

Application News

No. A514

光吸収分析
Spectrophotometric Analysis

AIMsolution を用いたエリアイメージングの紹介

Introduction of Area Imaging by AIMsolution with AIM-9000

赤外顕微鏡 AIM-9000 の制御ソフトウェア AIMsolution には、オプションとしてマッピングプログラムが用意されています。マッピングプログラムでは、通常のポイント測定とシームレスな測定が行え、同じ画面で、試料の画像撮影、測定サイズ、アパーチャサイズ、測定ピッチなどの設定が簡単にできるようになっています。マッピングプログラムでは、試料内の成分の面内分布が解析できるエリア測定と深さ方向の解析に有用なライン測定が可能で、試料内の微細領域を詳細に解析することができます。

ここでは、AIMsolution のマッピングプログラムを用いたエリア測定例をご紹介します。

H. Abo

■測定試料

Measurement Sample

今回、いくつかの成分からなる医薬品粉末のエリアマッピング測定を透過法で行いました。まず試料をダイヤモンドセルにサンプリングし、透過測定に適した厚さに圧延します。圧延後ダイヤモンドセルをステージに設置し、エリア測定を行いました。

試料全体の可視画像を Fig. 1 に示します。可視画像から試料に色の違う部分などがあることがわかり、いくつかの成分が混合している可能性が考えられます。

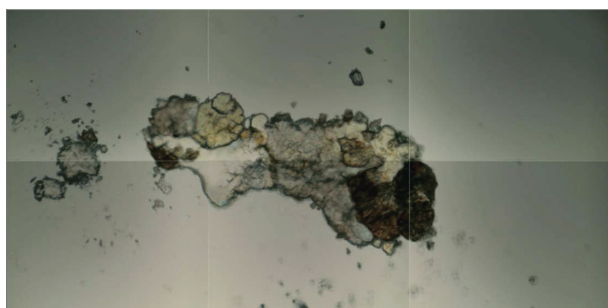


Fig. 1 試料の可視観察像
Visible Image of measurement Sample

この試料の縦 375 μm × 横 600 μm の範囲の測定を行いました。測定範囲を Fig. 2 に示します。各測定位置には、25 μm × 25 μm のアパーチャを設定しました。青い枠がそれぞれの測定位置におけるアパーチャを示しており、選択範囲が隙間なく測定されることになります。黄色い枠はバックグラウンド位置を示します。バックグラウンド測定のアパーチャサイズはサンプル測定時のアパーチャサイズに自動で設定されます。

測定は Table 1 のパラメータで行いました。

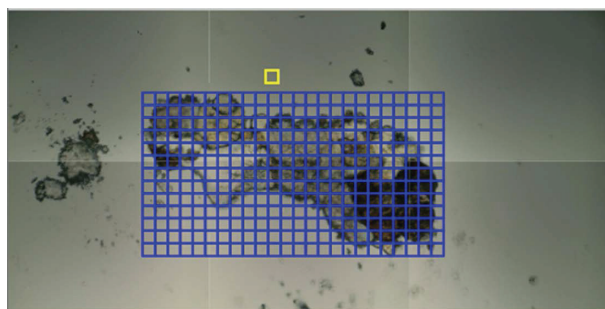


Fig. 2 測定範囲設定後画面表示
Measurement Area of Sample

Table 1 FTIR の測定条件
FTIR Measurement Conditions

Instrument	: IRTracer-100 / AIM-9000
Resolution	: 8 cm^{-1}
Accumulation	: 2
Apodization	: Sqr-Triangle
Aperture Size	: 25 μm × 25 μm
Step	: 25 μm
Detector	: MCT

