研究成果報告書 科学研究費助成事業

今和 元年 5 月 2 1 日現在

機関番号: 10101

研究種目: 挑戦的研究(萌芽)

研究期間: 2017~2018

課題番号: 17K19062

研究課題名(和文)光源・干渉計と解析アルゴリズムの革新による気体用FTIRの超小型化

研究課題名(英文) Miniatualization of FTIR by new light source, interferometer and new algorism

研究代表者

島田 敏宏(Shimada, Toshihiro)

北海道大学・工学研究院・教授

研究者番号:10262148

交付決定額(研究期間全体):(直接経費) 5,000,000円

研究成果の概要(和文):常温で蒸気圧が高く気体であるような低分子は植物ホルモンや呼気診断などで重要である。分子振動が単純であるため、それぞれの分子に特徴的な吸収線を離散的に持つ。これによる分子の濃度測定はフーリエ変換赤外分光光度計(FTIR)と濃縮器を用いれば行うことができるが、FTIR装置は卓上サイズ程度のものしか市販されておらず、高価である。本研究では、測定の原理に立ち返り、光源と解析法を工夫することに より、小型の赤外分光装置の要素技術を開発した。測定アルゴリズムの開発と検証、小型干渉計製作、赤外光源の作製について成果を得た。

研究成果の学術的意義や社会的意義本研究では、呼気分析による健康診断や植物工場でのエチレン・CO2などの濃度管理に用いる小型の高感度の気体分子濃度測定器を開発することを目的とした。環境大気中の微量気体分子の分析は、動物の鼻が行っているような化学的な分子認識だけでなく、振動スペクトル(中~赤外線領域)によって行うことができる。提案したしくみの原理検証には成功した。本装置の普及により、例えばスマートフォンと連携した健康管理器具・口臭モニターや、冷蔵庫・商店の陳列棚・ジャガイモ倉庫等におけるエチャン濃度管理、植物工場における光合成最適 化等に使えるようになり、国民の健康寿命延長と我が国の農業の生産力向上が実現する。

研究成果の概要(英文): Measurement of concentration of small molecules with low molecular weight in air is important to control odor and volatile organic compounds, plant hormones, and for medical diagnosis using breath. It can be done by measuring the infrared absorption of their specific vibration that are characteristic to each molecule. FTIR with vapor condenser is currently used for this porpose but it is large and expensive. This research project aimed at miniaturization of IR spectrometer using new algorhythm and infrared source. We successfully confirmed the new algorhythm works and made a miniatuarised spectrometer.

研究分野: 固体化学

キーワード: 赤外分光

様 式 C-19、F-19-1、Z-19、CK-19(共通)

1.研究開始当初の背景

本研究では、呼気分析による健康診断や植物工場でのエチレン・CO2 などの濃度管理に用いる小型の高感度の気体分子濃度測定器を開発することを目的とする。環境大気中の微量気体分子の分析は、動物の鼻が行っているような化学的な分子認識だけでなく、振動スペクトル(中~赤外線領域)によって行うことができる。常温で蒸気圧が高く気体であるような低分子では振動が単純であるため、それぞれの分子に特徴的な鋭い吸収線(例:波数 1000cm-1(波長 10μm)において 0.1cm-1 の半値幅)を離散的に持つ。このような測定はフーリエ変換赤外分光光度計(FTIR)と濃縮器を用いれば行うことができるが、FTIR 装置は卓上サイズ程度のものしか市販されておらず、高価であった。本研究では、測定の原理に立ち返り、光源と解析法を工夫することにより、FTIR 装置を大幅に小さくすることを目指した。この測定法がうまくいけば、例えばスマートフォンと連携した健康管理器具・口臭モニターや、冷蔵庫・商店の陳列棚・ジャガイモ倉庫等におけるエチレン濃度管理、植物工場における光合成最適化等に使えるようになり、国民の健康寿命延長と我が国の農業の生産力向上が実現する。

2.研究の目的

本研究では、以下の4つの要素技術を開発することを目標とした。

- (1) 干渉計データの赤外吸収スペクトルへの新しい変換アルゴリズム。
- (2) メタマテリアルの概念を用いた中~遠赤外光源。
- (3) 小型化した干渉計のハードウェア。
- (4) 感度向上のための気体分子の冷却濃縮機構の小型化。

