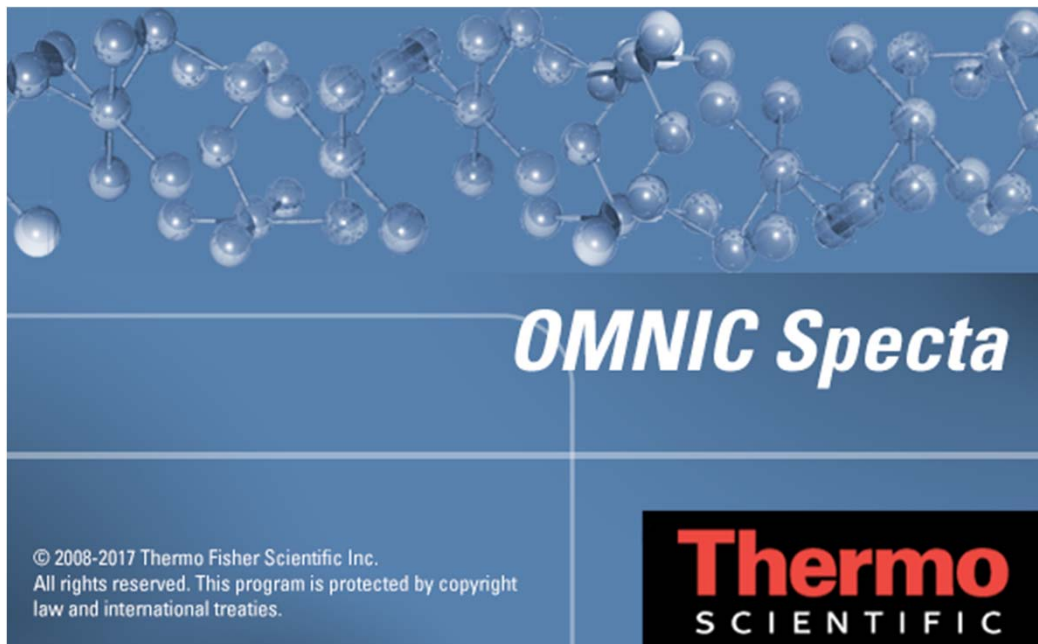
- 1 FT-IR・近赤外・ラマン製品のご紹介
- 2 私がお勧めするアクセサリ・ソフトウェアのご紹介①
- 3 私がお勧めするアクセサリ・ソフトウェアのご紹介②

ThermoFisher  
SCIENTIFIC



## 私がお勧めするアクセサリ・ソフトウェアのご紹介②

### Thermo Scientific™ OMNIC™ Specta ソフトウェア



#### 充実したサーチ機能

- ◆ スペクトルサーチ: 一般的な単一成分の検索機能
- ◆ 多成分サーチ: 混合物のスペクトル検索機能
- ◆ 不純物サーチ: 既知成分以外のスペクトル検索機能

