

Application News

No. A486

光吸収分析
Spectrophotometric Analysis

高感度 1 回反射水平型ダイヤモンド ATR 装置 Quest のご紹介

Introduction of Single-Reflection ATR Accessory Quest

ATR (Attenuated Total Reflectance) 法は確認試験や異物解析など幅広く使用される手法です。今回は、新しい高感度な 1 回反射 ATR 装置である Quest についてご紹介します。

S. Iwasaki S. Murakami

■ Quest とは

What is Quest

Specac 社製 Quest は、中赤外および遠赤外分光測定用の 1 回反射 ATR 測定装置です。内部の光学系はミラーのみで構成されており、プリズムプレートの交換も非常に簡単です。プリズムの種類はダイヤモンドの他、ZnSe や Ge 結晶のラインナップがあります。ダイヤモンドには、Type IIIa ダイヤモンドディスクを採用しており、物理的にも化学的にも非常に安定していて、最大 10,000-40cm⁻¹ の範囲の測定ができます^{*1)}。

さらに、試料とプリズムを密着させるためのクランプ部にはトルクリミッターが内蔵されているため、圧力をかけすぎてプリズムを破損してしまう心配がありません。また、クランプ部はスイング方式を採用しており、試料の設置や洗浄も非常に簡便です。

Fig. 1 に Quest の外観図を示します。



Fig. 1 Quest の外観図
Overview of Quest

■ 各国薬局方に準拠した試料測定

Sample Measurement Based on JP/EP/USP

日本薬局方 (JP)/ ヨーロッパ薬局方 (EP)/ 米国薬局方 (USP) のいずれにも共通で確認試験を義務付けている試料として、アミノ酸の一種である L-アラニンおよび L-アルギニンを測定しました。測定条件を Table 1 に示します。

Table 1 装置および分析条件
Instruments and Analytical Conditions

Instruments	: IRAffinity-1S, Quest
Resolution	: 2cm ⁻¹
Accumulation	: 45
Apodization	: Sqr-Triangle
Detector	: DLATGS

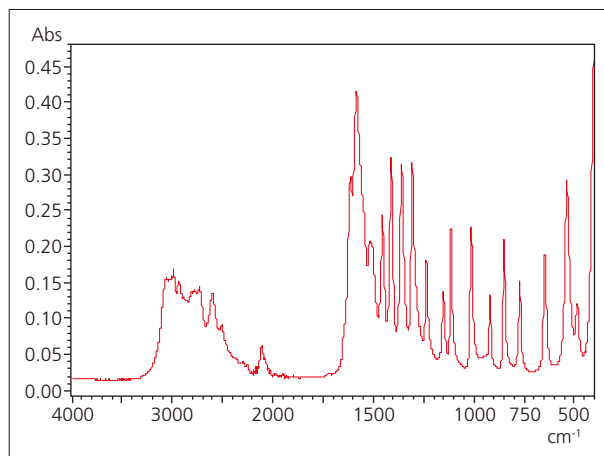


Fig. 2 L-アラニンの ATR スペクトル
ATR Spectrum of L-Alanine

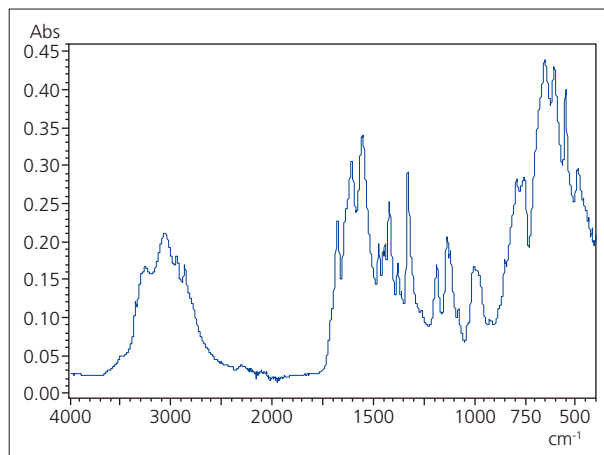


Fig. 3 L-アルギニンの ATR スペクトル
ATR Spectrum of L-Arginine

Fig. 2 と Fig. 3 の測定結果より、各薬局方に記載されている測定範囲 (4,000-400cm⁻¹) で、良好な ATR スペクトルが得られていることがわかります。

■ Quest による遠赤外 ATR 測定 ATR Measurement in Far-Infrared Region by Quest

遠赤外領域のスペクトルを測定する代表的な方法は透過法ですが、試料の希釈や薄膜作製などの前処理が必要になります。一方、ATR 法はほとんど前処理を必要としないため、簡単に遠赤外領域の測定ができます。

