

Application News

No. A486

 分光光度分析
Spectrophotometric Analysis

高灵敏度单次衰减全反射附件 Quest 的介绍

Introduction of Quest Single-Reflection ATR Accessory

衰减全反射法 (Attenuated Total Reflectance, 以下称为“ATR 法”) 是验证分析和异物分析中广泛使用的方法。本文向您介绍使用高灵敏度单次衰减全反射附件 (ATR) Quest 进行分析的示例。

■ Quest 简介

What is Quest?

Specac 公司制造的 Quest 是用于测定中红外及远红外光谱的单次衰减全反射附件 (ATR)。其内部光学系统由透镜构成, 晶体的更换步骤非常简单。Quest 的晶体有金刚石、硒化锌和锗等类型。金刚石采用 Type IIIa 金刚石, 物理和化学特性非常稳定, 可在 $10,000 \sim 40 \text{ cm}^{-1}$ 的范围内进行测定¹⁾。

另外, 使样品与晶体紧密接触的夹具内配置力矩限制器, 因此无需担心因施加压力过大而导致晶体破损。夹具的运行方式为摇摆方式。实际操作中, 样品放置和晶体清洗也非常简单。

图 1 为 Quest 的外观图。



图 1 Quest 的外观图
Overview of Quest

■ 根据各国药典进行测定

Sample Measurement Conforming to JP/EP/USP

我们按照日本药典 (JP)、欧洲药典 (EP) 和美国药典 (USP) 规定, 对氨基酸中的 L-丙氨酸和 L-精氨酸进行了验证分析。表 1 为测定条件。

表 1 仪器和分析条件
Instruments and Analytical Conditions

仪器	: IRAffinity-1S, Quest
分辨率	: 2 cm^{-1}
扫描次数	: 45
变迹函数	: Sqr-Triangle
检测器	: DLATGS

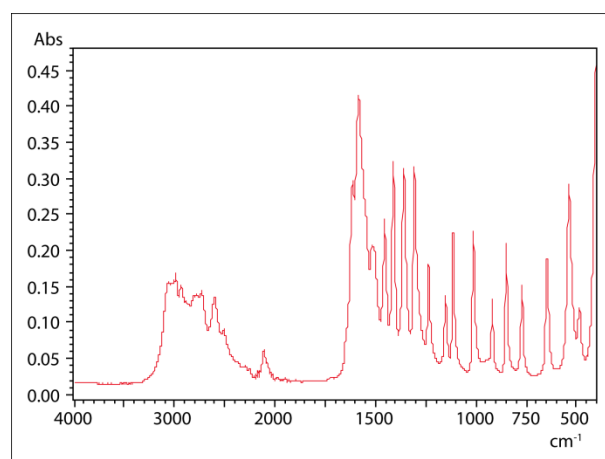


图 2 L-丙氨酸的 IR 光谱
IR Spectrum of L-Alanine

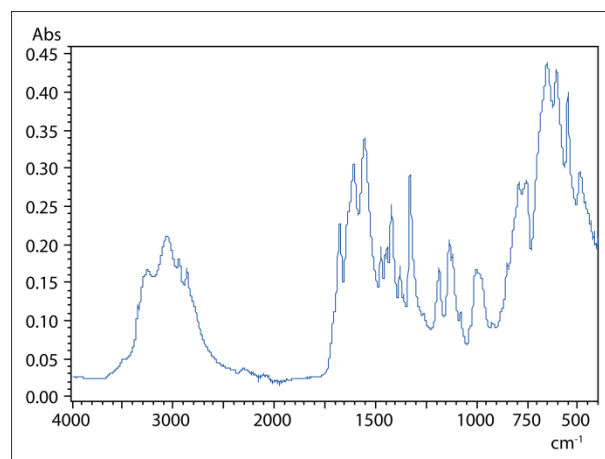


图 3 L-精氨酸的 IR 光谱
IR Spectrum of L-Arginine

由图 2 和图 3 的测定结果可知，在各药典记载的测定范围（4,000~400 cm^{-1} ）内得到了良好的 IR 光谱。

■ 使用 Quest 进行远红外光谱测定

IR Measurement in Far-Infrared Region by Quest

测定远红外区域光谱的常规方法为透射法。该方法需要进行稀释样品和制备薄膜等预处理。而 ATR 法基本上不需要预处理，可方便地进行远红外区域测定。

通过 ATR 法我们得到了远红外区域的光谱^{*1)}。

所测样品为无水咖啡因粉末和聚偏二氯乙烯（PVDC）薄膜。表 2 为测定条件。为避免远红外区域水蒸气吸收造成的干扰，测定时需要用氮气或干燥气进行吹扫。

表 2 仪器和分析条件
Instruments and Analytical Conditions

仪器	: IRTracer-100, Quest, 远红外套件、吹扫控制套件
分辨率	: 4 cm^{-1}
扫描次数	: 100
变迹函数	: Sqr-Triangle
检测器	: DLATGS

