

Application News

No. A551

光吸収分析

水中の微量成分の分析テクニック

中赤外領域では水の吸収が大きく、低濃度水溶液の溶質の検出や同定は容易ではありません。しかし、差スペクトルや濃縮といったテクニックを使用することで、検出が可能となる場合もあります。今回はこれら2種類のテクニックを用いた水中の微量成分分析を行いましたので紹介いたします。

S. Iwasaki

■ 一体型 ATR 測定装置 QATR-S

測定には、IRSpirit の試料室と一体化した ATR 測定装置 QATR-S を使用しました (図1)。一体型モデルのため、スマートなデザインであることに加え、試料の設置スペースが広く、大きな試料も切断せずに測定できるメリットがあります。プリズムはダイヤモンド、ゲルマニウムを選択できます。トルクリミッタ内蔵のスイング式クランプ機構のため、プリズムを傷つける心配もありません。IRSpirit にのみ装着可能です。



図1 一体型 ATR QATR-S を装着した IRSpirit

■ 水の ATR スペクトル

水の ATR スペクトルを図2に、測定条件を表1に示します。水は $3800\sim 2800\text{ cm}^{-1}$ と $1800\sim 1500\text{ cm}^{-1}$ 、 1000 cm^{-1} 以下に赤外吸収をもちます。 $3800\sim 2800\text{ cm}^{-1}$ の領域には OH 基や NH 基などのピーク、 $1800\sim 1500\text{ cm}^{-1}$ の領域には C=O 基や CH_2 基などのピークがありますが、これらのピークに水のピークが重なると、その後の解析が困難になることがあります。

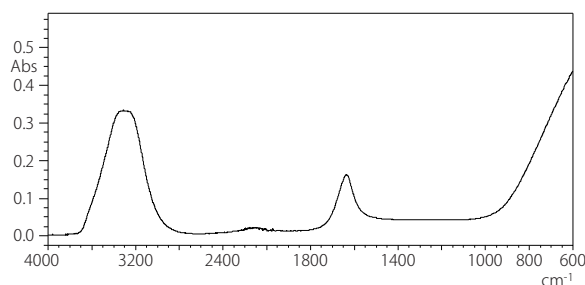


図2 水の ATR スペクトル

表1 測定条件

装置	: IRSpirit-L (KBr 窓板)、 QATR-S (広帯域ダイヤモンドディスク)
分解能	: 4 cm^{-1}
積算回数	: 45
アポダイズ関数	: Sqr Triangle
検出器	: LiTaO_3

■ 水溶液サンプル

各種製造工場の排水処理施設において、適正で安定した稼働と水質汚染事故防止のために、汚濁負荷量モニタリング (上流監視) の重要性が高まっています。例えば、排水中の有機物のモニタリングでは、オンライン TOC 計が広く用いられていますが、TOC 計は水中の有機体炭素の総量を定量する装置のため、どのような有機物が排水に混入しているのか定性することができません。

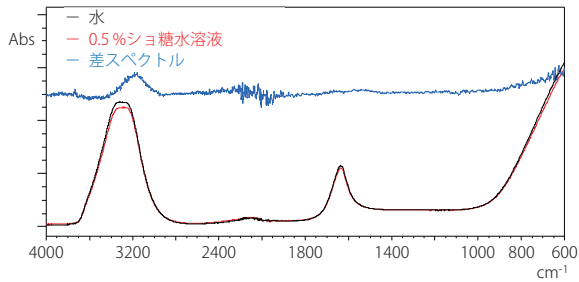
一方、FTIR では有機物の定性が可能です。排水中にどのような有機物が含有しているのか、同定できる場合があります。TOC 計でモニタリングしながら、排水中の有機物濃度が高くなった場合に、FTIR でその有機物を定性することができれば、排水中に混入した有機物の発生源を特定し、迅速に対応することができます。

今回は、有機物を含有する水溶液の事例として、0.1%、0.5%、5%のショ糖水溶液について測定を行いました。

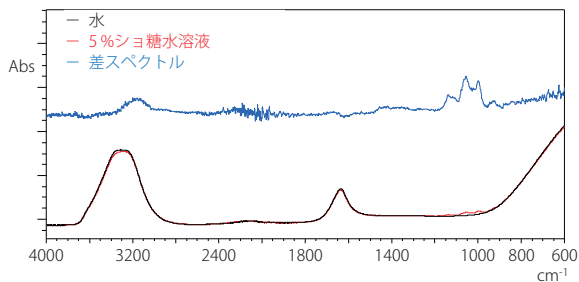
■微量成分の分析（差スペクトル法）

ここで示す差スペクトル法は、水溶液の赤外スペクトルから水の赤外スペクトルを差し引くことで、その水溶液の溶質由来のピークを算出する方法です。

0.5%シヨ糖水溶液の測定結果を図3(a)、5%シヨ糖水溶液の測定結果を図3(b)に示します。差スペクトルの結果より、0.5%シヨ糖水溶液では溶質濃度が低く、有意なピークが見られません。一方、5%シヨ糖水溶液では、1200~900 cm⁻¹付近に強い吸収スペクトルが見られ、これは主に C-O 基に由来するピークと考えられます。



