

# Application News

## No. A557

光吸収分析

### 1 回反射ダイヤモンド ATR 付属装置 QATR 10 のご紹介

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、試料室一体型の 1 回反射 ATR ダイヤモンド ATR 付属装置である QATR 10 を用いた樹脂、粉末、液体試料の分析例をご紹介します。

H. Iwamae

#### ■ QATR 10 とは

QATR 10 は IRTracer-100 および IRAffinity-1 シリーズ専用の 1 回反射ダイヤモンド ATR 付属装置です。図 1 に QATR 10 の外観を示します。試料室一体型的设计となっており、固定のためのネジ止めが不要で試料室への脱着がスムーズになりました。装置底面に付属品認識チップを搭載しており、FTIR 本体の初期化と同時に QATR 10 が認識され、指定のパラメータが自動的に読み込まれるよう設定できます。分析に不慣れな方にも、適切な条件でご使用いただくことが可能です。

QATR 10 のプリズムには広帯域仕様の Type IIIa モノリシックダイヤモンドを採用し、プリズム直径は約 1.8 mm、入射角度は 45°、4,000~400 cm<sup>-1</sup> までの波数範囲で感度良く測定することができます。また、オプションのダイヤモンド (ハイスループット仕様)、ZnSe、Ge のプリズムプレートについてもユーザーで取り替えて使用することができます。前面カバーにはパージチューブ用の穴を持ち、窒素ガスや乾燥空気によるパージを行いながらの測定も可能です。



図 1 QATR 10 を IRTracer-100 にセットした外観

#### ■ 樹脂片の分析例

樹脂やゴムなどの測定には ATR 法がよく用いられます。ダイヤモンドプリズムを用いてアクリロニトリルブタジエンスチレン (ABS) と、塩化ビニル (PVC) のペレットのスペクトルを測定しました。測定時には、図 2 に示すようにペレットをフラットアンビルでプリズムに密着させます。表 1 に測定条件、図 3 に ABS ペレットの測定結果を示しました。2,237 cm<sup>-1</sup> 付近の C≡N 伸縮振動由来のピークが明瞭に検出されています。図 4 に PVC ペレットの測定結果を示します。611 cm<sup>-1</sup> 付近の C-Cl 伸縮振動由来のピークが確認できました。なお、1,420 cm<sup>-1</sup> および 870 cm<sup>-1</sup> 付近のピーク (図中★記号) は、PVC 中に添加剤として含まれている炭酸カルシウムのピークと考えられます。

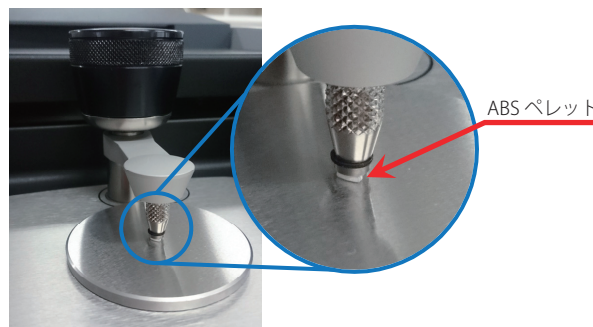


図 2 ペレットの測定の様子

表 1 測定条件

|              |                                       |
|--------------|---------------------------------------|
| Instruments  | : IRTracer-100、QATR10 (Diamond prism) |
| Resolution   | : 4 cm <sup>-1</sup>                  |
| Accumulation | : 20                                  |
| Apodization  | : Happ-Genzel                         |
| Detector     | : DLATGS                              |

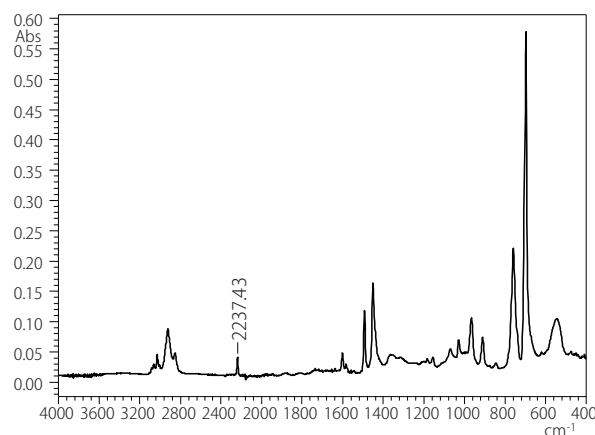


図 3 ABS ペレットの ATR スペクトル

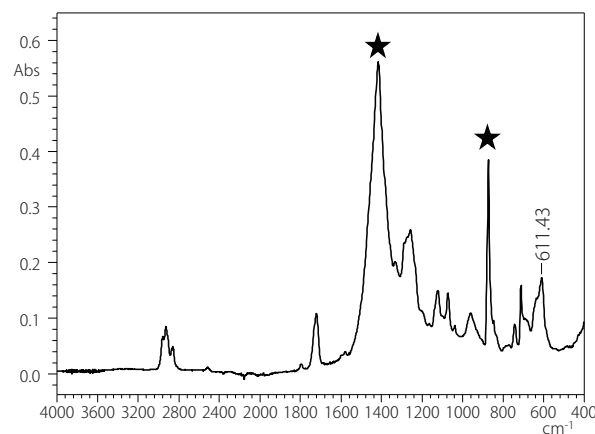


図 4 PVC ペレットの ATR スペクトル

## ■ 粉末の分析例

粉末の試料の分析には、KBr 錠剤法や拡散反射法が用いられますが、ATR 法の場合は試料を希釈することなくそのまま測定できる簡便な手法です。ただし、粉末は ATR プリズムへの押し付け方で密着の度合いが変わるため、モニター測定でピーク強度を確認しながら測定を行います。

