

27PA-pm278

高精度テラヘルツ分光スペクトル測定による有機結晶中の高感度不純物検出
○佐々木 哲朗¹, 坂本 知昭², 大塚 誠³ (静岡大電研,²国立衛研,³武蔵野大薬)

【目的】テラヘルツ (THz) 帯に現れる分光吸収線は分子の骨格振動や分子間振動に対応するので、その分子及び結晶形に固有となる。この特徴を用いて、定性分析だけでなく、吸収線強度に注目した定量評価も可能である。一般的には成分量を吸収線のピーク強度や積分強度と対応させた検量線を用いて定量するが、この場合の検出下限値は THz 波強度計測の S/N 比に依存する。例えば、医薬品に混入する微量不純物を対象とする場合、主薬成分の吸収線が存在する中で微量不純物成分の吸収線強度を分離して定量しなければならないので難易度が高い。我々は、不純物などによる結晶中の欠陥含有量に依存して吸収線のピーク周波数がシフトすることを既に報告しており、強度計測に比較して高精度化が容易な周波数に変換することで検出下限値を小さくすることができると考えられる。

【実験】アスパラギン (Asn, $C_4H_8N_2O_3$) が再結晶する際に、不純物としてアスパラギン酸 (Asp, $C_4H_7NO_4$) が混入する場合、Asp の濃度が 15 % 以下では結晶形が変化せず、単純に Asp 分子が Asn 分子を置換することが知られている。純水に溶解した L-Asn に、L-Asp を 0~12.5 % の範囲で添加して再結晶させた L-Asn 水和物試料を作成した。吸収線を分離するために 10 K の低温試料に対し、高い周波数精度を持つ連続波 GaP THz 分光スペクトル測定装置 (帯域 0.6~6.0 THz、最高分解能 8 MHz) を適用して、200 MHz ステップで測定した。

【結果及び考察】1.7092 (Peak1), 2.4404 (Peak2), 2.6118 (Peak3) THz に観測される 3 本の吸収線の周波数シフトが精密に定量評価可能であった。Peak2 は微量不純物に対して最も敏感で、約 4.5 GHz/% の高い感度を示し、検出下限値は 0.005 ~ 0.05% と見積もられた。講演では特に測定原理と検出限界について考察する。