

水平形ATRの応用 - その2 -

Applications of Horizontal ATR(H-ATR) -2-

赤外吸収分析法は、試料の分子構造、官能基に関する情報が得られるため、物質の定性手段として広く用いられています。ここでは前回 (No.A225)

で紹介しました水平形ATRのいくつかの応用について紹介いたします。

水溶液試料の測定

Analysis of Aqueous Solutions Using Horizontal ATR

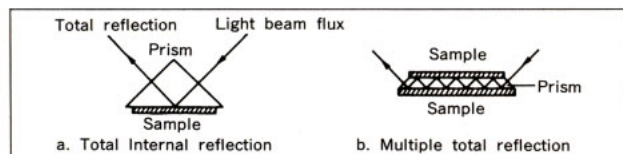


Fig. 1 ATR法の原理
Principle of ATR Method

水を溶媒とする試料の場合、水自身の吸収が非常に強いため、これまでは赤外吸収スペクトルを測定するためにはかなりの困難がありました。通常用いられる液膜法の厚さでは、水の吸収が飽和してしまうため非常に薄くする、または重水素化を行い水の吸収の位置を低波数側にずらしてしまう等が行われていました。ATR法を用いた場合でも、もぐり込み深さは波長の数分の一程度と薄い状態での測定ということになりますが、溶媒が水の場合にはそれ以上に水の吸収が強いため 3300cm^{-1} 付近ではプリズム全体に試料を密着させた場合には差し引きはできませんでした。ATR法では多重反射の回数を減らすことが、透過法での試料の厚さを薄くすることに相当し、Fig.1 (b) において試料の密着面積を少なくすればよいこととなります。そこで、今回は水平形ATRのプリズム上の全面ではなく一部に水溶液試料を密着させることで、水の強い吸収を差し引いた結果を紹介します。

Fig.2は濃度約1%のL-グルタミン酸ナトリウム水溶液 (緑色) と純水 (赤色) のATRスペクトルです。プリズム上の面積は1/4程度としました。

Fig.3はFig.2の水溶液から純水を差し引いた差スペクトルです。プリズムの密着面積を減らしたことから、 3000cm^{-1} 以上の水の強い吸収も差し引かれ、 3400cm^{-1} 付近のNHに関するピークも明瞭に得られました。

このように水平形ATRではプリズムが水平に保持されていることから、試料の密着面積を小さくすることで透過法での試料の厚さに相当する量を容易に変化させることが可能です。

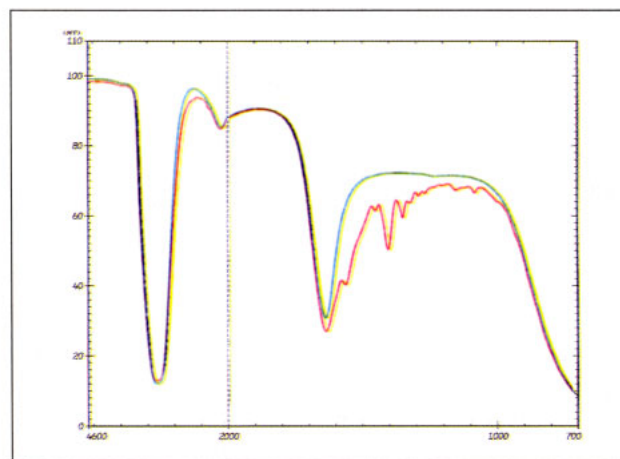


Fig. 2 L-グルタミン酸ナトリウム水溶液と水のATRスペクトル
ATR Spectra of L-Glutamic Acid Sodium Salt Solution and Water

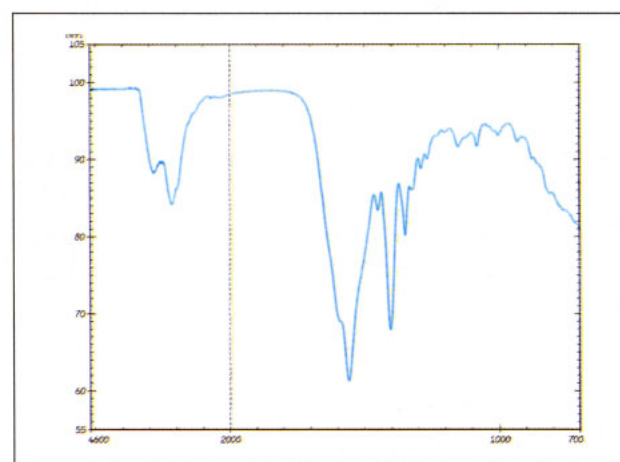


Fig. 3 差スペクトル
Difference Spectrum

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Resolution	: 4 cm^{-1}
Accumulation	: 300
Apodization	: Happ-Genzel
Detector	: Pyroelectric Detector

