

# 学部生教育ラボをサポートする Agilent Cary 630 FTIR 分光光度計 HCI の回転スペクトル測定例

## アプリケーションノート

学術研究

### 著者

Norman Wright  
FTIR Product Manager  
FTIR Applications Team  
Agilent Technologies Danbury, CT, USA

### はじめに

IR 分光分析は、物理学、分析学、有機化学の分野の学部生にとって、理解し使用する機会を持つべき基本的な分析手法です。学部生のラボでは、複数ユーザー環境に対応できる設計特質を備えた FTIR 分光光度計が必要です。分光光度計は、使いやすく、柔軟性があり、頑丈で、信頼性が高く、コンパクトで、コストも魅力的でなければなりません。Agilent Cary 630 FTIR はこれらの要件を効果的に満たします。

Cary 630 FTIR 分光光度計は、幅広い材料および化学物質のスペクトル測定を提供します。Cary 630 は、占有スペースがコンパクトになるように設計され、充実したアタッチメントにより液体、固体、気体を測定でき、事実上すべての従来のアプリケーション範囲の分析を可能にしています。

学生は最小のトレーニングで Cary 630 を使用できるようになり、有機合成における定性分析、および分析または機器ラボでの定量分析が使用できるようになります。

このアプリケーションノートでは、Cary 630 を用いた学部生向けの代表的な分析、および塩化水素または類似の二原子分子ガスの特性を測定する物理化学実験を紹介します。



Agilent Technologies

## Agilent Cary 630 FTIR 分光光度計

### 学術機関における教育およびルーチン研究での利点

#### 全体的なシステム設計

- 最もコンパクトで、優れた機能の FTIR 超小型設計で貴重なベンチスペースを節約可能
- 軽量でシステムを必要に応じて移設可能
- 完全密閉型光学系およびコンパクトサイズにより、一般的なドラフト内で使用可能
  - さなざまなアタッチメントが用意されており、液体、固体、気体の測定が可能
  - 全体的な性能および使いやすさ。これらの利点によって事実上、1 分以内にすべての分析を実行可能

#### 光学系コンポーネント

- 恒久的にアライメントされた干渉計と光学システムにより、きわめて信頼性が高く、安定した測定を実現
- きわめて丈夫な干渉計と光学系: Cary 630 では最高レベルの堅牢性を必要とするアジレントの可搬型およびハンドヘルド産業システムで使用されているのと同じ光学系コンポーネントを使用
- 大型の開口光学系と短い内部光路により、クラス最高の性能を実現

## メソッドと測定

透過アタッチメント (G8043 #300) とアジレントの 50 mm ガスセル (G8043 #306) 付 Cary 630 FTIR 分光光度計を用いて測定を実行しました。Agilent MicroLab Expert ソフトウェア (G4097AA) を用いて、機器をコントロールしてデータを測定し解析しました。

HCl ガスの測定は次のように実行しました。ガスセルを透過アタッチメントに取り付けて注入口および出口によりサンプルをセルに注入したりセルから除去したりできるようにしました。セルのサンプルガスを空にして、分光光度計のゲインを強度レベル 18,000 ~ 25,000 に設定しました。これにより、サンプルを  $2 \text{ cm}^{-1}$  の光学分解能で測定するのに十分な信号レベルが得られました。データ測定パラメータを設定し、サンプルを加えてサンプルスペクトルを採取する前に、バックグラウンドスペクトルを得ました。

図 1 はデータ採取で使用したパラメータのスクリーンショットを示しています。

Instrument	Diagnostics	Type
<b>Acquisition Parameter</b>		
Acquisition Mode	<input type="radio"/> Interferogram	<input type="radio"/> Singe Beam
	<input checked="" type="radio"/> Absorbance	<input type="radio"/> Reflectance
Gain	240	
<b>Spectral Range</b>		
Full	<input checked="" type="checkbox"/>	
From	4000.00	
To	650.00	
Sample Scans	64	
Background Scans	64	
Resolution	<input checked="" type="radio"/> 2	
	<input type="radio"/> 4	
	<input type="radio"/> 8	
	<input type="radio"/> 16	
Apodization	Norton-Beer (Medium)	
Zero Fill Factor	2	

