

ダイヤモンドプリズム水平形ATRの応用 その2

Applications of Horizontal ATR Accessory with Diamond Sensor 2

ダイヤモンドプリズム水平形ATRはプリズムにダイヤモンドを用いており試料の硬さによるプリズムの損傷を気にすることなく容易に試料とプリズムとを密着させることができます。

このため、これまでは試料の硬さからATR法での測定が難しかった樹脂片も気軽に測定することが可能になりました。

装置の概略

Outline of ATR Sampling Accessory with Diamond Sensor

Fig.1に装置の光学系を示します。図のようにダイヤモンドプリズムの下部にCCDカメラが付属しており、カメラによりプリズム上の試料の様子が観察できます。

下からの照明によりプリズム面での画像が確認できます。このため実際に測定されるエリアに試料を確実にセットすることができます。

また、繊維のように細い試料も単繊維一本で測定エリアの中心に確実にセットし密着を図ることができます。

した。

ダイヤモンドプリズム水平形ATRについては、すでにアプリケーションニュース光吸収分析No.A271でご紹介しておりますが、今回はプリズムの下部からCCDカメラにより密着の様子を見ることができるユニークな光学系を持ったダイヤモンドプリズム水平形ATRを紹介します。

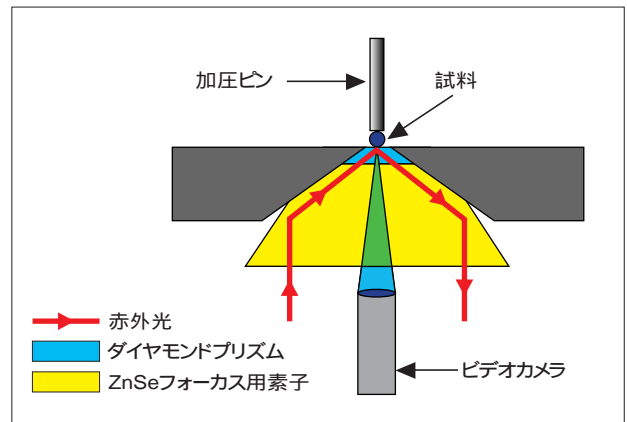


Fig.1 ダイヤモンドATRの光学系
Optical diagram of Diamond ATR

ガラスを用いた密着の度合いの確認

Examination of Contact with Glass

ガラスのように平面度の高い試料を、平滑面を持つダイヤモンドに密着させたようとした時には、両者の間で干渉縞が現われます。

干渉縞が多い場合は間隔は広く (Fig.2a), 干渉縞の少ない (間隔が広い) 場合は (Fig.2b) 逆に間隔が狭くなります。

Fig.3はガラスを少しずつ上から圧力をかけ間隔を狭めていった場合のスペクトルの強度変化を示したものです。

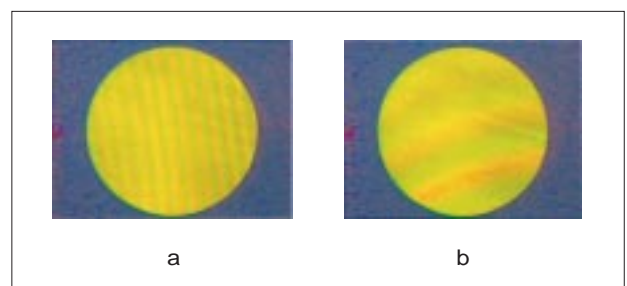


Fig.2 ガラスとプリズムとの間の干渉縞
Newton-ring between Diamond and Glass

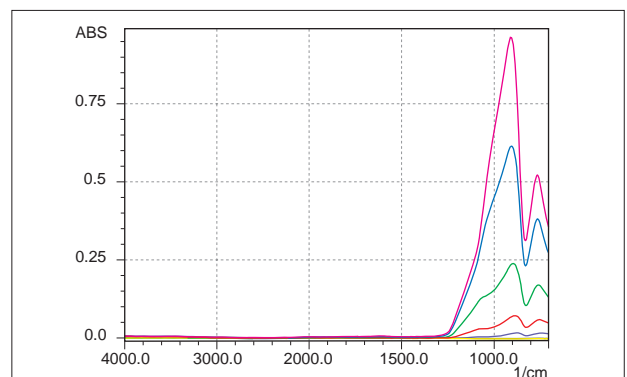


Fig.3 ガラスのスペクトル
ATR spectra of Glass

硬い樹脂片の測定

ATR Measurement of hard Polymer tip

Fig.4はポリカーボネート（PC）の小片をダイヤモンドに密着させた場合の観察画像です。

これまでATR法は、KRS-5やZnSeといった素材をプリズムとして用いることが多かったのですが、どちらもやや柔らかい材質であり、硬い樹脂ではプリズムの方がへこんでしまったり傷ついたりすることがありました。このため、あらかじめプレスをし、平らにするなどの工夫が必要でした。