以下、各項目について述べる。

- (1) 環境大気中の微量気体分子の分析は、動物の鼻が行っているような化学的な分子認識だけでなく、振動スペクトル(中~赤外線領域)によって行うことができる。常温で蒸気圧が高く気体であるような低分子では振動が単純であるため、それぞれの分子に特徴的な鋭い吸収線(例:波数 1000cm-1(波長 10µm)において 0.1cm-1の半値幅)を離散的に持つ。従来の FTIRでは、干渉計の鏡を動かすことにより共振波長を掃引しながら透過強度を測定し、鏡の位置の関数として得られる強度と赤外吸収スペクトルがフーリエ変換の関係にあることを利用してスペクトルを得ている。この点に関して新しいアルゴリズム開発を行う。
- (2) 赤外分光器全体を小型化するため、光源をできるだけ小型化することが望ましい。そのため、投入する電気エネルギーを高密度化し、発光する赤外線に効率よく変換する必要がある。このような用途には、波長程度の大きさで適切に微細加工したヒーター(メタマテリアル光源)が使用可能である。エネルギー密度を高めるため、高温に耐える材料でメタマテリアルヒーターを作る。また、基板への熱伝導がエネルギー効率を下げるため、多孔質基板を開発する。
- (3) 干渉計のハードウェアを製作する。
- (4) 匂いでがん患者等が識別できる可能性を示す研究例が報告され、大きな注目を集めている。 赤外分光では感度が足りない可能性があるため、濃縮が必要である。冷却することにより大気 圧気体中の分子を濃縮できることは申請者らが示している(Scientific Reports 6, 35408(2016))。ごく小さい部分をある程度冷却できればよいので、多段のペルチエ冷却器を製 作する。

3.研究の方法

プログラミングと実際の装置製作を平行して研究を進めた。

- (1)アルゴリズム開発については、プログラムを新たに作成した。それに対して、計算で模擬した干渉計データにノイズを加えて、誤差等の評価を行った。
- (2)干渉計製作については、モーター、ボイスコイル、ピエゾ素子など各種アクチュエーターの利用を試み、制御性・安定性が最適の機構を探した。
- (3)メタマテリアル光源については、高耐熱金属、セラミックス材料の薄膜積層およびその微細加工を行い、通電により発生した赤外線を分光測定した。多孔質基板はバルクおよび薄膜プロセスを用いて作製した。
- (4)については、最近、ペルチエ冷却器を作る企業により試作品が作られるようになったので、それを利用することにした。

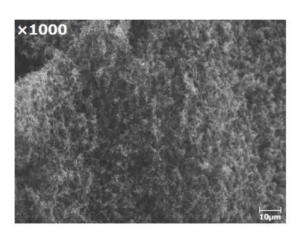
4.研究成果

(1)干渉計データの赤外吸収スペクトルへの新しい変換アルゴリズム

プログラムは使用に耐えるものができた。ノイズとして、信号の 10%程度までは十分許容されることがわかった。論文にまとめるための誤差の数学的な解析については、引き続き行っている。

- (2)メタマテリアルを用いた中~遠赤外光源
 - 2 次元的な加工については手順を完成した。波長領域を制御するためには三次元加工が必要

であるが、 $1 \mu m$ 以上で均一な厚みを持つ膜の作製プロセスが困難であった。厚膜を作るためにミスト CVD 装置を立ち上げた。また、研磨法の併用を試み、微小試料の精密研磨法を開発した。さらに、ヒーターの通電体として好適なグラッシーカーボンの薄膜を作製するための原料を開発した。また、基板への熱伝導を最小限にするため、超臨界乾燥法や CVD によるナノワイヤー合成による多孔質基板の作製を試みた。図 1 に作製した多孔質セラミックス基板の電子顕微鏡写真を示す。



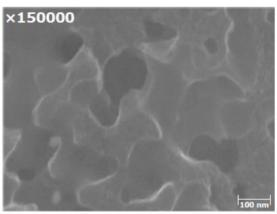


図1:超臨界乾燥 焼結によって得られた多孔質セラミックス基板の電子顕微鏡写真

(3)干渉計の小型化

各種アクチュエータを用いて干渉計の小型化を試みた。数 cm サイズの試作品の基本的な動作は確認でき、原理検証は行えた。更なる小型化を目指して大学の設備で微細加工を試みたが、困難であることが分かったため、他の公的機関との共同研究を進めている。