(a) 0.5%シヨ糖水溶液



(b) 5%シヨ糖水溶液

図3 差スペクトル法

■微量成分の分析（濃縮法）

ここで示す濃縮法は、水溶液を ATR プリズムに少量滴下し、乾燥させる方法です。図4に示す通り、水は時間の経過とともに蒸発し、溶質がプリズムに残留するため、水溶液が濃縮され、溶質の特定がしやすくなります。

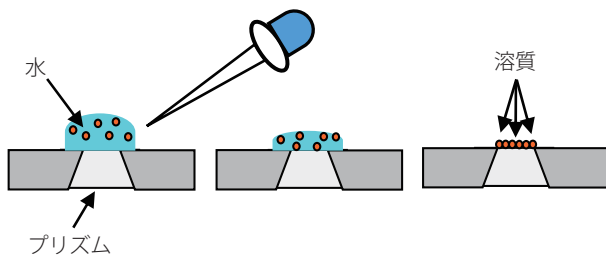


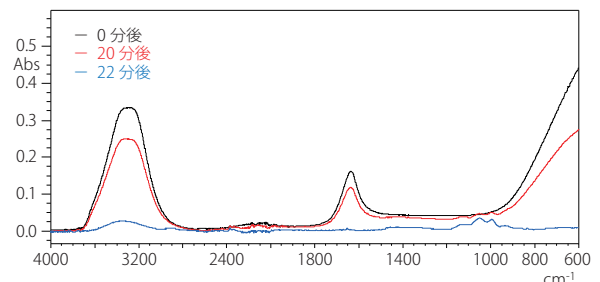
図4 濃縮法の模式図

ここでは、0.1%、0.5%、5%のシヨ糖水溶液をプリズム上に10 μl滴下し、ATR スペクトルの測定を行いました。各濃度のシヨ糖水溶液の測定結果を図5(a)、(b)、(c)に示します。

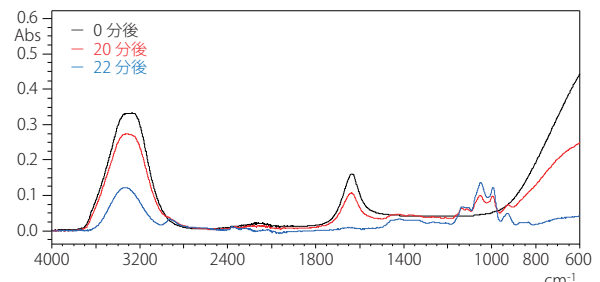
すべてのシヨ糖水溶液で、時間の経過と共に、シヨ糖に特徴的な C-O 基由来のピークが増加し、逆に水のピークが減少していることがわかります。

濃縮法では、0.1%のシヨ糖水溶液でもシヨ糖由来の吸収スペクトルを得ることができました。このように、濃縮法を用いることで、差スペクトル法では検出できなかった低濃度成分の検出することが可能となります。

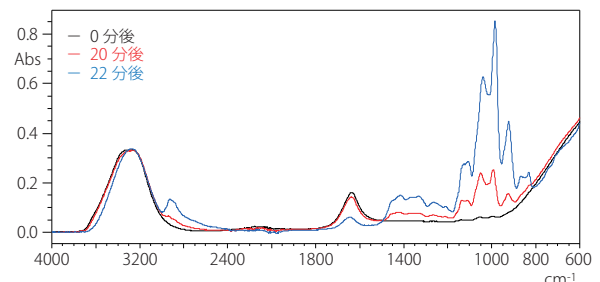
なお、今回は1回反射 ATR 測定を行いました。多重反射 ATR プリズムを使用し、水溶液の滴下量を増やすことで、さらに低濃度の水溶液の分析も可能です。



(a) 0.1%シヨ糖水溶液



(b) 0.5%シヨ糖水溶液



(c) 5%シヨ糖水溶液

図5 濃縮法

■まとめ

以上の通り、低濃度水溶液について、差スペクトルや濃縮といったテクニックを使うことで、溶質の定性が可能になりました。島津 IRSpirit は小型ながらも、優れた安定性と検出感度を備えていますので、ぜひお試しください。