

# Agilent Cary 630 FTIR 用の ATR アタッチメント

利便性と汎用性に優れた FTIR 測定を実現

## はじめに

減衰全反射 (ATR) は、フーリエ変換赤外 (FTIR) 分光分析の最も一般的なサンプリング手法です。広く用いられている理由は、液体、固体、粉末、半固体、ペーストなど、多様な種類のサンプルを短時間で簡単に測定できるためです。Agilent Cary 630 FTIR 分光光度計は、汎用性の高いモジュール構造のコンセプトを採用しており、正確に最適化されたアタッチメントが Cary 630 FTIR エンジンの前面に取り付けられています。アプリケーションやサンプルに応じて、異なる ATR 結晶が使用されます。恒久的にアライメントされた光学設計により、さまざまなアタッチメントを数秒で交換でき、ユーザーによるアライメントが必要ありません。Cary 630 FTIR は多様な ATR 結晶に対応しており、サンプルに応じて即座に別の ATR 結晶に切り替えられる機能を備えています。

多くのアプリケーションにおいて、一回反射型のセレン化亜鉛 (ZnSe)、ダイヤモンド、ゲルマニウム (Ge) ATR アタッチメントを Cary 630 FTIR で使用できます。これらのアタッチメントはサンプリングプレスと組み合わせて使用するもので、固体材料、液体、ペースト、ゲルの分析に優れています。ダイヤモンドセンサは耐久性が高く、硬質材料に最適です。ZnSe センサは、軟質の固体に適しています。Ge センサは光路長が短く、吸光度が高いサンプルに最適です。また、多重反射型 ZnSe ATR アタッチメントは、高感度が求められる液体、ペースト、ゲルの分析に適しています。

これらのサンプリング技術は Cary 630 FTIR 専用に設計されているため、アプリケーションでどの ATR センサを選択しても、信頼性の高い分析結果を得ることができます。この専用の設計により、同クラスの分光光度計で最高の性能、感度、使いやすさが実現しています。

この技術概要では、Cary 630 FTIR で使用できる ATR アタッチメントについて説明します（図 1）。また、特定の種類のサンプルで選択する必要がある ATR 結晶や、Cary 630 FTIR を用いた ATR FTIR 分光分析の代表的なアプリケーションについても説明します。



図 1. Agilent Cary 630 FTIR に適切なアタッチメントを取り付けることで、あらゆる分析ニーズに対応できます。ダイヤモンド ATR アタッチメントは、固体、液体、ゲル、粉末の FTIR 分析に最適です。

## 動作

ATR 測定では、赤外光が結晶を通過し、結晶とサンプルの境界面で最低 1 回全反射して、反射光が FTIR 検出器に到達します。内部反射時に、赤外光の一部がサンプルに到達し、そこで吸収される場合があります。サンプルに入射した一部の光は、エバネッセント波と呼ばれます。サンプルに入射したエバネッセント波の侵入深さは、サンプルと ATR 結晶の屈折率の差で定義されます。異なるサンプルの種類や異なる光路長の要件に対応するために、屈折率が異なる複数の材料を ATR 結晶として使用します。

### 一回反射型 ATR

一回反射型測定では、光線が結晶内を一度内部反射します（図 2）。

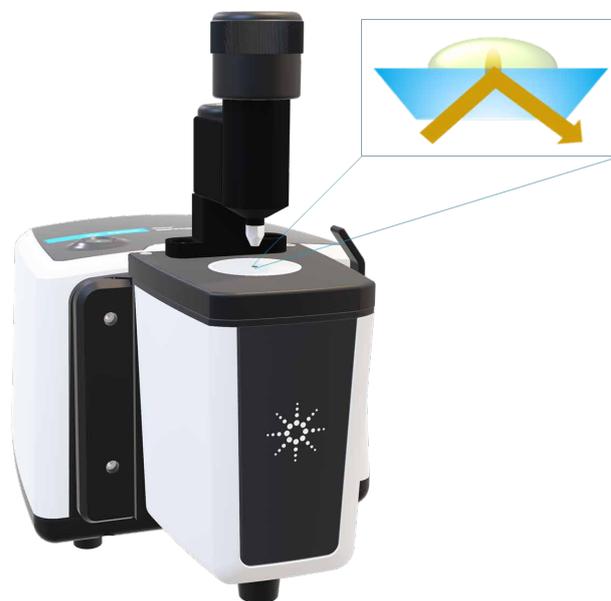


図 2. Agilent Cary 630 FTIR 用の一回反射型 ATR アタッチメント

### 多重反射型 ATR

一方、多重反射型 ATR 結晶には長い結晶が使用されており、光線はサンプル表面を複数回全反射してから検出されます（図 3）。その結果、赤外光が各反射スポットでサンプルと相互作用するため、有効光路長が長くなります。これにより測定の感度が向上するため、優れた検出下限と迅速な分析が求められるアプリケーションに最適です。