#### 充実したデータ処理機能

- ◆ 差スペクトル、ベースライン補正、スムージング、ピーク検出、ATR補正、ブランク、正規化、大気補正などのスペクトル処理が可能

#### 便利なライブラリ スペクトルの検索

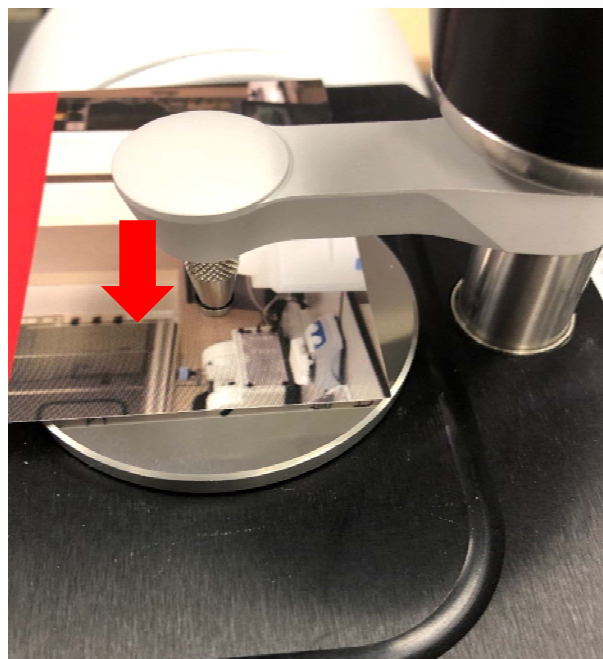
- ◆ 成分名をテキストサーチして、赤外スペクトルを表示可能

## 事例①: カタログ表面コーティング膜の確認

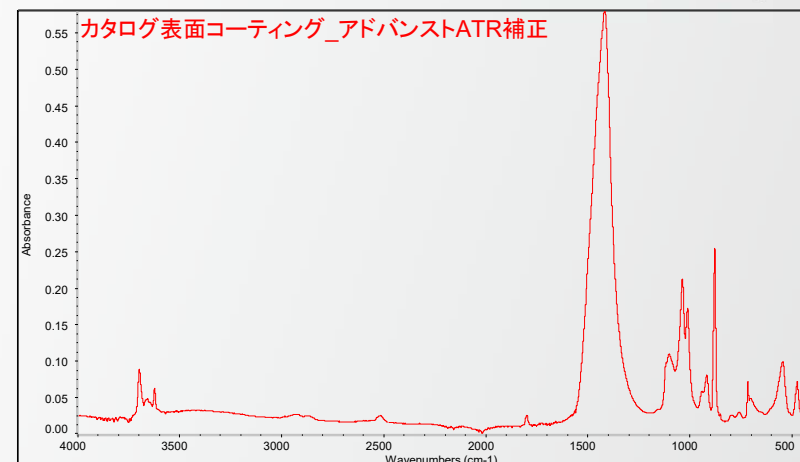
FT-IRを用いてカタログ表面をATRで測定



カタログ表面にコーティングされた成分を確認する。



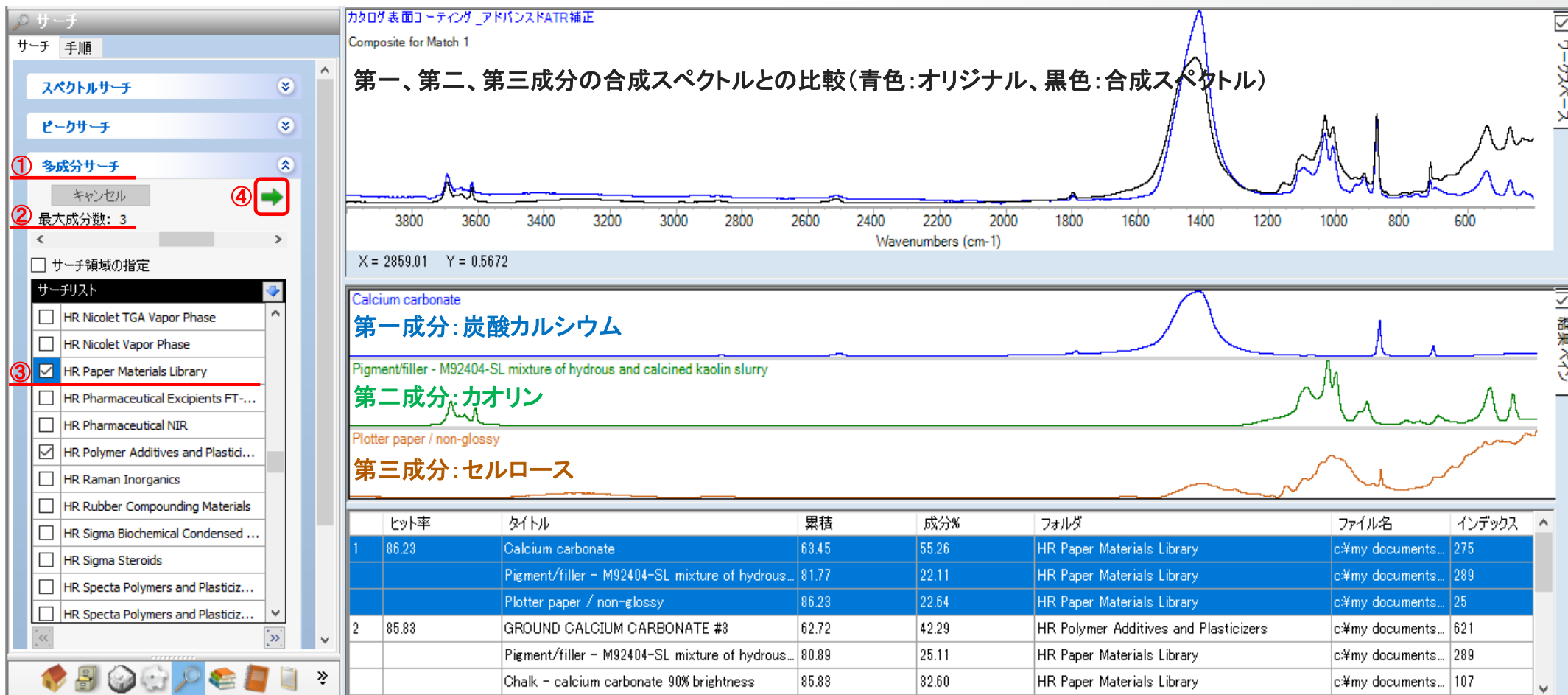
カタログ表面を下に向けてATRクリスタルと接触させ、プレッシャーデバイスで押さえる。