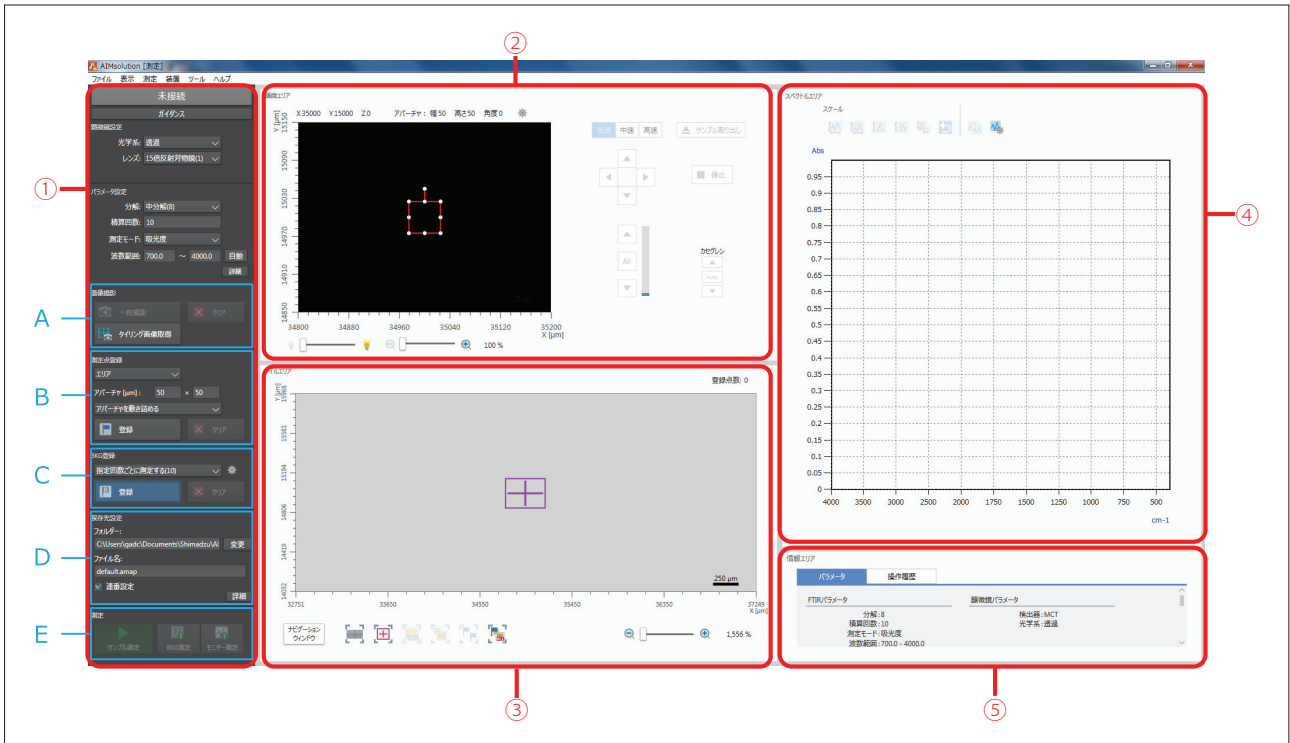


Fig. 3 測定プログラム設定画面
Screen of Measurement Program

■ 測定の手順

Procedures of Measurement

AIMsolution の測定プログラム画面を Fig. 3 に示します。
画面は、大きく以下の 5 つに分けられています。

- ① 「測定パラメータ設定エリア」
パラメータの設定などを行います。
- ② 「顕微鏡エリア」
顕微鏡画像を表示します。ステージの移動、フォーカスの調整もこのエリアのボタンで操作します。
- ③ 「タイルエリア」
顕微鏡カメラで取得した画像を並べて表示します。
(並べて表示することを、タイルングと呼んでいます)
エリア測定の位置設定も主にこのエリアで行います。
- ④ 「スペクトルエリア」
取得したスペクトルを表示します。
- ⑤ 「情報エリア」
設定したパラメータや履歴などの情報を表示するエリアです。

このように一画面で必要な情報の表示、顕微鏡の操作ができるようになっています。

測定手順のフローチャートを Fig. 4 に示します。
AIMsolution のエリア測定では設定が非常に簡単にできるようになっています。「測定パラメータ設定エリア」の中 A ~ E の順に設定を行う簡単な手順です。

