Application News

No. A552

光吸收分析

单次反射型金刚石 ATR 装置 QATR-S 的介绍
- 食品异物的分析事例 -

本次发布的 IRSpirit 是一款紧凑型 FTIR，它结合了同类产品最佳的 S/N 和最高的分辨率（图 1）。我们采用了独特的设计，整机尺寸为 390（W）×250（D）×210（H）mm，小于 A3 尺寸，不管 IRSpirit 是横向或者纵向放置，样品仓都可以很方便地操作，因此可放置在狭窄空间。除了用于液体池和 KBr 压片支架的透射测定的附件，包括岛津现有的以及第三方厂家的附件装置，如单次反射型 ATR 测定装置和漫反射测定设备，都可以兼容。

作为专用配件，IRSpirit 具备样品室一体型单次反射金刚石 ATR 附属装置（QATR-S）。本次附上实际的测定结果来介绍 QATR-S 的特征。

H. Taniguchi

图 1 小型 FTIR IRSpirit 的外观

QATR-S

QATR-S 是 IRSpirit 专用的单次反射型金刚石 ATR 附属装置。从斜上方和正面观察时，安装 QATR-S 的 IRSpirit 的外观分别如图 2 (a)、(b) 所示。一体型 QATR-S 设计与样品室四周同高，因此样品放置空间非常宽广，不用切断即可测定大面积试样。

此外，不需要用于固定装置的螺钉紧固，样品室安装或拆卸也很顺畅。在装置底面搭载有附件识别芯片，因此 QATR-S 在 FTIR 单元初始化的同时被识别，并且对应 QATR-S 的测试参数可以设置为自动加载。对分析不熟练的人员也可以方便使用。

此外，QATR-S 还有一个内置扭矩限制器的摆动夹紧机构，因此在样品和 ATR 晶体紧贴时，无需担心损坏 ATR 晶体。

(a)

(b)

图 2 安装有 QATR-S 的 IRSpirit

(a)：从斜上方观察时的外观 (b)：从正面观察时的外观

对于 QATR-S 的晶体，采用宽带规格的 Type Ⅲ a 单块金刚石，晶体直径约 1.8 mm，入射角度为 45°，在 4000~400 cm^{-1} 的波数范围内可以进行高灵敏的测定。此外，还可选购比如高光通量金刚石晶体、硒化锌（ZnSe）、锗（Ge）等材质的晶体，用户可以更换使用，并且很容易操作。图 3 显示了取下 ATR 棱镜进行更换的场景。

图 3 取下 ATR 棱镜

使用 QATR-S 进行异物分析

食品投诉的典型事例之一是混入小骨片。通过利用 KBr 压片法的透射法对小骨片等块状样品进行测定时，必须进行粉碎等预处理，但许多样品难以制成粉末状。另一方面，由于 ATR 方法不需要对样品进行预处理，因此它被广泛用作异物测定方法。

图 4 显示了测定小骨片样品的一个例子。使用 QATR-S 通过 ATR 法对其进行测定的情况如图 5 所示，测定结果如图 6 所示。此外，测定条件如表 1 所示。在 ATR 法中，使待测样品和 ATR 棱镜紧密接触是很重要的。QATR-S 能通过压板结构从上方按压样品使其紧贴在 ATR 棱镜上。如前所述，压板机构中有扭矩限制器，所以，设计确保了不会对 ATR 晶体施加过度的压力。

图 4 小骨片样品的照片

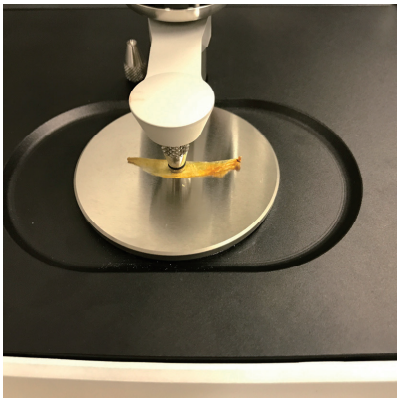

图 5 利用 ATR 法对小骨片样品进行测定的情况

表 1 分析条件

装置	:	IRSpirit-T（KBr 光阑板）、QATR-S（宽带金刚石棱镜）
分解	:	4 cm^{-1}
累积次数	:	20
切趾函数	:	Happ-Genzel
检测器	:	DLATGS

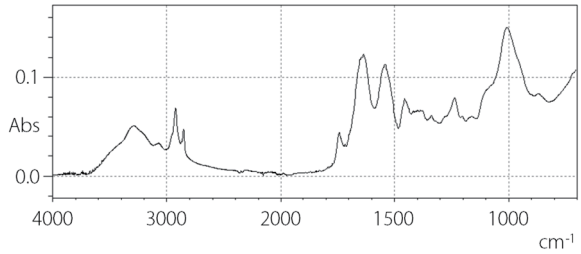

图 6 小骨片的测定结果

IRSpirit 设备标配有大约 2,000 个光谱的数据库。此外，通过添加可选的异物库并将其用于搜索，可以获得异物更具体的分析结果。在图 7 中表示使用库执行光谱检索的结果。最高匹配度的数据库光谱是小骨片的检索结果。

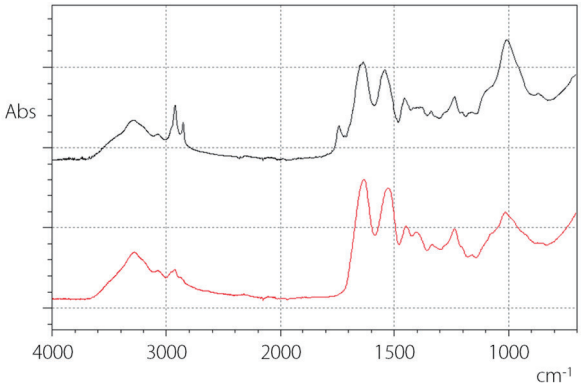

图 7 小骨片的光谱检索结果（使用异物库）

上：小骨片的测定光谱　下：小骨片的库光谱

此外，可以从光谱搜索结果的注释列中获取以下库信息，这些信息可以用来与实际测定的样品进行比较。

名称：小骨片 _ 白色

材质：小骨片（磷酸钙、蛋白质）

主要元素：Ca、P、S　颜色：白色

形状：棒　硬度：硬

金属光泽：无　测定法：ATR（Diamond）

总结

介绍了使用样品室一体型的单次反射金刚石装置 QATR-S 进行异物测定的实例。ATR 法适用的样品范围较广，无论样品的性质如何，是固体、粉末还是液体。所以我们推荐在进行异物解析和原料验收试验时使用 QATR-S。

岛津 SHIMADZU
岛津企业管理（中国）有限公司
岛津（香港）有限公司
http://www.shimadzu.com.cn
用户服务热线电话：800-810-0439
400-650-0439

免责声明:
＊本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；
＊本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。
如有变动，恕不另行通知。

第一版发行日：2018 年 2 月