ここでは、遠赤外領域における ATR スペクトルを取得しました^{*1)}。

測定した試料は無水カフェイン粉末とポリ塩化ビニリデン (PVDC) フィルムです。測定条件を Table 2 に示します。なお、遠赤外領域の水蒸気吸収による妨害を避けるため、測定時には窒素もしくは乾燥空気の内いずれかでパージを行う必要があります。

Table 2 装置および分析条件
Instruments and Analytical Conditions

Instruments	: IRTracer-100, Quest, 遠赤外キット, パージコントロールキット
Resolution	: 4cm ⁻¹
Accumulation	: 100
Apodization	: Sqr-Triangle
Detector	: DLATGS

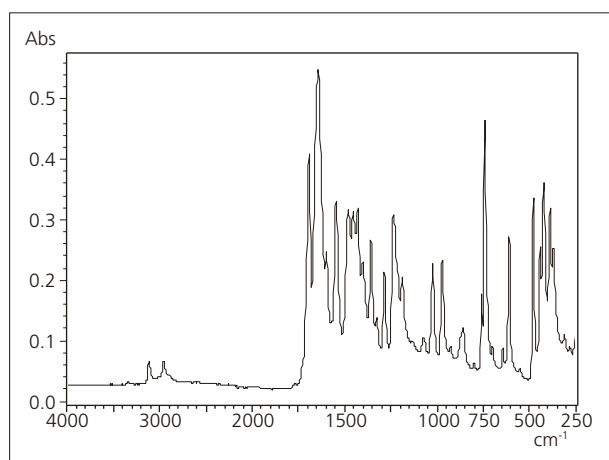


Fig. 4 無水カフェインの遠赤外 ATR スペクトル
FIR-ATR Spectrum of Anhydrous Caffeine

*1) Quest のダイヤモンドプレートには、高スループットタイプと広帯域タイプがあります。このアプリケーションニュースでは、広帯域タイプを使用しました。

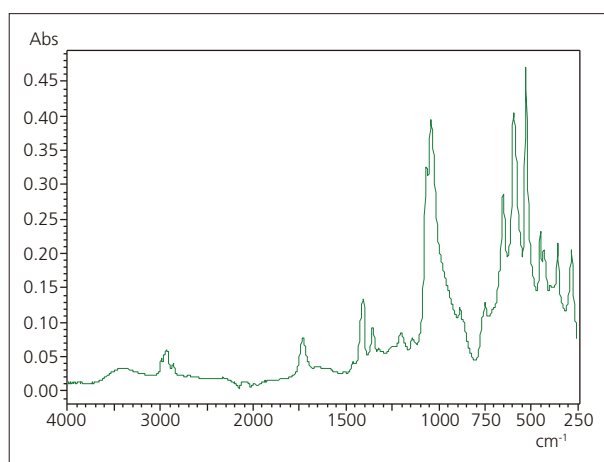


Fig. 5 PVDC の遠赤外 ATR スペクトル
FIR-ATR Spectrum of PVDC

Fig. 4 と Fig. 5 の測定結果より、波数範囲 4,000 ~ 240cm⁻¹ で、良好な ATR スペクトルが得られています。

また、透過法と ATR 法を比較するために、PVDC について、両手法で遠赤外領域におけるスペクトルの測定を行いました。

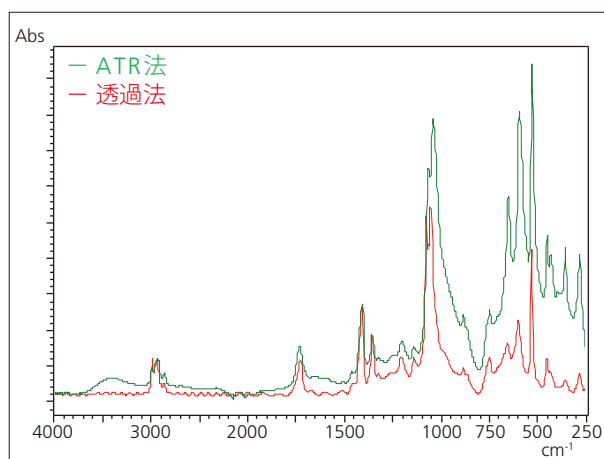


Fig. 6 PVDC の遠赤外スペクトル比較
Comparison of PVDC in FIR-ATR Spectra

Fig. 6 の測定結果より、波数範囲 4,000 ~ 240cm⁻¹ で、透過法と同様、良好な ATR スペクトルの取得が可能であることがわかります。なお、データ比較のため、1,360cm⁻¹ 付近のピーク強度を揃えて表示しています。

■ まとめ Conclusion

今回は、新しい 1 回反射 ATR 測定装置である Quest を用いて中赤外および遠赤外領域における ATR 測定例をご紹介します。

特に遠赤外領域では、近年まで透過法が主流でしたが、今後は前処理不要の ATR 法が有効な手法となるでしょう。