

単反射ATR “MIRacle” を用いた液体試料の分析

Applications of Liquid Sample with Single Reflection ATR Accessory MIRacle

アプリケーションニュースNo.A304でご紹介した単反射ATR “MIRacle” を用いた液体試料の分析例をご紹介します。

液体試料の分析には液膜法や多重反射ATR（水平形ATR）がよく用いられています。これらのうち、液膜法ではセル厚により吸収強度（感度）を変更可能ですが、多重反射ATR法ではサンプリング測定後の洗浄が簡便であることなどがそれぞれメリットです。

しかし、どちらの方法も全波数領域でピークを飽和させずに測定するためには、液膜法の場合はセル厚を、多重反射ATR法の場合はプリズムへの試料滴下量（密着面積）を調整する必要があります。

それに対し単反射ATRのMIRacleを用いた場合は反射回数が1回であるため、液体試料をプリズム上に滴下するだけでピーク飽和のない良好なスペクトルが得られるという特長があります。

装置の概略

Outline of ATR Sampling Accessory

Fig.1に “MIRacle” の外観写真を示します。アプリケーションニュースNo.A304でもご紹介しましたように、この装置は大きく分けて4つの部分（ベースユニット、ATRプリズムプレート、液体試料用アダプタープレート、マイクロメータ付き加圧クランパー）で構成されています。液体試料の場合は試料をプリズム上に滴下するだけでよく、試料をプリズムに押しつける必要がないためマイクロメータ付き加圧クランパーは外してお使いいただけます。



Fig.1 MIRacleの外観写真
MIRacle

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Resolution	: 4cm ⁻¹
Accumulation	: 100
Detector	: DLATGS

液体試料のATRスペクトル

ATR Spectra of Liquid Sample

Fig.2にZnSeプリズムを用いて測定した水、マヨネーズ、植物油のスペクトルを示します。各スペクトルともピーク飽和のない良好なスペクトルが得られています。測定条件をTable 1に示します。

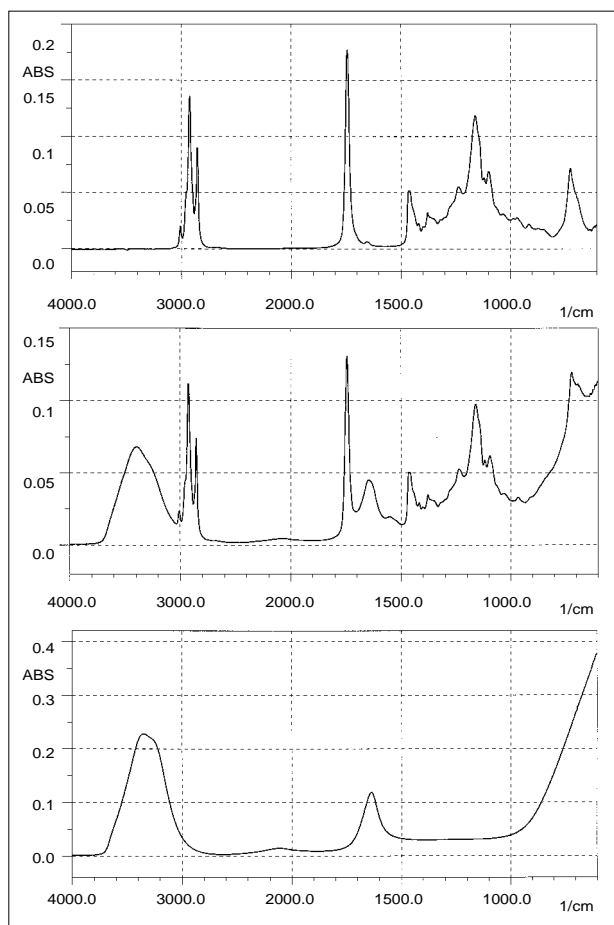


Fig.2 植物油（上）、マヨネーズ（中）、水（下）のスペクトル
Spectra of Vegetable oil, Mayonnaise, & Water

潤滑油の分析

Analysis of Lubricant

鉱物油が主成分の潤滑油には、その性能を長期間にわたって維持するため、酸化防止剤や錆止め剤等の添加剤が含まれています。その種類や濃度は使用目的、グレード、メーカー等により異なりますが、今回はある真空ポンプ用潤滑油をパラフィンオイルと比較しました。測定はZnSeプリズムを用い、Table 1の条件にて行いました。測定結果をFig.3に示します。

通常、添加されている物質の濃度は1%前後であるためその吸収ピークはたいへん小さいのですが、1300~750 cm^{-1} の範囲に添加剤によると考えられるピークが確認できます。

Fig.4にFig.3に示したスペクトルと、酸化防止剤であるTris (2,4-di-tert-butylphenyl) phosphiteのスペクトルの拡大図を示します。この結果より、今回分析した真空ポンプ用潤滑油には亜リン酸系の物質が添加されていることがわかります。