Nicolet iS5 + ダイヤモンド ATRアクセサリを用いてカタログ表面コーティング膜の赤外スペクトルを取得。

# 事例①: カタログ表面コーティング膜の確認

OMNIC Spectraで多成分サーチを実施した事例



## 事例②: セロハンテープで捕集した白色物の確認

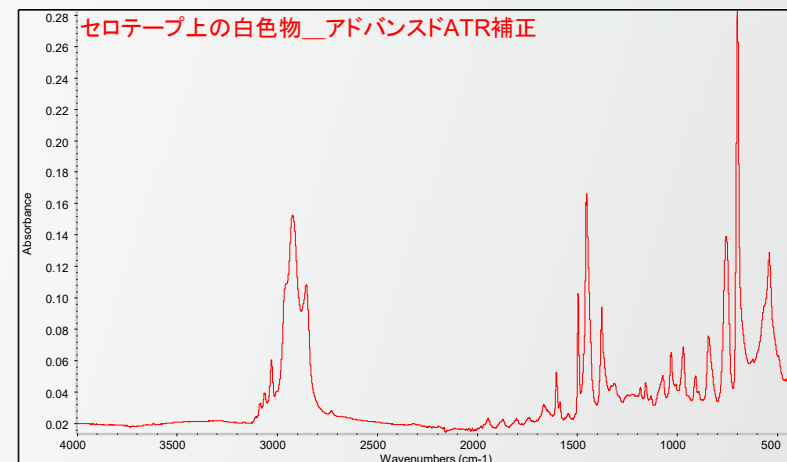
FT-IRを用いてセロハンテープで捕集した白色物をATRで測定



セロハンテープで捕集した1 mm程度の白色物。



セロハンテープの接着面を下に向け、白色物とATRクリスタルの位置を合わせ、プレッシャーデバイスで押さえる。



Nicolet iS5 + ダイヤモンド ATRアクセサリを用いてセロハンテープ上白色物の赤外スペクトルを取得。

# 事例②: セロハンテープで捕集した白色物の確認

## OMNIC Spectaで不純物サーチを実施した事例

サーチ

サーチ 手順

ピークサーチ

多成分サーチ

① 不純物サーチ

キャンセル ④ →

既知の成分:

事前に取得したセロハンテープの赤外スペクトルを既知成分として登録

② 最大不純物数: 1

サーチ領域の指定

サーチリスト

- HR Rubber Compounding Materials
- HR Sigma Biochemical Condensed ...
- HR Sigma Steroids
- HR Specta Polymers and Plasticiz...
- HR Specta Polymers and Plasticiz...
- HR Specta Raman Demo
- HR Sprouse Polymer Additives
- HR Sprouse Polymers by ATR