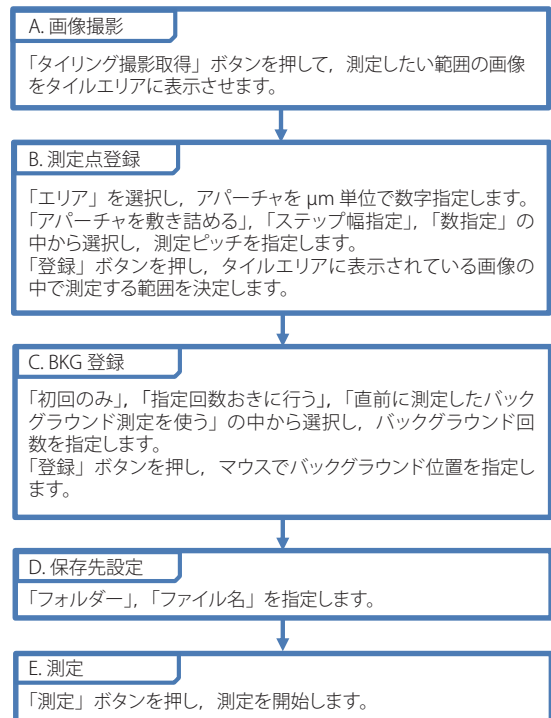


Fig. 4 測定手順フローチャート
Flowchart of Sample Measurement

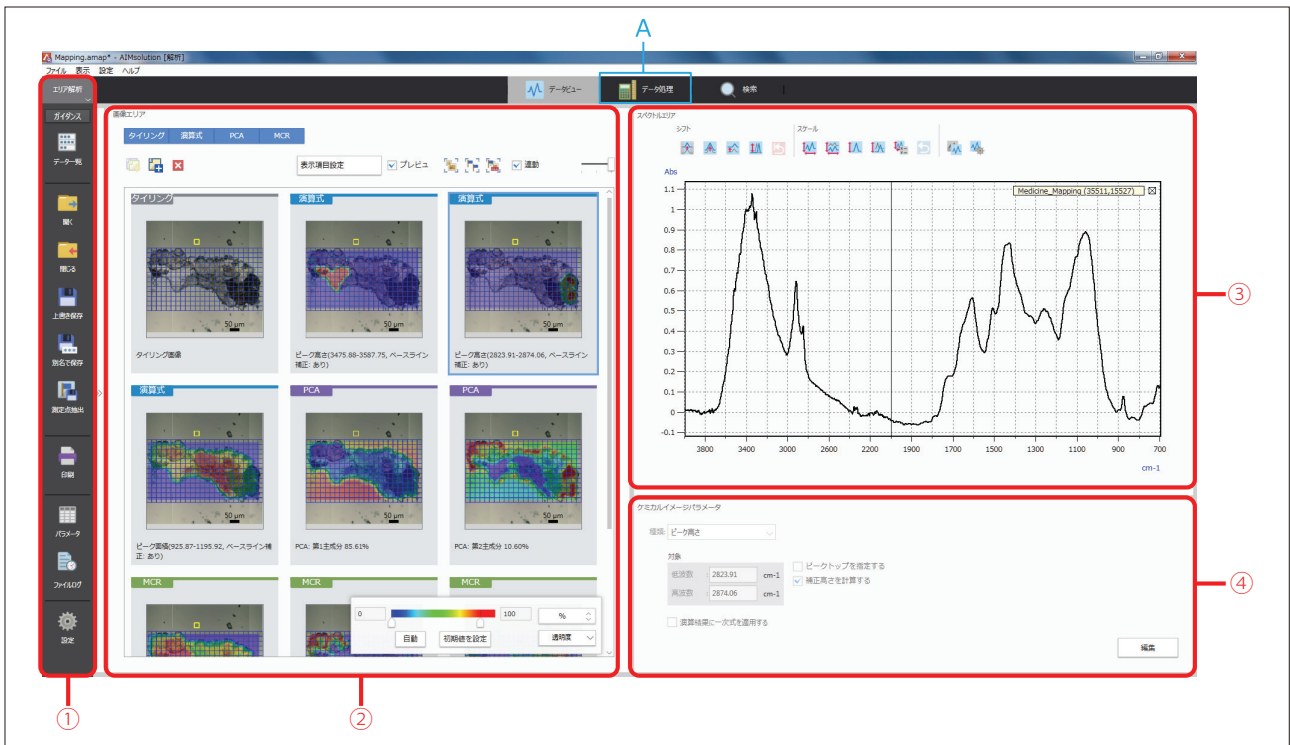


Fig. 5 エリア解析画面
Screen of Analysis Program

■ エリア解析 (エリア測定結果の解析)

Area Analysis (Analysis of Area Measurement Result)