定量分析への応用

Application of Quantitative Analysis

液体試料試料の分析に広く使われている水平形ATRと同様、“MIRacle”は定量分析に用いることも可能です。Fig.5にエチレングリコール水溶液（濃度10, 5, 3, 1, 0.5, 0%）の測定結果およびFig.6に各濃度の測定結果と純水（0%）の測定結果との差スペクトルを示します。測定はZnSeプリズムを用い、Table 1の条件にて行いました。また、Fig.6に示した差スペクトルの1124.3~975.3 cm^{-1} での補正面積を用いて検量線を作成しました。これをFig.7に示します。相関係数0.999978とたいへん直線性の良い結果が得られています。

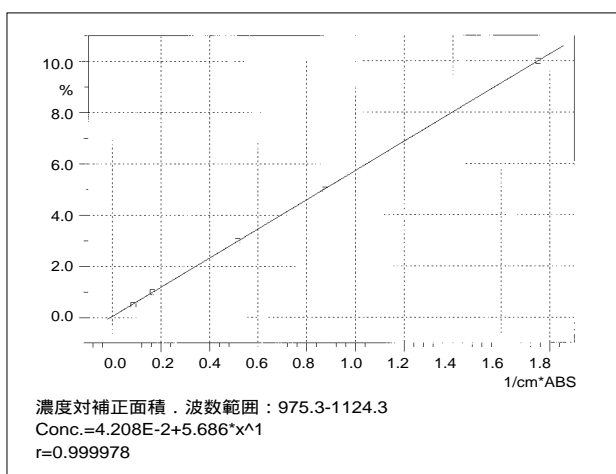


Fig.7 エチレングリコールの検量線
Calibration curve for Ethylene glycol

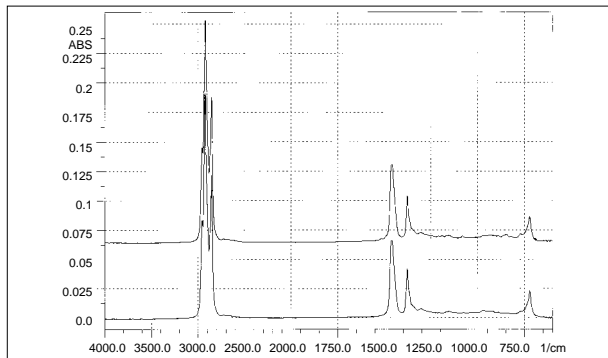


Fig.3 潤滑油（上）とパラフィンオイル（下）のスペクトル
Spectra of Lubricant & Paraffin oil

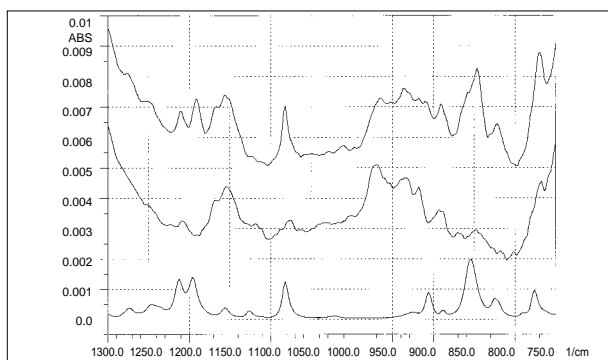


Fig.4 潤滑油（上）、パラフィンオイル（中）、Tris (2,4-di-tert-butylphenyl) phosphite（下）のスペクトル
Spectra of Lubricant, Paraffin oil, & Tris (2,4-di-tert-butylphenyl) phosphite

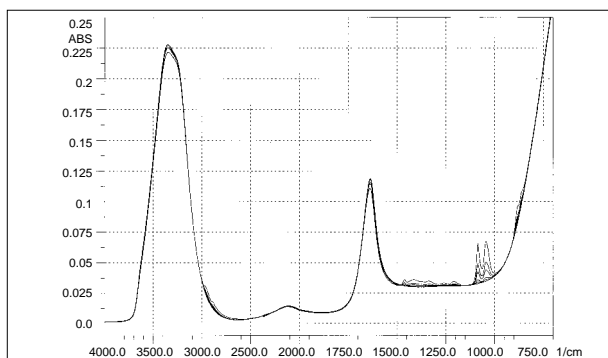


Fig.5 エチレングリコール水溶液（10, 5, 3, 1, 0.5%）のスペクトル
Spectra of Ethylene glycol solution (10, 5, 3, 1, 0.5%)

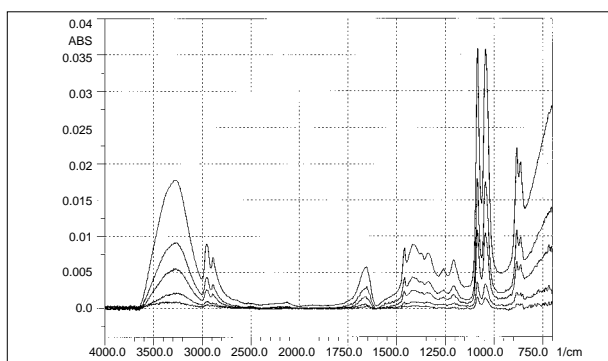


Fig.6 差スペクトル
Spectra Subtraction

 **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

3100-10004-18A-ADI
2000.10