③

セロハンテープ上の白色物\_アドバンスドATR補正

Composite for Match 1

既知成分と第一成分の合成スペクトルとの比較(黒色:オリジナル、青色:合成スペクトル)

X = 3996.59 Y = 0.1623

---

Unknown minus セロハンテープ\_アドバンスドATR補正

Contaminant Composite for Match 1

セロハンテープ上の白色物 - セロハンテープ = 差スペクトル(青色)

---

Polystyrene Film

第一成分:ポリスチレン

	ヒット率	タイトル	累積	成分 %	フォルダ	ファイル名	インデックス
1	43.72	セロハンテープ_アドバンスドATR補正	15.93	84.74		c:\users\kjunji.kur...	
		Polystyrene Film	43.72	15.26	User Example Library	c:\my documents...	2
2	37.02	セロハンテープ_アドバンスドATR補正	15.93	79.01		c:\users\kjunji.kur...	
		Mixed styrenated phenol	37.02	20.99	HR Sprouse Polymer Additives	c:\my documents...	223

## アプリケーションノートのご紹介

thermoscientific

Application Note

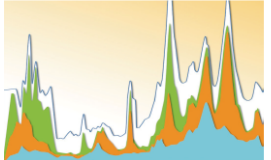
### OMNIC Spectraによる混合物のライブラリサーチ —多成分サーチ、不純物サーチ—

**はじめに**  
材料の定性分析は、FTIRにおけるもっとも一般的なアプリケーションの一つです。単純（単一）な材料であれば、ATR測定とスペクトル検索を用いることにより数十秒で定性が可能です。しかしながら材料は、通常は一つのサンプルに複数の成分が含まれた、いわゆる混合物（添加剤、汚染物質等）であるものがほとんどであり、これらを各々定性する必要があります。

通常、混合物の定性はスペクトルの解釈および多段階の定性手順の構築が必要で、これらを行うためには多くの経験と知識を要します。混合物の定性では、まず適切な波数範囲を選択して「ライブラリ検索」を行い、次に混合物のスペクトルと得られた検索結果のスペクトルで「引き算」を行い（可変の係数kを用いて、検索結果のスペクトルが元のスペクトルに残らないように調整します）、得られた差スペクトルについて再びライブラリ検索を行います。これらの手順を繰り返し行うことで、混合物の第二、第三の成分が得られます。

この手順は混合物の定性手段として有効ですが、いくつか問題点があります。一つ目は、分析者が最初の「検索」から得られた結果の中から適切なスペクトルを選択する必要があることです。混合物の定性では、実際にサンプルスペクトルに含まれる正しいスペクトルが検索結果の最上位に残れないことがあるため、検索結果の中から混合物に含まれる物質を選択しなければなりません。

二つ目は、「引き算」を行う際に使用する係数kの決定に、分析者の判断が要求されることです。スペクトルの引き算において、最初の検索から得られたライブラリのスペクトルを混合物のスペクトルから十分に取り除けていない、または逆にスペクトルを引き過ぎた場合、その後の差スペクトルのライブラリ検索において有用な情報が得られなくなる可能性があります。混合物の定性では「検索」「引き算」を繰り返し行うため、さらなる改善が生じる可能性もあります。



**OMNIC Spectra** 【多成分サーチ】  
Thermo Scientific™ OMNIC™ Spectraは新たな混合物の分析手法を提供するソフトウェアです。通常のライブラリ検索では検索対象に似たライブラリスペクトルを表示します。これに対しOMNIC Spectraの「多成分サーチ」では、分析者が選択したライブラリからソフトウェアが2-4本の最適なスペクトルを抽出し、これらを任意の割合で足し合わせた合成スペクトルを作成して検索結果として表示します。ソフトウェアのアルゴリズムは、以下のとおりです。