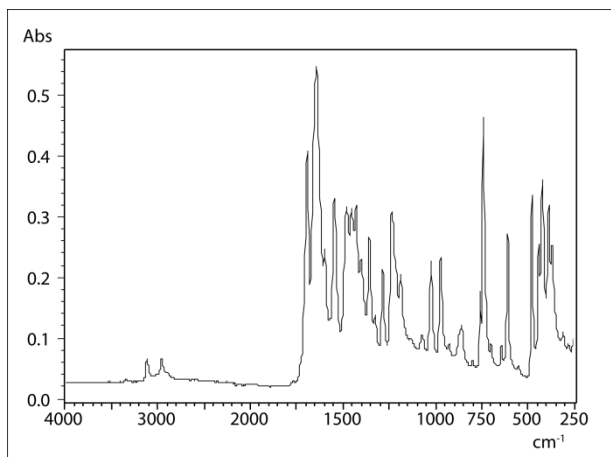


图 4 无水咖啡因的远红外光谱
FIR Spectrum of Anhydrous Caffeine

*1) Quest 的金刚石晶体具有高通量型和宽范围型两种。本应用报告中使用了宽范围型。

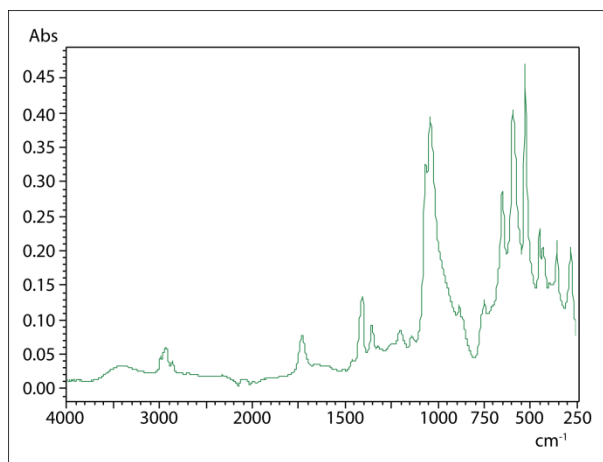


图 5 PVDC 的远红外光谱
FIR Spectrum of PVDC

由图 4 与图 5 的测定结果可知，在波数范围 4,000~240 cm^{-1} 内得到了良好的 IR 光谱。

另外，为了对透射法和 ATR 法的分析结果进行比较，使用这两种方法分别测定了远红外区域的 PVDC。

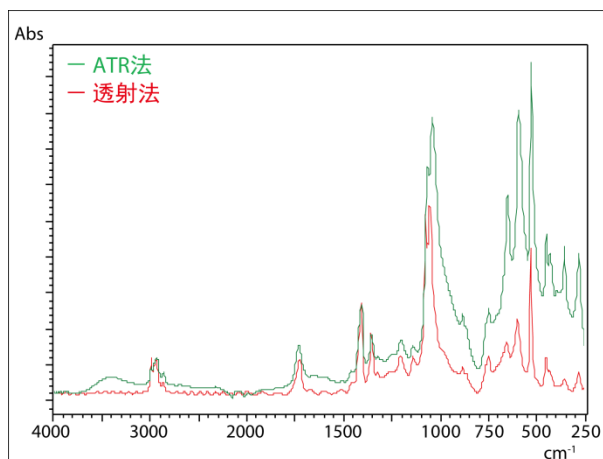


图 6 PVDC 的远红外光谱比较
Comparison of FIR Spectra of PVDC

根据图 6 的测定结果可知，在波数范围 4,000~240 cm^{-1} 内，ATR 法与透射法一样，均能得到良好的 IR 光谱。此处为便于进行比较，将 1,360 cm^{-1} 附近的峰强度归一化后进行比较。

■ 总结

Conclusions

以上对单次衰减全反射附件（ATR）Quest，在中红外及远红外区域进行的光谱测定进行了介绍。

目前，特别在远红外区域，透射法是主要的分析方法，但目前，无需进行预处理的 ATR 法将成为更加有效简便的方法而得到普及。