図 3. Agilent Cary 630 FTIR 用の多重反射型 ATR アタッチメント

### サンプル測定

ATR アタッチメントを使用して液体サンプルまたはペーストを分析する際には、ATR 結晶の上にサンプルを数滴置きます。測定を実行して完了したら、必要に応じて、軽質溶剤などを使用して結晶を拭き取りクリーニングできます。

粉末、薄膜、またはその他の固体サンプルを分析する際には、サンプルを ATR 結晶の上に置き、回転プレスを押し下げ、サンプルと結晶を最適な状態で接触させます。測定終了後はサンプルを回収できるため、少量または高価なサンプルに最適です。必要に応じて、軽質溶剤などを使用して結晶を拭き取りクリーニングできます。

一回反射型 ATR アタッチメント上の回転プレスにより、所定の ATR 結晶の材質に最適な圧力を印加できます。サンプリングまたはクリーニングの際に ATR 結晶に簡単にアクセスできるように、回転プレスは 360 度回転可能です。必要ない場合は、プレスを取り外すこともできます（例えば、液体サンプルのみを分析する場合）。多重反射型 ATR アタッチメントは液体サンプルにのみ使用するため、プレスは必要ありません。

### Cary 630 FTIR 用の ATR アタッチメント

アプリケーションに必要なアタッチメントが一回反射型 ZnSe である場合も、ダイヤモンド、Ge、または多重反射型 ZnSe の場合でも、Cary 630 FTIR はクラス最高の性能を発揮します。市販のアクセサリを使用する他社製の FTIR 分光光度計とは異なり、Cary 630 FTIR のサンプリング技術はアジレントのエンジニアによってカスタム設計されており、Cary 630 FTIR の光学系に合わせて最適化されています。堅牢でアライメントを必要としない設計により、これらの ATR サンプリング技術を即座に交換できるため、対象のサンプルの種類に簡単に対応できます。Cary 630 FTIR 用の各種 ATR アタッチメントを表 1 に示します。

表 1. Agilent Cary 630 FTIR 用の ATR アタッチメント

ATR アタッチメント	波長範囲	有効光路長	サンプルタイプ	回転プレス
一回反射型 ZnSe ATR アタッチメント	5,100 ~ 600 cm <sup>-1</sup>	4,000 cm <sup>-1</sup> で 1.1 μm 1,700 cm <sup>-1</sup> で 2.6 μm 600 cm <sup>-1</sup> で 7.3 μm	希釈なしまたは高濃度、軟質の固体、ペースト、ゲル、液体（強い酸や塩基ではない）	あり
多重反射型 ZnSe ATR アタッチメント	5,100 ~ 600 cm <sup>-1</sup>	4,000 cm <sup>-1</sup> で 5.5 μm 1,700 cm <sup>-1</sup> で 13.0 μm 600 cm <sup>-1</sup> で 36.5 μm	低濃度の成分、希釈された溶液サンプル、ペースト、ゲル、液体（強い酸や塩基ではない）	なし
一回反射型 Di ATR アタッチメント	6,300 ~ 350 cm <sup>-1</sup> <sup>a</sup> 5,100 ~ 600 cm <sup>-1</sup> <sup>b</sup>	4,000 cm <sup>-1</sup> で 1.1 μm 1,700 cm <sup>-1</sup> で 2.6 μm 600 cm <sup>-1</sup> で 7.3 μm	硬質の固体、微粒子、ポリマー、ペースト、液体（広範な pH 範囲）	あり
一回反射型 Ge ATR アタッチメント	5,100 ~ 600 cm <sup>-1</sup>	4,000 cm <sup>-1</sup> で 0.15 μm 1,700 cm <sup>-1</sup> で 0.36 μm 600 cm <sup>-1</sup> で 1.02 μm	カーボンブラック含有ポリマー	あり

<sup>a</sup> Cary 630 FTIR エンジンと KBr 光学部品

<sup>b</sup> Cary 630 FTIR エンジンと ZnSe 光学部品

### セレン化亜鉛 (ZnSe) ATR アタッチメント

ZnSe は、長年 ATR 検出素子として使用されてきた半導体材料です。比較的硬質で、波長範囲が広く、水に溶けない物質です。このため、柔軟な固体、ペースト、ゲル、液体に適しています。pH 5～9 の範囲の水溶液の分析にも使用できます。Cary 630 FTIR では、多重反射型 ATR と一回反射型 ATR という 2 種類の異なる ZnSe サンプルング技術を使用できます。

