

DialPath サンプルングアタッチメント

FTIR 透過測定を簡便に実施する手段



はじめに

液体の透過測定は通常、フローセルと組み立て式セルを用いて実施されますが、Agilent FTIR システム用 DialPath アタッチメントは、これらの測定の課題を克服するために設計されました。

Agilent DialPath アタッチメントを使用すると、ATR を使用する場合と同様に液体の透過測定を簡単に行えます。この場合、従来の赤外フローセルおよび組み立て式セルを使用しなくても、固定の光路長で液体の透過測定が可能です。

DialPath アタッチメントには 3 つの光路長があらかじめ設定されており、希釈なしに 1 回の分析で同じサンプルのさまざまな強度の複数ピークを測定できます。このアタッチメントにより、広い濃度とピーク強度の範囲における定量分析と、スペクトル検索による成分同定の両方に対応した分析が可能です。

また DialPath アタッチメントは、ポリマー薄膜の測定にも使用できます。

操作

液体サンプル

従来の液体サンプルの分析では、透過アタッチメントに組み立て式セルまたはフローセルを取り付ける必要があります。このようなセル設計では、組み立て後に再現性のある光路長を得ることが困難です。また、セルの密閉が不十分であるとサンプルが流出し、気泡が侵入して測定を妨げる場合もあります。さらに、粘性の高い液体または吸着しやすい液体はセルから取り除くのが困難な場合が多く、清浄プロトコルに時間がかかることがあります。

一方 DialPath アタッチメントを使用する場合は、図 1 に示すように、DialPath が開いた状態で液体サンプル 1 滴をサンプルウィンドウ上に滴下します。

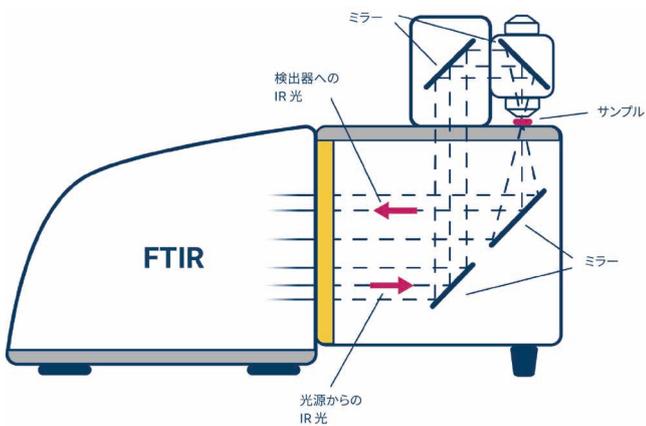


図 1. DialPath アタッチメントと Cary 630 機器を通過する光路の光学系図

測定の際には、図 2 に示すように、DialPath を回転させて測定に必要な固定された光路長を選択します。測定後は、必要に応じて軽質溶媒によりサンプルウィンドウをクリーニングできます。次のサンプルに進む前に、システムが光路の清浄度をバリデーションします。

適切な光路長を選択するだけで、サンプルの濃度に応じて簡単に測定できます。DialPath を使用した再現性の高い固定の光路長による測定は、定量測定に最適です。

DialPath を用いた 3 ステップ分析

1 各クリスタルが汚れていないことを確かめます。



2 サンプルをウィンドウ上にセットします。



3 DialPath を目的の光路長にセット (回転) して測定します。



図 2. 液体サンプルの分析。DialPath アタッチメントを使用した 3 ステップ分析



図 3. DialPath アタッチメントは、ポリマーフィルムの測定に使用できます。

ポリマーフィルム

ポリマーフィルムの測定に DialPath を使用すると、透過アタッチメントにサンプルをセットする必要がなくなります。ポリマーフィルムを測定するには、フィルムをウィンドウ上にセットして適切な光路長の位置に回転させます。不均質なサンプルの場合はサンプル位置を変更することにより、大きなフィルムサンプルのさまざまな部分を柔軟に測定できます。通常クリーンなポリマーサンプルの場合、サンプル間でのクリーニングは不要です。

DialPath 構成オプション

DialPath は優れた赤外エネルギースループットが得られるように最適化されており、ZnSe クリスタルウィンドウを用いていることから、高温度の環境においても使用できます。

DialPath アタッチメントは、工場であらかじめ設定された次の 3 つの光路長で使用できます。

- 30、50、100 μm (再現性 $\pm 0.25 \mu\text{m}$)
- 50、100、200 μm (再現性 $\pm 0.25 \mu\text{m}$)