表 1 の測定条件でタルクの測定を行いました。タルクは粉碎、選別された天然含水ケイ酸マグネシウムで、プラスチックやゴムの補強材、離型剤、医薬品錠剤の賦形剤、また、化粧品原料など幅広い分野・用途で利用されています。タルクの測定結果を図 5 に示します。赤は ATR スペクトル、黒はタルクの屈折率を 1.54<sup>\*1</sup> としてアドバンスト ATR 補正を行ったスペクトルです。ATR 法で取得したスペクトルはその原理上、透過法と比較すると縦軸及び横軸の数値が若干異なって現れますが、特に低波数側へのピークシフトが起こると定性に影響する場合があります。縦軸および横軸のいずれの変化についても、補正処理によって透過法のスペクトルに近似することができます<sup>\*2</sup>。アドバンスト ATR 補正の詳細についてはアプリケーションニュース No.A476 をご参照ください。アドバンスト ATR 補正後のスペクトルより、日本薬局方の確認試験に用いられる 3,674 cm<sup>-1</sup>、1,014 cm<sup>-1</sup>、669 cm<sup>-1</sup> 付近のピークが確認できました。タルクのように吸収の強い試料も、そのまま測定するだけでピークの飽和のない、良好なスペクトルを得ることができました。

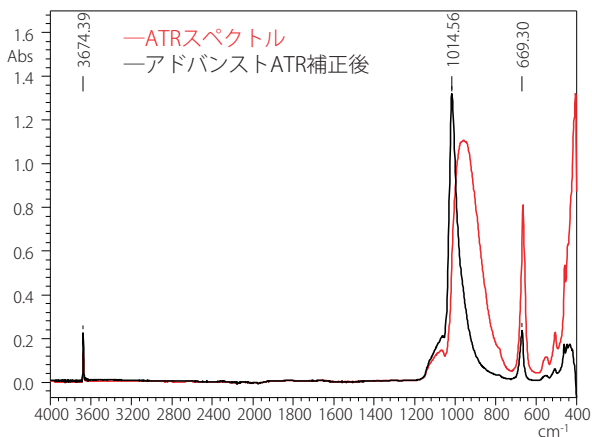


図5 タルクの ATR スペクトルとアドバンスト ATR 補正後のスペクトル

## ■ 液体の分析例

ATR 法は液体の測定にも用いられます。液体は密着性が良いため、試料をプリズム上に適量滴下するだけで測定でき、洗浄も簡便です。液体の粘度は測定可否に影響しませんのでペースト状の試料も同様に測定可能です。ただし、プリズムプレートにステンレス鋼 (SUS) を用いているため、腐食性液体は使用できません。腐食性液体を測定される場合には、使い捨て IR カードをご使用ください。IR カードの詳細については、アプリケーションニュース No. A448 をご参照ください。

QATR 10 には揮発防止用カバーが付属しており、揮発性液体の測定も可能です。プリズム上に試料を適量滴下し、揮発防止用カバーを載せて測定を行います。測定の様子を図 6 に示します。図 7 に表 1 の条件で測定したエタノールのスペクトルを示します。3 回連続測定を行ったスペクトルを重ね描きしています。試料の揮発によるピーク強度の変動なく、スペクトルを取得できていることがわかります。

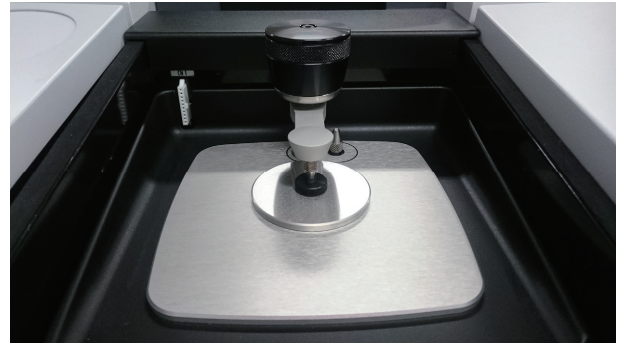


図6 揮発防止用カバーを用いた測定の様子

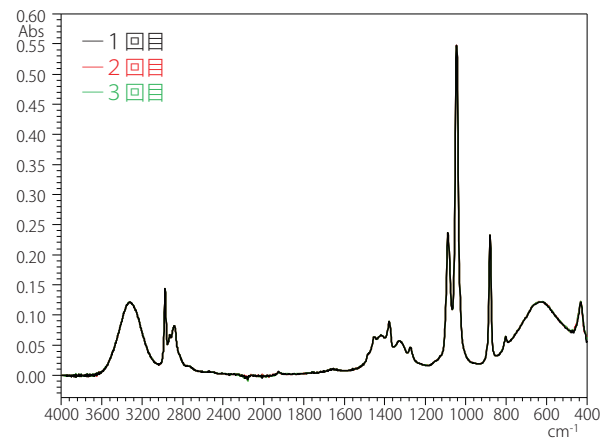


図7 エタノールの ATR スペクトル (n=3)

## ■ まとめ

試料室一体型の 1 回反射ダイヤモンド ATR 付属装置 QATR 10 を用いた樹脂、粉末、液体試料の測定例をご紹介しました。試料の性状を問わず、幅広い試料に対応することができます。原料の受入試験や異物解析にぜひご活用ください。

### 参考文献

- \*1 化学辞典 (普及版) 編集代表 志田正二 森北出版
- \*2 島津アプリケーションニュース No. A476