図 1. データ測定パラメータのスクリーンショット。

## アタッチメント

- アライメントが不要で、交換可能なサンプリングアクセサリにより、学生は透過や ATR などの異なる実験メソッドを理解し迅速に実行できます
- 使用可能なアタッチメントには、ダイヤモンド ATR、拡散反射、固体、液体、ガスの透過測定、液体分析用のアジレント独自の革新的な DialPath 技術があります。
- ダイヤモンド ATR アタッチメントは、合成実験における出発物質、試薬、生成物質の分析に最適です。傷に強く、化学的に高い耐性 (pH 1 ~ 14) があります。
- ATR アタッチメントはサンプルを保持して反応混合物の分析に対応します。サンプル希釈は不要です。
- 粉末加圧は、ATR 結晶と固体の適切な光学的接触を確実なものにしますが、締め付け過ぎることはありません。つまり、過剰な圧力によってダイヤモンドウィンドウに傷がつくことはありません。

## ソフトウェアとユーザーインターフェース

- 高度に視覚化され、直観的なソフトウェアにより、トレーニングしなくても基本的にデータを取り込むことができます。
- スペクトルのリアルタイムモニターは ATR 粉末加圧と連携して機能し、固体サンプルとダイヤモンド ATR 結晶との間の適切な接触を保証します。
- 実験結果は各学生の名前または他の識別名を使って保存できます。
- 学生は、搭載された IR スペクトルライブラリのスペクトルと比較することにより、原材料、分離された中間生成化合物、目的化合物の同定を確認できます。
- 他のデータ分析または表示オプションを使用する場合は、データファイルをフォーマットして一般的な市販のデータ処理、解析、表示のパッケージに容易に転送されます。
- 搭載された分析機能は、操作効率の最大化を保証します。

MicroLab Expert ソフトウェアは、合成や研究開発業務などの分析分野のさまざまなレベルのユーザー向けに、特に学術分野で有用となる分光分析データを視覚化し処理する機能を提供します。MicroLab Expert ソフトウェアは次の機能が搭載されたフル装備のパッケージです。

- スペクトルの表示と処理
- 数学解析機能
- 官能基分析
- ライブラリ検索
- 単変量および多変量定量分析のオプション

また、MicroLab Expert ソフトウェアは MicroLab PC のメソッドガイドツールとシームレスに接続され、MicroLab PC ソフトウェアのすべての利点を維持した状態で導入時のラボ設定を可能にします。

## パラメータの選択に関するコメント

- **スキャン数:** スピード重視の場合は、32 または 16 に設定。64 スキャンを使用してもスキャン時間は 1 分未満です。
- **アポダイゼーション:** バンドまたはライン幅を最小にするために矩形アポダイゼーションの使用が一般に検討されます。この場合は、ノートン-ピアアポダイゼーションに変更することにより、ライン幅に大きな影響を与えることはありません。ラインは適切に分離されたままで、ベースラインのリリングは低減し、スペクトル形状は改善しています。
- **ゼロフィル係数:** ZFF を 2 に増やすことによって、計算時にゼロでないフィルを使用して該当する変換により 1 つのデータポイントを各既存ポイント間に挿入します。この結果、ピーク形状は向上しますが、ライン幅は広がりません。欠点は、ファイルが 2 倍に大きくなり、アポダイゼーションを使用しない場合はベースラインリップルが大きくなることです。

インストラクターは学生に、実験用パラメータの設定方法を教え、結果がどのように影響をされるかを確認するためにパラメータをすぐに変更するように指示できます。例えば、 $H^{35}Cl/H^{37}Cl$  同位体比が必要な場合、測定を実行する時に矩形アポダイゼーションと追加のゼロフィルによって表示されたスペクトラムを向上できます。また、インストラクターは実験用パラメータをセットアップして押しボタンモードで動作する実験のメソッドをインストールできます。

## 塩化水素ガスのスペクトルの測定の考察

この実験では  $\text{H}^{35}\text{Cl}$  の振動基本ラインの細かい構造を一般に検証して、回転定数などのいくつかの分光分析パラメータを求めます。HCl 分子が、分子間距離  $r$  で回転しながら、ばね定数  $k$  の硬いばねで接続されたほぼ 2 つの塊として動作するとものと仮定すると、適切な分光分析定数からこれらの分子パラメータを抽出することができます。

