

テラヘルツ波時間領域全反射減衰分光法による結晶育成過程のモニタリング

Monitoring of Crystal Growth Process

by Terahertz Wave Time Domain Attenuated Total Internal Reflection Spectroscopy

○古橋遼平¹、水津光司¹、内田裕久²(1. 千葉工大工, 2. アークレイ株式会社)

○Ryohei FURUHASI¹, Koji SUIZU², Hirohisa UCHIIDA²

(1. Chiba Institute of Technology, 2. ARKRAY Inc.)

E-mail: s1022277ba@s.chibakoudai.jp

はじめに

同一物質でありながら結晶中での分子配列が異なる結晶を多形という。この結晶多形は、結晶構造だけでなく溶解度を始めとする化学的特性も異なることから、特定の結晶多形が得られる結晶化条件の検討が所望の特性を持つ結晶の獲得には必須となる。特に、医薬品やアミノ酸などの溶液法による結晶多形制御は、育成温度や蒸発時間、溶媒の種類など、多数の育成条件を検討することで所望の結晶化条件を設定している。しかしながら、結晶多形の有無やその科学的特性は実際に結晶化してみないと判断できない。そこで本研究では、結晶多形および結晶化の初期現象を直接観測することを目的とし、全反射減衰法(Attenuated Total Reflection:ATR)を組み込んだテラヘルツ波時間領域全反射減衰分光法による結晶化過程のモニタリングを行った。THz-TDS ATRでは、発生したエバネッセント波をプリズム上にのせた試料に照射することにより、結晶育成溶媒などの強い吸収を有する物質においても分光測定が可能となるため[1,2]、結晶化過程における状態変化のその場分析が可能となることから、初期の結晶化と溶液状態との関係性を解析することを試みた。

実験装置

本実験で構築した実験系を Fig.1 に示す。フェムト秒ファイバレーザー(パルス幅 100 fs、平均パワー20 mW)のレーザー光をビームスプリッターによって分け、ポンプ光をテラヘルツ波発生側の光伝導アンテナ(PCA)に入射し、もう一方のプローブ光を受信側の PCA に入射させた。発生したテラヘルツ波を PCA 間に設置したシリコンプリズムで全反射させることで、エバネッセント波を発生させた。プリズム内を通過してきたテラヘルツ波は、光路遅延を設けたプローブ光により、サンプリング検出を行った。

実験方法

本研究では、結晶化用の化合物としてアセトアミノフェンを使用した。まず、50 mL のサンプル瓶にアセトアミノフェン粉末を 4.576 g 秤量し、メタノール 20 g を加えて 50 °C の恒温槽で 6 時間溶解し、8 °C 飽和溶液を調整した。その後、

23 °C に設定した恒温水槽で一昼夜保温した。調整した 8 °C 飽和溶液は、ATR 用溶液セルを取り付けたシリコンプリズムに 6 g 入れ、蒸発法による結晶成長を行いながら、30 分毎にテラヘルツ波スペクトルを計測した。

実験結果

Fig.2 に 8 °C 飽和アセトアミノフェン溶液を使用した蒸発法による結晶育成過程におけるテラヘルツ波強度の変化を示す。その結果、時間経過と共にテラヘルツ波の振幅が上昇することを確認した。当日は、溶液濃度や結晶育成条件に着目して、テラヘルツ波振幅の変化と結晶育成状態についての詳細について報告する。

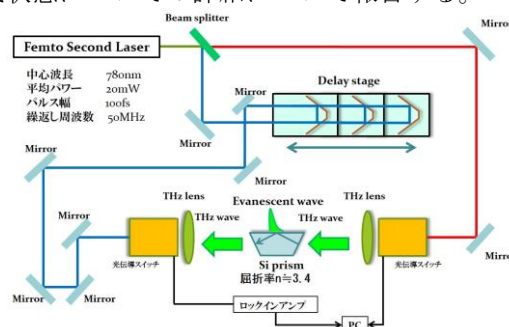


Fig.1. 実験系概略図

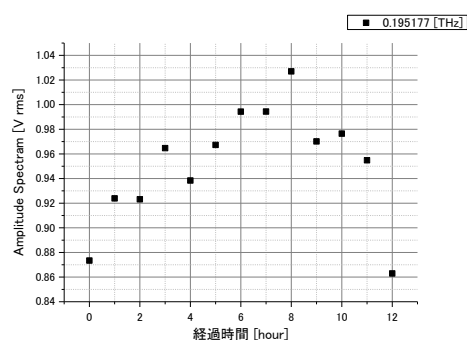


Fig.2. 結晶育成過程のテラヘルツ波強度変化
参考文献

- 1) M. Nagai, H. Yada, T. Arikawa, and K. Tanaka: International Journal of Infrared and Millimeter Waves. **27** (2006) 505.
- 2) H. Hirori, K. Yamashita, M. Nagai and K. Tanaka: Japanese Journal of Applied Physics. **43** (2004) 1287.