または、最大 1000 μm の 3 つのカスタム光路長

DialPath は、Cary 630 FTIR の交換可能なサンプリングモジュールとして、または 4500 および 5500 DialPath Compact FTIR の固定アタッチメントとして使用できます。

FTIR 測定は、5,100 ~ 600 cm^{-1} の範囲で実施できます。

DialPath アタッチメントの代替品として、単一光路長の Tumbler アタッチメントがあります。このアタッチメントでも同じ技術が採用されていますが、光路長が 100 ~ 1000 μm の間で単一に固定されています。

アプリケーション例

DialPath は、産業分野および学術分野のさまざまなアプリケーションで幅広く使用されています。アジレントでは、DialPath の使用方法および他のサンプリング手法との比較を示したアプリケーションノートも提供しています。現在ご覧いただけるアプリケーションノートの一部の概要を次に示します。その他すべてのアプリケーションについては、アジレントのウェブサイトをご覧ください。

Cary 630 FTIR 分光光度計と DialPath アタッチメントを使用した液体サンプルの測定

この研究では、セルベースのシステムを使用した従来の透過測定と、DialPath および減衰全反射 (ATR) による測定を比較しています。

また、食品、医薬品、化粧品市場に存在する一般的な添加物について調査しています。定性および定量の両方の結果を示しています。

[アプリケーションノート \(英語\) のダウンロードはこちら。](#)

揮発性液体の測定

この研究では、揮発性物質サンプルを取り扱う際の課題について調査しています。ここでは、測定に必要な期間内に、DialPath セルから揮発性液体がほぼまたはまったく蒸発していないことを実証しています。

キャリブレーション済みメソッドにおける蒸発と拡散の影響を明らかにするために、次の 2 つの例を示しています。

- テトラヒドロフラン (THF、揮発性溶媒) 中のフタル酸ジオクチル (DOP、不揮発性物質)。
- ヘキサン (揮発性溶媒) 中のベンゼン (高揮発性物質)。

[アプリケーションノート \(英語\) のダウンロードはこちら。](#)

牛乳中の偽和物濃度のオンサイトスクリーニング

この研究では、偽和物の迅速な識別における DialPath アタッチメントの使用方法について調査しています。DialPath 透過サンプリング技術を搭載した Agilent FTIR 機器は、3 % v/v の低い希釈までの不正処理された牛乳サンプルのスクリーニングにおいて、実装が簡単で高速なソリューションであることがわかりました。

[アプリケーションノート \(英語\) のダウンロードはこちら。](#)

ディーゼル中のバイオディーゼル (FAME) 含有量のモニタリング

この研究では、DialPath アタッチメントを搭載した Agilent 4500 シリーズ FTIR の使用方法について説明しています。4500 シリーズ FTIR は可搬またはオンサイトで使用するよう設計されており、固定された DialPath アタッチメントを使用します。開発したメソッドでは、船舶用ディーゼル燃料中の微量バイオディーゼルの高い再現性で即座に測定できます。

[アプリケーションノート \(英語\) のダウンロードはこちら。](#)

電気絶縁油に含まれるフェノール系酸化防止剤 DBPC および DBP の測定

この研究では、最も一般的な 2 種類の酸化防止剤の測定における DialPath および Tumbler アタッチメントの使用方法について実証しています。電気絶縁油および鉱物油ベースの潤滑油に含まれる 2,6-ジ-tert-ブチル-p-クレゾール (DBPC) (別名ブチル化ヒドロキシトルエン (BHT)) および 2,6-ジ-tert-ブチルフェノール (DBP) を、ASTM D2668 および IEC 60666 メソッドに従って分析しました。

[アプリケーションノート \(英語\) のダウンロードはこちら。](#)

医薬品サンプル中のシメチコンの定量

この研究では、Cary 630 FTIR と DialPath モジュールを使用してシメチコンを定量しました。比較のため、透過サンプルコンパートメントで組み立て式セルを使用した従来の FTIR アプローチでもデータを取り込みました。DialPath により得られたデータは、従来のセルで得られた結果と同等かさらに良好でした。ただし、DialPath を使用した場合、従来の液体セルを使用した場合と比較して時間とコストが大幅に節約されているため、医薬品アプリケーションに最適です。

[アプリケーションノート \(英語\) のダウンロードはこちら](#)

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタマコンタクトセンタ

0120-477-111

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。

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2021
Printed in Japan, April 19, 2021
5994-2029JAJP
DE44258.8385416667