### 一回反射型 ZnSe ATR アタッチメント

サンプルに入射する赤外線の光路長が比較的小さいため、このアタッチメントは希釈していないサンプル、つまり比較的高濃度が高純度なサンプルに最適です。一回反射型 ZnSe アタッチメントは、軟質の材料や粘性のある液体の測定に適しています。ポリマーフィルムなどの固体を測定する際にも、Cary 630 FTIR とともに使用できます。ZnSe ATR アタッチメントを図 4 に示します。



図 4. Agilent Cary 630 FTIR 用の ZnSe ATR アタッチメント

### 多重反射型 ZnSe ATR アタッチメント

Cary 630 FTIR の優れた性能と、光路長の長い多重反射型 ATR アタッチメントは、Cary 630 が比類ない高感度の分光光度計システムであることを示しています。ペースト、ゲル、液体中の低濃度の成分を測定でき、pH 範囲 5～9 の希釈水溶液または濃縮水溶液中の溶質も分析可能です。多重反射型 ATR 結晶はステンレスホルダ内の少しくぼみのある場所に置かれているため、非粘性の液体サンプルの分析に最適です。このアタッチメントは、定性または定量測定が必要な場合に適しています。ただし、圧力クランプとともに使用されないため、固体原料での使用は推奨されません。多重反射型 ZnSe ATR アタッチメントを図 5 に示します。



図 5. Agilent Cary 630 FTIR 用の多重反射型 ZnSe ATR アタッチメント

### 一回反射型ダイヤモンド (Di) ATR アタッチメント

ATR 結晶としてダイヤモンドを使用することで、FTIR サンプリングが抜本的に変わりました。この結晶は傷がつかないため、鉱物や硬質ポリマーのような固いサンプルを簡単に分析できます。また、ダイヤモンド ATR は強い酸や塩基に対して耐性があり、高 pH または低 pH の水溶液の測定にも最適です。Cary 630 FTIR 用のダイヤモンド ATR は、サンプルプレスとともに使用する一回反射型 ATR であり、分析する物質とダイヤモンド表面を適切に接触させることができます。一回反射型 ATR として、微粒子、粉末、その他の硬質材料など、高濃度または高純度な物質に最適です。Cary 630 FTIR 用の独自設計のダイヤモンド ATR によって、高エネルギースループットを実現しており、分光光度計とダイヤモンドサンプリング技術を組み合わせることで、他のルーチン FTIR システムを上回る性能を発揮します。一回反射型ダイヤモンド ATR アタッチメントを図 6 に示します。



図 6. Agilent Cary 630 FTIR 用の一回反射型ダイヤモンド ATR アタッチメント

### 一回反射型ゲルマニウム (Ge) ATR アタッチメント

Ge は、硬質で砕けやすく屈折率の高い半金属素子であり、赤外線の入射深さは浅くなります。Cary 630 FTIR で一回反射型 Ge ATR 結晶を使用する場合、吸光度が高い物質または分散性の高い成分の分析に最適です。カーボンブラックを含むポリマーなどのサンプルは、多くの場合 Ge ATR で分析します。O-リング、ガスケット、および黒色ゴムタイヤはすべて、Cary 630 FTIR Ge ATR アタッチメントによる分析に最適な材料の例です。一回反射型ゲルマニウム ATR アタッチメントを図 7 に示します。



図 7. Agilent Cary 630 FTIR 用の一回反射型ゲルマニウム ATR アタッチメント

## アプリケーション例

ATR 分析は、産業界や学術界における多様なアプリケーションで幅広く使用されています。アジレントは、ATR アタッチメントの使用方法を紹介し、他の使用可能なサンプリング手法と比較するアプリケーションノートを多数提供しています。現在入手可能なアプリケーションノートの概要を以下に示します。アプリケーションノートの全文はアジレントのウェブサイトでご覧いただけます。

### 医薬品包装材料の品質管理と USP <661.1> 章コンプライアンス

この研究は、医薬品の包装に使用されるポリマーの分析における FTIR 分光光度計の使用方に注目しています。ダイヤモンド ATR アタッチメントを使用して、ブランド医薬品とジェネリック医薬品の包装の違いを測定し、偽造医薬品の検出について実証しました。USP 医薬品包装規制の <661.1> 章『Plastic Materials of Construction (プラスチック構成材料)』に従った、Cary 630 FTIR のアプリケーションについても実証しています。

[アプリケーションノートを見る](#)

### Quick and Real-Time Potency Determination of Cannabinoids Using FTIR Spectroscopy (FTIR 分光分析を用いた迅速リアルタイムのカンナビノイドの有効性の測定)