水平形ATRによる各種試料の測定 Analysis of Various Samples Using H-ATR

水平形ATRは試料をプリズムに密着させることで容易にATRスペクトルが測定できることから、

さまざまな試料への適用が可能です。ここでは溶液、粉末、ゲル状試料の測定例を紹介します。

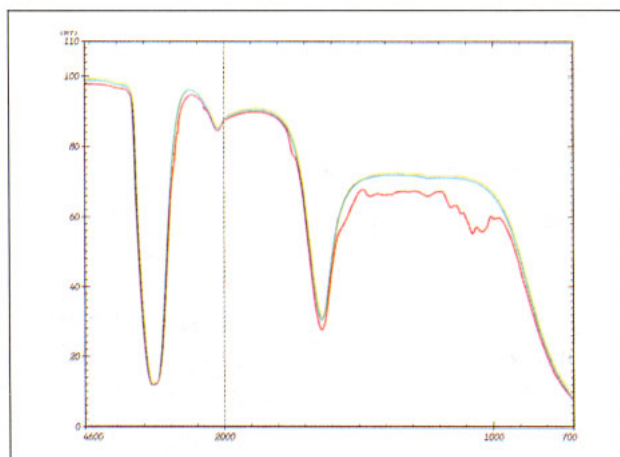


Fig. 4 牛乳と水のATRスペクトル
ATR Spectra of Milk and Water

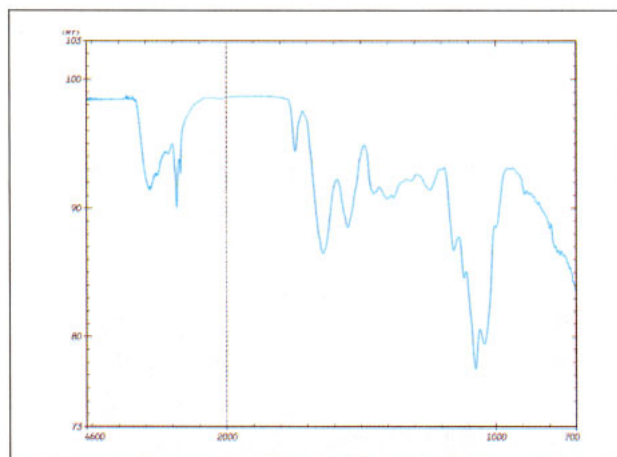


Fig. 5 牛乳の差スペクトル
Difference Spectrum for Milk

Fig.4は市販の牛乳（緑色）と純水（赤色）のATRスペクトルです。プリズム全面を試料で浸すことで定量的な扱いも可能となりますが、ここではプリズムを部分的に浸し、 3300cm^{-1} 付近の水の吸収を差し引いた差スペクトルを求めました。Fig.5は得られた差スペクトルで、 3400cm^{-1} 付近に牛乳のNH基による吸収が現われています。

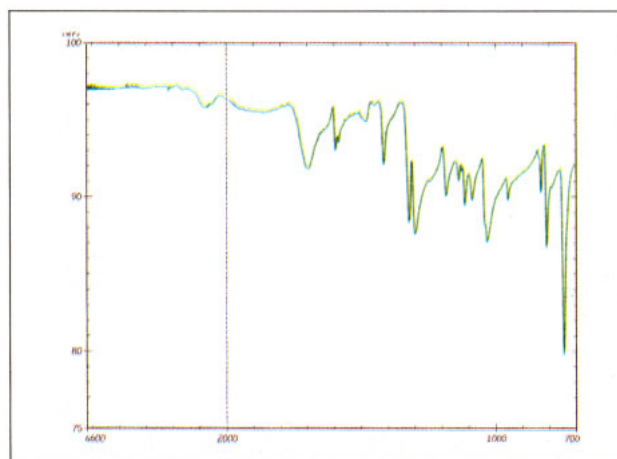


Fig. 6 粉末のATRスペクトル
ATR Spectrum of Powder

Fig.6は粉末を直接測定した例です。粉末試料の測定法としては、ヌジョール法、KBr錠剤法、拡散反射法などがありますが、ATR法ではヌジョール（流動パラフィン）やKBr等を全く使用しないで測定できます。ただしプリズムとの密着が必要なためある程度柔らかかな粉末に限られます。ここではニコチン酸の粉末を測定しました。ピークに歪みが生じているところもありますが、これは屈折率の異常分散現象によるものです。

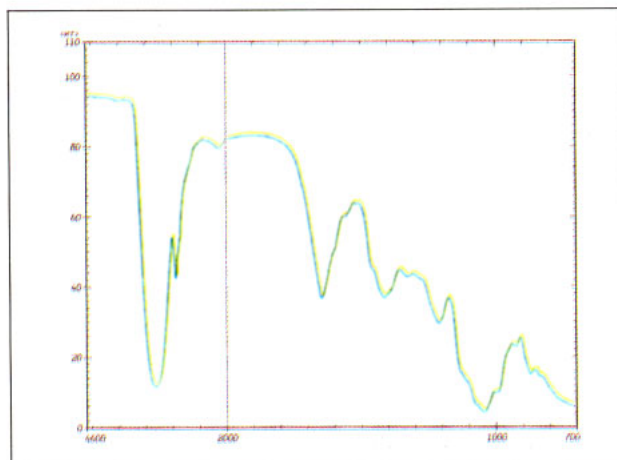


Fig. 7 ゲル試料（練歯磨）のATRスペクトル
ATR Spectrum of Tooth Paste

Fig.7は、粘性の高いゲル状試料の例として、市販の練歯磨を測定したものです。ゲル状試料は液膜法や溶媒で希釈すれば測定できることもありますが、水平形ATRでは、試料をプリズムに塗布するだけで容易にATRスペクトルが得られます。

以上のように水平形ATRでは、溶液、固体、粉末、ゲル状試料などが容易に測定でき、しかも操作が非常に簡便なため分析の省力化、合理化、時間短縮などさまざまな利点をもつことから、今後さらに各種試料へ応用されることでしょう。