エリア測定結果の解析には解析プログラムのエリア解析を用いて行います。エリア解析画面を Fig. 5 に示します。

解析画面は、大きく 4 つに分けられています。

①「ツールバー」

ツールアイコンを配置しています。

②「画像エリア」

タイル画像と解析結果 (演算結果) が表示されます。解析結果はケミカルイメージと呼びます。

③「スペクトルエリア」

測定ポイントのスペクトルや多変量解析のローディングスペクトル, 成分スペクトルなどを表示します。

④「ケミカルイメージパラメータ」

解析 (演算) を行う際に用いるパラメータを表示, 編集します。
ピーク高さや面積では波数範囲, 多変量解析ではファクター数などが入力可能です。

測定データに前処理を行う場合には, Fig. 5 (A) のデータ処理ボタンを押して画面を切り替えます。前処理として「ベースライン補正」, 「大気補正」, 「アドバンスド ATR 補正」, 「クラマース・クローニッヒ解析」, 「差分 (差スペクトル演算)」が用意されています。

エリア測定の解析結果は, 標準設定では数値の大きさに応じて数値の大ききところを赤色, 数値の小さきところを青色で示すケミカルイメージとして表示します。

ケミカルイメージを表示する演算式としては, 「指定位置の強度」, 「指定位置の強度比」, 「ピーク高さ」, 「ピーク高さ比」, 「ピーク面積」, 「ピーク面積比」, 「一致度」があります。

ケミカルイメージは, 演算式以外に多変量解析でも可能です。多変量解析として PCA (Principal Components Analysis / 主成分分析), MCR (Multivariate Curve Resolution / 多変量スペクトル分離法) が用意されています。PCA, MCR は面倒なパラメータを設定せずに, クリックひとつで解析可能です。

ケミカルイメージの一例を Fig. 6 に示します。この図は 3500 cm^{-1} 付近の OH 基のピーク高さをもとに描かれています。この試料では左側に OH 基を有する成分が多く存在している領域があることがわかります。このようにケミカルイメージでは視覚的にわかりやすく分布を表示することができます。