三つ目は、物質の混合により生じるピークのシフトおよび半値幅の変化です。たとえば、水が混合したアセトンでは、水素結合によるカルボニルのピークシフトが生じ、またピークがブロードなものへと変化します。スペクトルの引き算を行う際に、このような分子間相互作用によって積分波形のような形状でピークが残ったり、フラットにならない場合があります。混合物の定性ではこのようなピークの残りを無視し、第二、第三成分のライブラリ検索を行わなければなりません。

ThermoFisher  
SCIENTIFIC

## OMNIC Spectraによる混合物のライブラリサーチ —多成分サーチ、不純物サーチ—

<https://assets.thermofisher.com/TFS-Assets/MSD/Application-Notes/an-086-ftir-mixture-library-search-an086-ja.pdf>



各種アプリケーションノート ダウンロード: <https://www.thermofisher.com/jp/ja/home/technical-resources/application-notes.html?cat=raman&tab=pro>

# Thank you

診断用には使用いただけません。

© 2021 Thermo Fisher Scientific Inc. All rights reserved.

All trademarks are the property of Thermo Fisher Scientific and its subsidiaries unless otherwise specified.

実際の価格は、弊社販売代理店までお問い合わせください。

価格、製品の仕様、外観、記載内容は予告なしに変更する場合がありますのであらかじめご了承ください。

標準販売条件はこちらをご覧ください。 [thermofisher.com/jp-tc](https://www.thermofisher.com/jp-tc)