今回ご紹介するダイヤモンドは、硬さとしては最高のもので、このような樹脂の場合でも容易に密着させることが可能です。

また、プリズムと密着した部分は観察画像で他の部分と判別が可能なのでどの部位で試料とプリズムが接しているかが一目瞭然です。

Fig.4aはまだ密着させていない状態、図4bは密着させた後の観察像です。

Fig.4bの中心部で周りとは色が変わっているところがプリズムと接している箇所です。

Fig.5にポリカーボネートのスペクトルを示します。密着が良いと強度の高いスペクトルが得られます。

この利点を活かし、混合された樹脂をそのままの状態、密着部分を変えることにより、複数の成分を部位を限定して測定することが可能です。

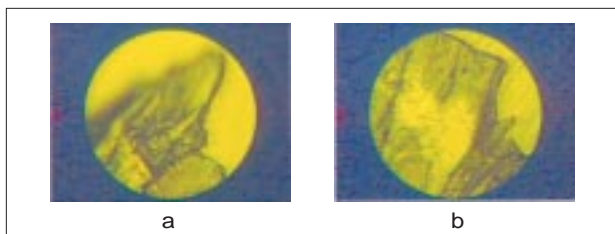


Fig.4 PCの画像
Picture of Polycarbonate

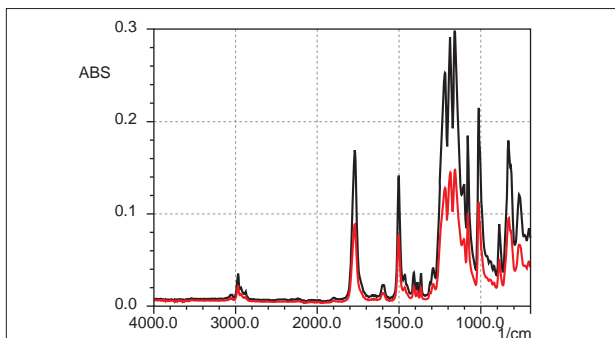


Fig.5 PCのスペクトル
ATR spectrum of Polycarbonate

この様に、プリズムにダイヤモンドを用いることにより、硬い試料も容易に密着させることが可能であり、また、密着面を観察できることから位置を限定した測定を容易に行なうことが可能です。

今回用いた固体用の一回反射のプリズム以外にも、液

混合した樹脂の測定

Measurement of Polymer Mixture

Fig.6は白い下地の樹脂中に、緑色の混合成分がある様子をプリズム面から観察したものです。

測定面に下地の樹脂を密着させた場合には、Fig.7の緑色のスペクトルが得られました。

また、緑色の部分を密着させるとFig.7の黒色のスペクトルになります。

二つのスペクトルとも下地の影響があるため、緑色のみの成分を見るため差スペクトルのデータ処理を行ないました。

この結果、Fig.8が得られました。スペクトルから、色のある部分の成分としてポリアミド系、セルロース系の成分の存在が明らかになりました。

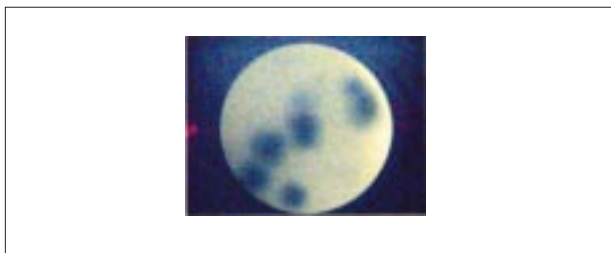


Fig.6 試料の画像
Picture of Polymer Mixture

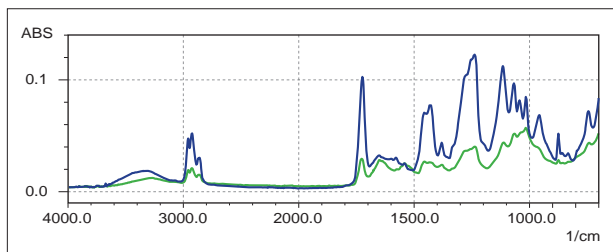


Fig.7 スペクトル
ATR Spectra of Polymer

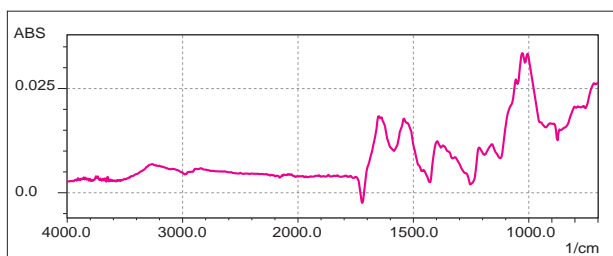


Fig.8 差スペクトル
Different Spectrum from Polymer Mixture

体測定用に、反射回数を複数回としたものもあります。

今回ご紹介したダイヤモンドプリズム水平形ATR法は、プリズムと密着させるだけの操作で簡単に測定ができることから、測定時間の短縮や前処理の簡略化にもつながることから、さらにさまざまな面で応用分野が広がるものと期待されます。

 **島津製作所** 分析機器事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

●東京 ☎(03)3219-1691
●京都 ☎(075)813-1691

SHIMADZU CORPORATION
INTERNATIONAL MARKETING DIVISION

3, Kanda-Nishikicho 1-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 101-8448, Japan
Phone : (03) 3219-5641 FAX : (03) 3219-5710
Cable Add. : SHIMADZU TOKYO

3100-12905-18A-ADI