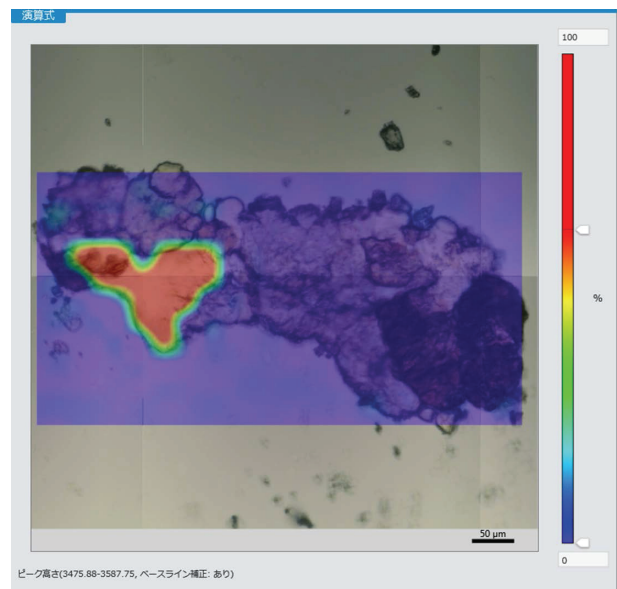


Fig. 6 ケミカルイメージの一例
Example of Chemical Imaging

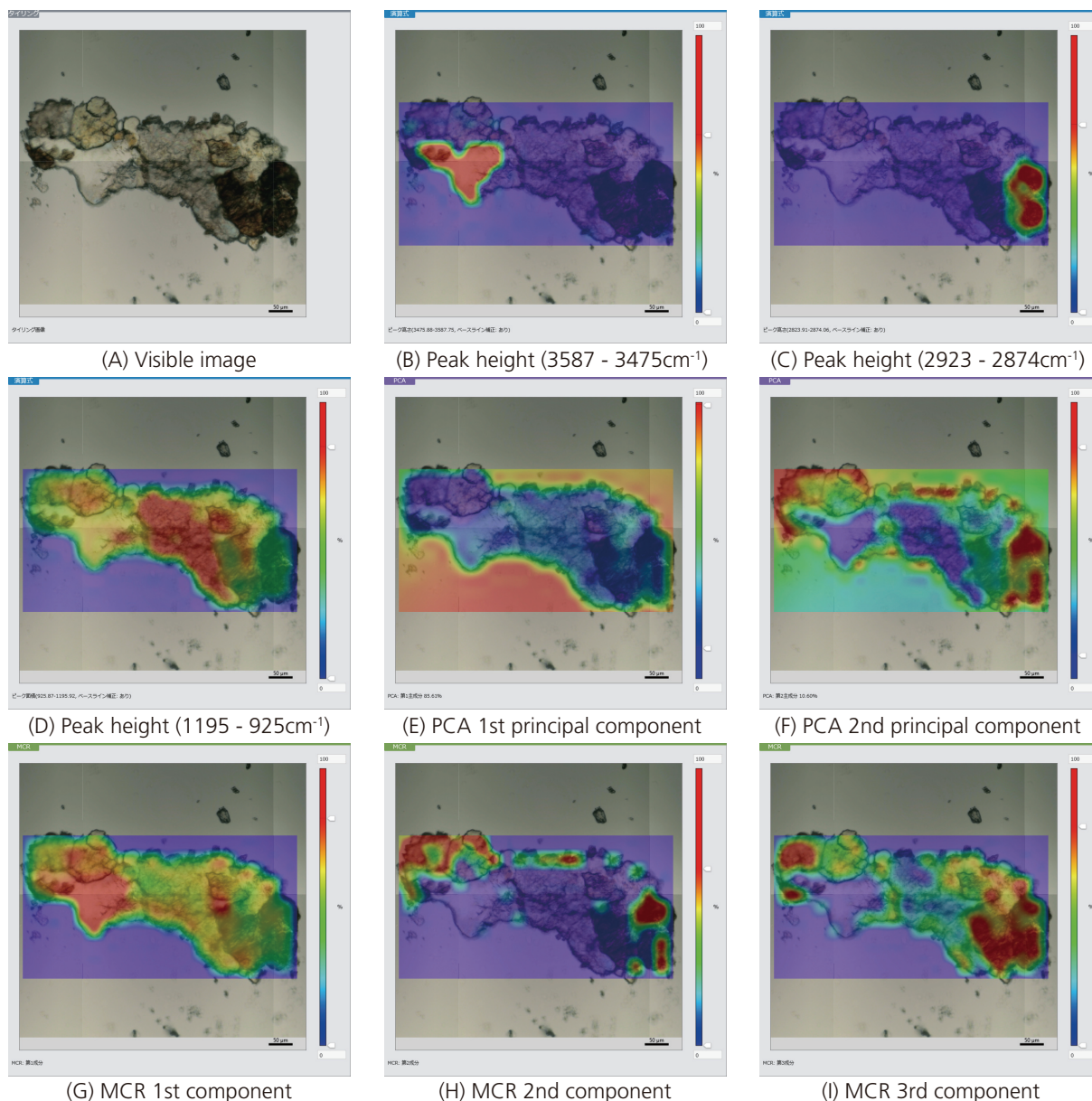


Fig.7 測定サンプルのケミカルイメージ
Chemical Imaging of Measurement Sample

解析結果

Results of Data Analysis

幾つかの手法で求めた測定試料のケミカルイメージを Fig. 7 に示します。左上から (A) 可視観察像, (B) 3587- 3475 cm^{-1} のピーク高さ, (C) 2923- 2874 cm^{-1} のピーク高さ, (D) 1195- 925 cm^{-1} のピーク高さ, (E) PCA 第 1 主成分, (F) PCA 第 2 主成分, (G) MCR 第 1 成分, (H) MCR 第 2 成分, (I) MCR 第 3 成分を示します。

まとめ

Conclusion

このように AIMsolution のエリア測定では、ピークの高さや面積だけでなく PCA や MCR などの多変量解析の結果を基にした多彩な描画イメージが新たに表示可能となりました。

Fig. 7 の (B) は OH 基の吸収, (C) は CH 基の吸収, (D) は CO 基の吸収, (E) は試料の全データの平均との差と考えられます。また (D), (G) からこの試料には濃度的な差はありますが、全体に存在する成分があることが推測されます。さらに (C), (F), (H), (I) から右端部分には他と異なる成分がある可能性が高いと思われます。