分子の回転ラインを適切に分離するために十分な分解能で二原子分子ガスのスペクトルを測定し、正確なラインの位置を測定できるようにする必要があります。Cary 630 を  $2\text{ cm}^{-1}$  の分解能で動作させると、期待されるスペクトル結果を得ることができます。

図 2 に示す採取された HCl スペクトル結果から、それぞれ P 枝および R 枝の 10 個のラインの位置が得られます。インストラクターの実験の目的で示されているように、このデータを使用して物理定数とスペクトル値を計算できます。

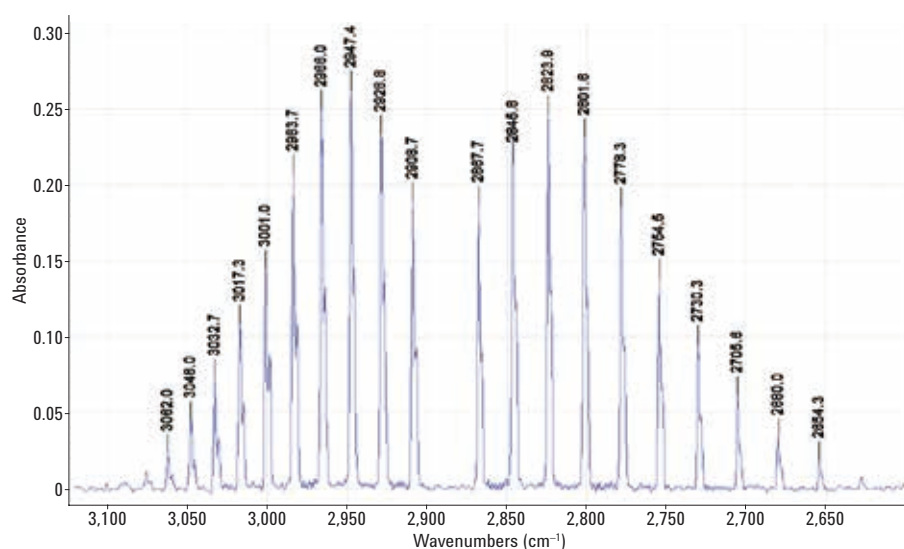


図 2. HCl の吸収スペクトルを示しています。中央から右側に P-枝のライン、中央から左側に R-枝のラインが示されています。

## 結論

Agilent Cary 630 FTIR は汎用性の高いアタッチメント、使いやすさ、頑丈なシステムコンポーネントの独自の組み合わせを魅力的な価格で提供し、低コストでの長期使用を実現しています。このため、分光光度計は、複数ユーザーがいる学術環境のニーズおよび要件を効果的に満たし、さらに要求以上の性能を提供しています。分析機器ラボ、物理化学ラボ、有機化学物質ラボの学生は分光分析計が実験目的に最適であることが分かり、インストラクターはこれらのシステムによりスムーズに指導を行うことができます。

このアプリケーションノートでは一般的な物理化学ラボにおける Cary 630 FTIR を用いた塩化水素の回転振動スペクトルの測定を紹介しています。学生は得られたスペクトラムから、平均結合距離、回転定数、基本ラインの位置などの分子の物理的特質を計算で求めることができます。

## 参考文献

1. インターネットを検索するだけでたくさんのラボ実験が見つかります。それぞれに、採取したスペクトルデータから実験結果を書き上げるために必要なサンプルハンドリング、注意事項、理論、計算が記述されています。
2. Garland, Nibler, Shoemaker. Experiments in Physical Chemistry, Ed 8 (2008).

## 詳細情報

本文書のデータは代表的な結果を記載したものです。アジレント製品とサービスの詳細については、アジレントのウェブサイト [www.agilent.com/chem/jp](http://www.agilent.com/chem/jp) をご覧ください。

ホームページ

**[www.agilent.com/chem/jp](http://www.agilent.com/chem/jp)**

カスタムコンタクトセンタ

**0120-477-111**

**[email\\_japan@agilent.com](mailto:email_japan@agilent.com)**

本資料掲載の製品は、すべて研究用です。本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2016

Printed in Japan, May 4, 2016

5991-6851JAJP



**Agilent Technologies**