この研究では、THC (テトラヒドロカンナビノール) 含有量の異なるさまざまな大麻製品の有効性を測定しました。Cary 630 FTIR とダイヤモンド ATR アタッチメントを使用して、サンプル前処理なしで、抽出物、濃縮物、蒸留物のような複数の種類の大麻サンプルを分析しました。Cary 630 FTIR とダイヤモンド ATR アタッチメントを使用することにより、製造ワークフローで高速かつ非破壊の分析を実現しています。ここでは、例えば、サンプル分析での生産性とスループットが向上しました。



図 8. 大麻の濃縮物および蒸留物のスペクトルを、Agilent Cary 630 FTIR とダイヤモンド ATR アタッチメントを使用して、サンプル前処理なしで分析しました。

[アプリケーションノートを見る](#)

### Agilent Cary 630 ATR-FTIR 分光光度計による幼児用シリアル中のスクロース濃度の測定

この研究では、市販されている子供向けの複数のブランドの朝食用シリアル中に存在する糖の量を測定しました。シリアルサンプルを粉末状に砕き、直接ダイヤモンド ATR 結晶の上に置いて、スクロースの濃度を定量しました。Cary 630 FTIR で得られた結果は、同じサンプルの HPLC で得られたデータと非常に優れた相関関係を示しました。

[アプリケーションノートを見る](#)

### Agilent Cary 630 FTIR による医薬品の迅速な同定と適格性評価

この研究では、特定の原料の純度を分類して評価する際の、医薬品の ATR-FTIR 分析の感度に注目しています。Cary 630 FTIR とダイヤモンド ATR アタッチメントを使用して、純粋および汚染されたアセチルサリチル酸のサンプルを分析しました。Agilent MicroLab ソフトウェアの独自のロジック設定機能により、医薬品アプリケーションにおいて同定、適格性評価、および原料と成分の品質の違いの簡単な識別を実施できます。

[アプリケーションノートを見る](#)

### Fuel Blend Analysis Using the Cary 630 Spectrometer and 5 Bounce ZnSe ATR Accessory (Cary 630 と 5 回反射型 ZnSe ATR アタッチメントを用いた燃料混合物の分析)

この研究では、さまざまな燃料混合物の構成物を測定しました。Cary 630 FTIR と多重反射型 ZnSe ATR アタッチメントを使用して、サンプル前処理なしで、ディーゼル/ブタノール混合物を高い再現性で分析しました。これにより、定量および混合現象に関する分子レベルの情報が得られました。

[アプリケーションノートを見る](#)

## 消毒剤中のアルコール濃度の分析

Cary 630 FTIR とダイヤモンド ATR アタッチメントを使用して、消毒剤中のアルコール含有量を定量しました。MicroLab ソフトウェアを使用してルーチン品質管理 (QC) メソッドを開発することにより、アルコールの種類を自動的に同定し、アルコール濃度を正確に測定しました。



図 9. 希釈なしの消毒剤サンプルを、Agilent Cary 630 FTIR に取り付けられた ATR アタッチメント上に置きます。Agilent MicroLab ソフトウェアでは、ユーザーがクリーニングやサンプリングを含む測定の各ステップを踏めるよう、画像ガイド付きのワークフローを採用しています。

[アプリケーションノートを見る](#)

## 偽造医薬品の検出

この研究では、Cary 630 FTIR とダイヤモンド ATR アタッチメントを使用して、本物の医薬品錠剤および偽造医薬品サンプルの IR スペクトルを収集しました。MicroLab ソフトウェアを使用して、スペクトルを包括的な IR ライブラリと照合しました。重要で偽造が多い医薬品である塩酸エタンブトールとセフトロキムアクセチルについて、Cary 630 FTIR が本物のサンプルと偽造のサンプルを高い信頼性で識別できることがわかりました。



[アプリケーションノートを見る](#)

[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ー](#)

**0120-477-111**

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

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。本文書に記載の情報、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。

DE74554071

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2022

Printed in Japan, January 19, 2022

5991-6858JAJP

## Automated FT-IR Screening Method for Cocaine Identification in Seized Drug Samples (押収したドラッグサンプル中のコカインを同定する FT-IR の自動スクリーニングメソッド)

Cary 630 FTIR とダイヤモンド ATR アタッチメントを使用して、押収したコカインサンプルの IR スペクトルを収集しました。Cary 630 を MicroLab ソフトウェアの自動化メソッドとともに使用することで、コカインの存在を同定することができ、HPLC で測定されたコカイン濃度とも優れた相関関係を示しました。機器とソフトウェアの構成は、コカインを含む疑いのある押収薬物をプレスクリーニングするための非破壊の方法として最適であることが実証されました。

[アプリケーションノートを見る](#)