

Application News

No. A550

光吸収分析

DLATGS 検出器の温調効果 – IRSpirit-T の測定安定性 –

この度、当社より発売した IRSpirit は、クラス最高の SN 比と最高分解能を兼ね揃えたコンパクトな FTIR です (図 1)。本体サイズは 390 (W) × 250 (D) × 210 (H) mm と A3 サイズ以下で、間口の狭い場所でも設置できるように、2 面からのアクセスを可能にしたユニークなデザインを採用しました。また、液体セルや KBr 錠剤といった透過測定用の付属品はもちろん、1 回反射型 ATR 装置や拡散反射測定装置などの既存付属品や市販付属品をそのままお使いいただける特長もあります。

IRSpirit は、赤外検出器の選択として DLATGS 検出器を備えたモデル (IRSpirit-T) と、LiTaO₃ 検出器を備えたモデル (IRSpirit-L) の 2 種類があります。このうち、DLATGS 検出器は温度調節機能を備えた高性能な検出器で、測定環境の温度変化が測定結果に及ぼす影響を最小限に抑えています。今回は、DLATGS 検出器の温度調節機能の効果を、実際の測定結果を添えてご紹介いたします。

H. Taniguchi



図 1 小型 FTIR IRSpirit の外観

■ 赤外検出器 DLATGS

赤外分光光度計では、その目的に応じて種々の赤外検出器が用いられますが、装置に標準搭載されているものとしては、TGS (Tri-Glycine-Sulfate: 硫酸トリグリシン) 系検出器が一般的です。TGS 系検出器は熱型検出器に分類され、赤外線のエネルギーを熱に変換して、焦電効果や熱起電力 (ゼーベック効果) により電気信号として取り出すものです。応答する波長範囲が広く、常温で使用できるなどの特長を持つため、汎用検出器として用いられています¹⁾。

当社の赤外分光光度計は、TGS のグリシンの一部を L-αアラニンで置換し、さらにグリシンとアラニンの水素を重水素で置換した DLATGS 検出器を採用しています。さらに、検出器素子を一定温度に調節することで、より安定な動作を実現しています。

■ パラフィンオイル中のシリコンオイルの測定

1.0%のシリコンオイルを含有するパラフィンオイルを 1 回反射 ATR 法により測定しました。測定条件を表 1 に、測定結果を図 2 に示します。また、図 2 のベースライン付近、緑色枠内の拡大図を図 3 に示します。図中に示した★印はシリコンオイルに由来したピークです。

表 1 測定条件

| | |
|---------|--|
| 装置 | : IRSpirit-T (KBr 窓板)、QuestATR (広帯域ダイヤモンドプリズム) |
| 分解能 | : 4 cm ⁻¹ |
| 積算回数 | : 20 |
| アポダイズ関数 | : Happ-Genzel |
| 検出器 | : DLATGS |

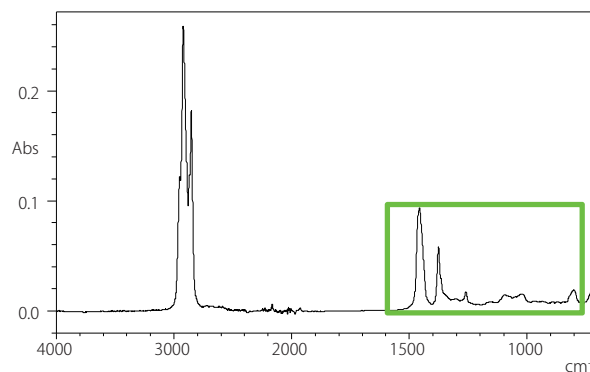


図 2 シリコンオイルを含有するパラフィンオイルの測定結果

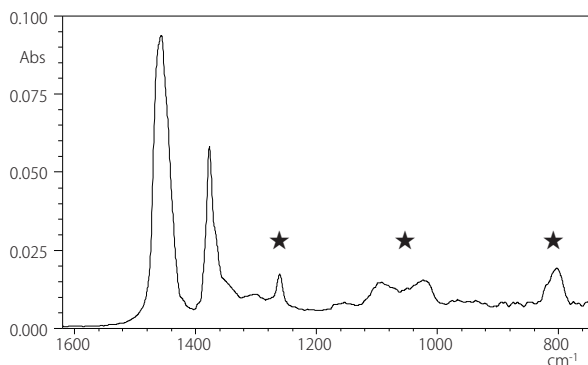


図3 図2のベースライン付近の拡大図

■ 測定安定性の検討

一般に、目的成分に由来したピークの高さや面積値を用いてその含有量を把握することが可能ですが、低濃度の含有成分に由来した微小なピークを用いる場合には、測定の安定性を把握しておくことが大切です。

IRSpirit-T は、赤外検出器 DLATGS の素子を一定の温度に調節することにより、測定環境温度などの継時的な変化に対して安定した動作を実現しています。検出器に温度調節機能を備えていない場合には、装置内部の熱や測定環境温度の影響を受けて、検出器素子の温度は遷移したり揺らいだりして測定結果に影響を及ぼすことになります。

測定安定性の評価検討として、同試料を ATR プリズムに塗布したまま 10 回繰り返して測定した結果を図 4 に示します。図 4 (a) は検出器素子の温度を調節していない状態の測定結果、(b) は一定温度に調節した状態での測定結果です。検出器素子を一定温度に調節することで、ベースライン変動のない、より安定したスペクトルが得られることがわかります。

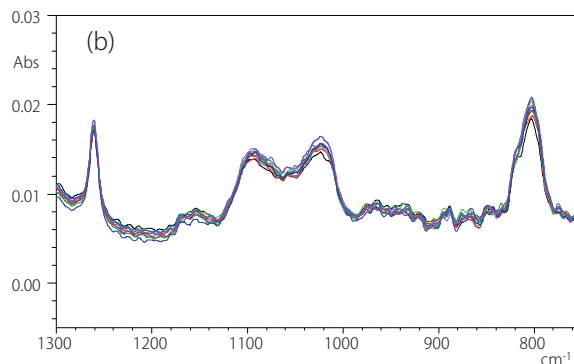
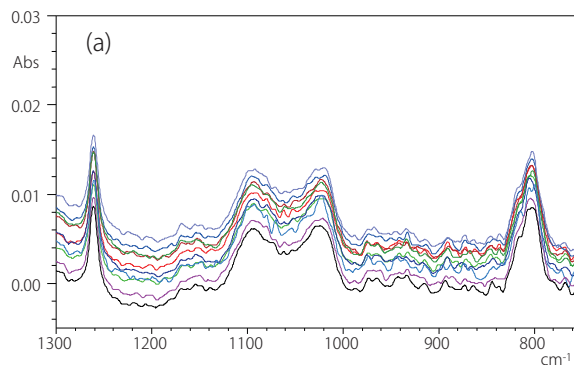


図4 検出器素子の温度調節の有無に対する測定結果の比較
(a)：温度調節なし (b)：温度調節あり

■ まとめ

IRSpirit-T が備える DLATGS 検出器と、その温度調節機能がもたらす効果を、実際の測定結果を添えてご紹介いたしました。IRSpirit-T は、測定環境温度などの継時的な変化に対して安定した動作を実現しています。

参考資料：

1) FTIR TALK LETTER Vol.12 島津製作所