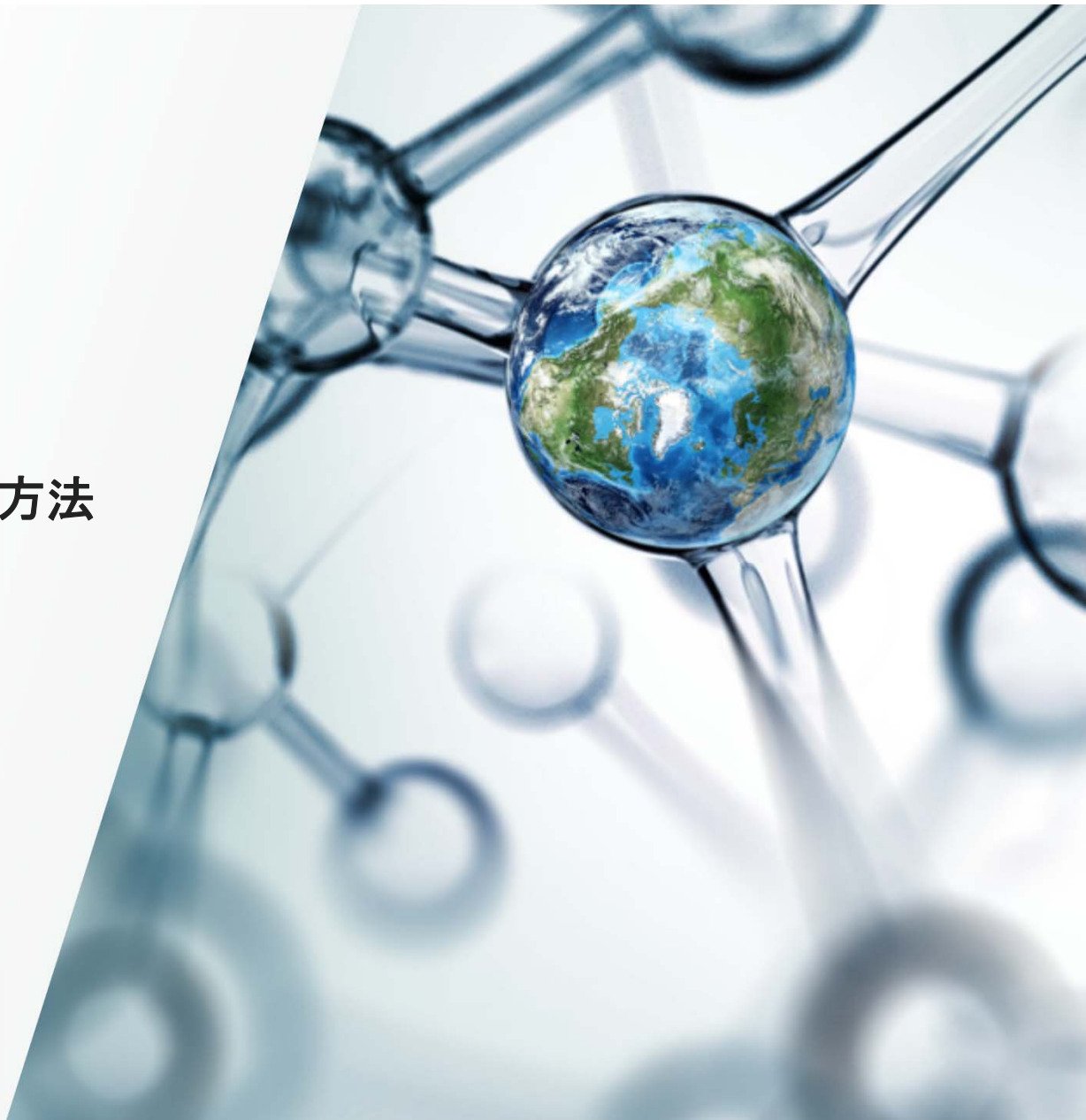
**ThermoFisher**  
SCIENTIFIC

## <OMNICワークショップ> ピークの強度を正確に効率よく取得する方法

マテリアルズ & ストラクチャーアナリシス事業本部 分光分析営業部

 The world leader in serving science

診断用には使用いただけません



# ピーク強度などの情報を効率的に取得するソフトウェア

ThermoFisher  
SCIENTIFIC

## Thermo Scientific™ TQ Analyst™ (完全版) / TQ Analyst™ EZ Edition (ベーシック版)

今回ご紹介するピークの情報計測機能において、2つのエディションに違いはありません。

### スペクトルのさまざまな情報を計測

- ピーク強度・面積  
最大強度、最小強度、平均強度
- ピーク位置 ( $\text{cm}^{-1}$ )  
インターポーレート、最大強度位置、最小強度位置、指定強度位置
- ピーク幅(半値幅など)
- スペクトルの類似性

### 計測結果の応用 スペクトル定量機能

- Beer法
- CLS法
- PLS法 (EZ Edition 非搭載)



# TQ Analyst / TQ Analyst EZ Edition を使った ピークの強度、波数位置などの計測手順

## 基本的な使い方のご紹介

# 計測手順 ① 計測タイプの選択

The screenshot shows the 'TQ Analyst - [New Method]' window. The 'Description' tab is active, and the 'Measurement' section is expanded. The 'Measurement Only' option is selected with a radio button. An arrow points from the Japanese text 'ピークの値を計測する「Measurement Only」を選択' to the selected radio button. Other sections include 'Method Title', 'Analysis Type' (with sub-sections 'Quantitative analysis' and 'Classification'), and 'Developer's Name'. The 'Method Description' section is a multi-line text area at the bottom.

Revision: 0  
Last saved: Wed Apr 28 16:50:34 2021 (GMT+)

Method Title

Analysis Type

Quantitative analysis

- Simple Beer's law
- Classical least squares (CLS)
- Stepwise multiple linear regression (SMLR)
- Partial least squares (PLS)
- Principal component regression (PCR)
- Undecided
- Combine multiple methods

Classification

- Similarity match
- Distance match
- Discriminant analysis
- Search standards
- QC Compare search

Measurement

- Measurement only

Developer's Name

Method Description

## 計測手順 ② 計測項目の作成

Measurement

- Do not Normalize the spectrum before predicting
- Use special format

Spectrum

Linear Correction

- Apply slope / intercept
- Get the slope / intercept from the subtraction reference

Measurement Limits

- Use target or known value
- Use acceptance limits (for pass/fail or alarms)
- Use threshold limits (for warning alarms)

