

Application News

No. A546

光吸收分析

利用 IR Pilot 分析树脂制造过程中的异物

本次发布的 IRSpirit 是一款紧凑的 FTIR，它结合了同类最佳的 SN 比和最高的分辨率（图 1）。我们采用了独特的设计，可以双向摆放，整机尺寸为 390 (W) × 250 (D) × 210 (H) mm，小于 A3 尺寸，因此可放置在狭窄空间。除了用于透射测定的附件，如液体池和 KBr 压片，还有一些功能，您可以使用现有的配件，如单次反射型 ATR 测定装置和漫反射测定设备，以及市售配件。

此外，在进行 IRSpirit 系列的装置控制、数据解析的软件 LabSolutions IR 中，有一个专用程序（IR Pilot），能简便地执行 4 种测定和解析，如确认试验、异物解析、定量分析、膜厚测定。该功能仅根据画面的指示进行操作，按照正确的步骤，即可进行测定、解析、直至打印。标准配备 23 个专用程序，您可以在主菜单中注册最多 4 个常用程序。

本次关于使用 IR Pilot 的异物解析进行介绍。



图 1 小型 FTIR IRSpirit 的外观

■ 异物解析的步骤

使用 FTIR 进行的异物分析已应用于各领域，对于异物污染的途径和原因的查明来说是不可缺少的。

异物的分析一般按照下列步骤进行分析。

1. 选择适合样品的测定方法。
2. 设定 FTIR 的测定参数。
3. 进行背景测定。
4. 在装置中设置异物。
5. 进行样品测定。
6. 根据需要进行数据处理。
7. 进行库检索。
8. 打印结果。

这些系列操作中具有应注意的设定和选择。支持这项工作的是 IR Pilot。由不熟悉 FTIR 使用的人员进行分析时，存在如何设定最适合的测定参数等难题，但是在 IR Pilot 中，您可以在屏幕显示的面板上选择方法和参数设置，导航到下一个任务。

表 1 测定条件

装置	: IRSpirit-L (KBr 窗片)、QATR-S (宽带金刚石圆盘)
分辨率	: 4 cm ⁻¹
累积次数	: 45
切趾函数	: Sqr Triangle
检测器	: LiTaO ₃

■ 利用 IR Pilot 进行异物解析

使用 IR Pilot 进行了实际的异物解析。测定的异物是在树脂制造工序上发现的白色异物。启动 IR Pilot 后，光谱测定画面增大，自动开始装置的初始化。最先显示主菜单，选择异物解析按钮（图 2）。



图 2 主菜单

执行异物解析后，显示测定方法选择画面（图 3）。此次，由于使用 ATR 方法进行测定，所以选择“是”。使用 ATR 以外的方法时，选择“否”。ATR 测定装置自动被识别时，自动选择 ATR 法，跳过图 3 的画面。



图 3 测定方法选择画面

H. Abo

选择接下来测定使用的晶体。ATR 法中，经常使用金刚石晶体。但是，使用金刚石晶体时，在诸如具有高折射率的黑色橡胶的样品中可能存在光谱畸变。因此，测定高折射率样品时，可以使用锗 (Ge) 晶体。可测定的波数范围取决于晶体的类型，但 IR Pilot 仅通过选择晶体类型自动设置测定波数范围 (图 4)。本次测定中使用了金刚石晶体。



图 4 晶体选择画面

选择完晶体后，显示选择可否进行背景测定的画面。确认晶体上没有样品后进行背景测定。

背景测定后，将显示一个画面，指示设置样品。使样品紧贴晶体，按“OK”后开始样品测定。

样品测定结束后，显示 ATR 校正选择画面。如果需要校正，选择“是”进行 ATR 校正。进行 ATR 校正时，设定一些参数 (图 5)。关于红外光的入射角、反射次数，请参阅附件的使用说明书。也需要样品的折射率，但一般有机物的折射率约为 1.4~1.7，所以如果不清楚具体数值，请输入 1.5。此外还需要晶体的折射率，但这是自动设定的。按执行后，进行 ATR 校正。

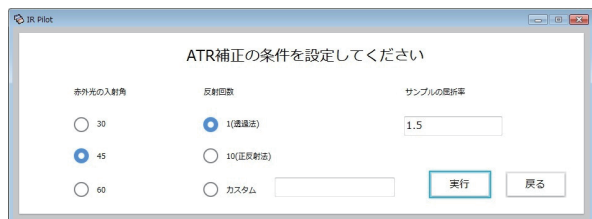


图 5 ATR 校正参数画面

显示选择是否进一步对测定结果进行检索的画面。请根据需要进行光谱检索。由于检索参数自动进行设定，所以，不需要设定参数。检索后还能打印检索结果。显示打印的选择画面，仅选择“是”，即可执行打印。打印事例如图 6 所示。

可以将样品的红外光谱与检索结果的匹配度第一到第三红外光谱进行比较，检索结果的符合列表可打印至前 20 个。可知本次测定的异物是蛋白质。由于异物是蛋白质，所以它可能是人源异物。

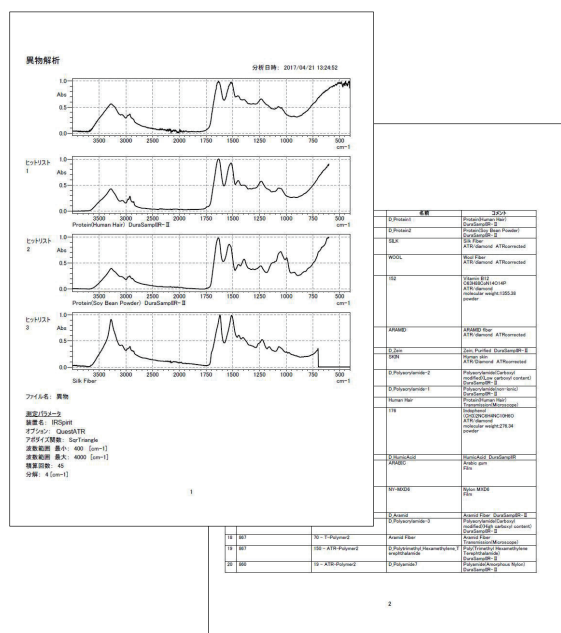


图 6 印刷图例

最后，您可以在程序注册屏幕的主菜单中注册一系列流程 (图 7)，从下一次开始缩短选择项目，这样您就可以更轻松地实施该程序。

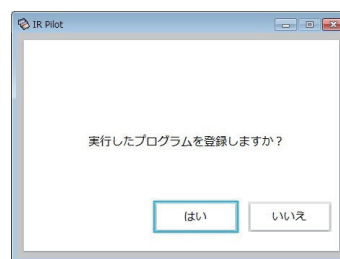


图 7 程序的注册画面

总结

此处，使用 IR Pilot 进行了异物解析，通过 IR Pilot，从参数的设定、背景测定、样品测定、数据处理、检索、直至打印，能自动且简单地实施异物解析。初次使用 FTIR 的人员和进行例行测定的人员使用 IR Pilot 时，也能按照正确的步骤更加便捷地使用 IR Spirit。您值得一试。