(4)感度向上のための気体分子の冷却濃縮機構の小型化 企業による試作品で性能が十分であることがわかった。

5 . 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計 3件)

- 1. 田村貴大、Roman Nowak、高倉洋礼、<u>島田敏宏</u>、さまざまな面指数を持つ cBN 表面のナノインデンテーション、New Diamond, in press (2019) (依頼原稿、査読なし)
- 2. Wei Xie, Takahiro Tamura, Takashi Yanase, Taro Nagahama, <u>Toshihiro Shimada</u>, Rich interfacial chemistry and properties of carbon-doped hexagonal boron nitride nanosheets revealed by electronic structure calculations, Japanese Journal of Applied Physics 57, 04FL11/1~04FL11/6 (2018), DOI 10.7567/JJAP.57.04FL11 (査読あり)
- 3. Takashi Yanase, Hiroaki Uwabe, Koki Hasegawa, Taro Nagahama, Makoto Yamaguchi, <u>Toshihiro Shimada</u>, Semitransparent conductive carbon films synthesized by sintering spin-coated sp³-based network polymer, Japanese Journal of Applied Physics 57, 030302/1~030302/4 (2018) DOI 10.7567/JJAP.57.030302 (査読あり)

[学会発表](計 8 件)

- 1. 劉維・田村貴大・柳瀬 隆・長浜太郎・<u>島田 敏宏</u>、Porous Graphitic Carbon Nitride Nanosheets Obtained by A Combined Exfoliation Strategy for Enhanced Photocatalytic Hydrogen Production、日本セラミックス協会 2019 年基礎討論会、2019 年
- 2. <u>島田敏宏</u>・白鳥達也・山本靖典・長浜太郎・柳瀬隆、窒化ホウ素ナノチューブ CVD 合成のナノ粒子触媒の探索、日本セラミックス協会 2019 年基礎討論会、2019 年
- 3. Meiqi Zhang・Boyue Lian・Gregory Leslie・<u>Toshihiro Shimada</u>、Understanding of the exfoliated MoS₂/GO membrane filtration performance、日本セラミックス協会 2019 年基礎討論会、2019 年
- 4. <u>島田敏宏</u>・上原史也・後藤真菜美・田村貴大・柳瀬 隆・長浜太郎、MoS₂のCVD成長 触媒ナノ粒子を用いたナノチューブ成長と薄膜の不純物・欠陥の解析(招待講演) 2018 年日本表面真空学会学術講演会、2018 年

- 5. MEIQI ZHANG·Takashi Yanese·Taro Nagahama·<u>Toshihiro Shimada</u> DFT calculation of rectangular MoS₂ nanotubes 応用物理学会第 79 回秋季学術講演会 2018 年
- 6. 白鳥 達也、高見 拓哉、三浦 拓也、柳瀬 隆、長浜 太郎、山本 靖典、<u>島田 敏宏</u> プラズマ CVD による窒化ホウ素合成における原料と触媒の影響 応用物理学会第 79 回秋季学術講演会 2018 年
- 7. I. Yamane• T. Yanase• T. Naghama• <u>T. Shimada</u>
 Search of new nitrogen-doped carbon materials by compressing molecular crystals
 50th International Conference on Solid State Materials and Devices
 2018 年
- 8. N. Sakai· T. Yanase· T. Naghama· <u>T. Shimada</u>
 Synthesis of N-doped polyacenes and single crystal growth by flux evaporation method 50th International Conference on Solid State Materials and Devices 2018 年

[図書](計 0 件)

〔産業財産権〕

出願状況(計 0 件)

名称: 名称: 者: 者: 種類: 音 番願 発 の別:

取得状況(計 0 件)

名称: 発明者: 権利者: 種類: 番号: 取得年: 国内外の別:

〔その他〕 ホームページ等

- 6. 研究組織
- (1)研究分担者 研究分担者氏名:

ローマ字氏名: 所属研究機関名:

部局名:

職名:

研究者番号(8桁):

(2)研究協力者 研究協力者氏名:

ローマ字氏名:

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等に ついては、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属されます。