Composite Measurements

- Allow composite measurements

Measurements Table

Index	Measurement	Abbrev.	Unit	Digits	Result
1	Peak1	M1		5	Compute and report
2	Peak2	M2		5	Compute and report
3	Peak3	M3		5	Compute and report
4					Compute and report

計測する小数点以下の桁数を入力

計測したいピークの数だけ任意の名前を入力

# 計測手順 ③ 計測パラメーターの入力

The screenshot shows the 'Regions' tab in the TQ Analyst software. The 'Regions Table' contains the following data:

Index	Name	Region Type	Location	% or Ht	Baseline Type	Point 1	Point 2	Offset
1	Peak1	Fixed location height	1,000.00		Two points	1,100.00	900.00	
2	Peak2	Fixed location height	2,000.00		Two points	2,100.00	1,900.00	
3	Peak3	Fixed location height	3,000.00		Two points	3,100.00	2,900.00	

Annotations with arrows pointing to the table:

- Three arrows point to the 'Region Type' column for Peak1, Peak2, and Peak3, with the text: **ピークの計測したい種類を選択、表示は指定端数のピーク高さ  
それ以外にピーク面積、指定範囲の最大など多数あり**
- Two arrows point to the 'Location' column for Peak1 and Peak2, with the text: **ピークの波数を入力、面積や範囲を指定する場合は2つの数値を入力**
- One arrow points to the 'Baseline Type' column for Peak1, with the text: **ベースポイントの波数を入力。表示は2ポイント、他に1ポイントなどあり**

## 計測手順 ④ 計測メソッドの確定、保存

① 「Calibrate」ボタンを押す

② ①を押すと緑色に変わる

③ 「File」→「Save Method」でピーク計測の設定を保存

Index	Name	Region Type	Location	% or Ht	Baseline Type	Point 1	Point 2	Offset
1	Peak1	Fixed location height	1,000.00		Two points	1,100.00	900.00	
2	Peak2	Fixed location height	2,000.00		Fixed locator	2,100.00	1,900.00	
3	Peak3	Fixed location height	3,000.00		Two points	3,100.00	2,900.00	

## 計測手順 ⑤ 計測するスペクトルファイルの選択

The screenshot shows the TQ Analyst software interface. The 'Diagnostics' menu is open, and the option 'Multiple Summary - Select Files...' is highlighted. An arrow points to this option with the following text:

「Multiple Summary Select Files...」を選択  
あらかじめ測定・保存したファイルを選択する(複数可能)。

The interface also shows a 'Regions Table' with the following data:

Index	Name
1	Peak1
2	Peak2
3	Peak3

Below the table, there is a table with the following data:

Baseline Type	Point 1	Point 2	Offset
Two points	1,100.00	900.00	
Fixed locator			
Two points	2,100.00	1,900.00	
Fixed locator			
Two points	3,100.00	2,900.00	
Fixed locator			

## 計測手順 ⑥ 計測結果の表示

The screenshot shows an Excel spreadsheet with the following data:

Spectrum title	Spectrum	Collect time	Peak1	Peak2	Peak3
#1 FT_07	C:\Users\	Wed Jan 2	2.26632	-0.09146	-14.45247
#1 FT_08	C:\Users\	Wed Jan 2	0.69197	-0.0636	-14.0122
#1 FT_09	C:\Users\	Wed Jan 2	0.73947	-0.4154	-14.38377

ファイルを選択すると（前ページ）、選択したファイルの計測結果の一覧表が起動します。  
（Microsoft™ Excel™がインストールされていないPCでは、テキストファイルが起動します。）

# Thank you

診断用には使用いただけません。

© 2021 Thermo Fisher Scientific Inc. All rights reserved.

All trademarks are the property of Thermo Fisher Scientific and its subsidiaries unless otherwise specified.

実際の価格は、弊社販売代理店までお問い合わせください。

価格、製品の仕様、外観、記載内容は予告なしに変更する場合がありますのであらかじめご了承ください。

標準販売条件はこちらをご覧ください。 [thermofisher.com/jp-tc](https://www.thermofisher.com/jp-tc)

