



## Application Note AN M56 グローブボックス内におけるFT-IR測定

大気中の水分や酸素等に敏感な物質を扱う場合、窒素やアルゴン等の不活性ガスで雰囲気置換したグローブボックスがしばしば使われます。このような試料を赤外分光法を用いて分析しようとする場合、例えば液体試料であれば、グローブボックス内で液体セルの中に充填後、密閉し、その液体セルをグローブボックスから取り出して測定に掛けるといった作業が必要とされます。固体試料の場合には、試料調製の部分でさらに煩雑な操作が求められます。当然のことながら、試料をグローブボックスの外に出すということには、試料を大気暴露させてしまうというリスクが常に付きまといま

根本的な解決策として、分光計をグローブボックス内に設置することが考えられます。ALPHAであれば、そのコンパクトなボディゆえに、あらゆる標準グローブボックス内に設置することが可能です。ALPHAは、無線接続による制御が可能ですので、制御用のPCをグローブボックス内に設置する必要はありません。またALPHAは真空環境下でも安定で、グローブボックスの前室（一般にパスボックスと呼ばれる）を通して、必要に応じて出し入れすることも容易にできます。この際、あらかじめALPHAの乾燥剤交換用ポートを開放しておくことで、ALPHA内部の雰囲気をグローブボックス内と同じ不活性ガスで置換するという事も可能です。

### 実験条件

さらにPlatinum ATRと組み合わせることで、試料の前処理も不要となり、繊細な試料をそのままの状態

キーワード	装置・ソフトウェア
グローブボックス	ALPHA FT-IR スペクトロメータ
不活性ガス	Platinum-ATR
電池開発	OPUS 分光研究用ソフトウェア
嫌気性と材料	ワイヤレス制御



図1. グローブボックス内に設置されたPlatinum ATR付ALPHAスペクトロメータ

とが可能となります。ATR法では、各種試料を前処理なしで測定できるため、とくに液体試料や粉末試料の分析に最適な手法のひとつです。内部反射法とも呼ばれるATR法は、非常に応用範囲の広いサンプリング手法で、しかも試料を化学的に非破壊で測定できるという大きな利点を持ちます。測定に際しては、対象試料をATRプリズムの測定面に接触させるだけです。赤外光はプリズムと試料の接触面で反射されますが、反射の際、赤外光はわずかに試料内部に潜り込み、試料により吸収されます。試料をATRプリズムに密着させるだけで良いので、特別な前処理は一切不要です。液体試料の場合は、プリズム表面に滴下するだけで分析可能です。また粉末試料の場合も、微量をプリズムの表面に置き、ATR装置に付属の試料クランプで試料をプリズムに押し付けるだけで、分析することができます。ALPHAのPlatinum ATRでは、試料クランプを指1本で操作できますので、グローブボックスの厚いゴム製手袋をはめた状態でも簡単に試料をハンドリングすることが可能です。

### 測定例

一例として、リチウムイオン電池用電解質の合成に使われる化合物のひとつである、 $\text{LiAlCl}_4$ のATRスペクトルを図1に示します。LiおよびAlをベースとする電解質は、一世代前の電池に使われている電解質と比べ、化学的な活性度は低く、より高い導電性を有します。つまり、より高い電力供給が期待されます。その一方で、これらの化合物は水分および酸素に敏感であり、大気暴露すると簡単に変性してしまうため、分析やハンドリングは常に不活性雰囲気中で行わなければなりません。

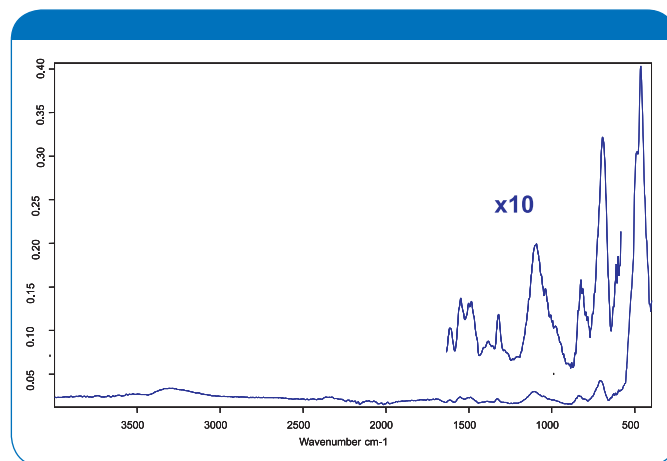


図2. 窒素置換グローブボックス中で測定した電解質材料  $\text{LiAlCl}_4$  のATRスペクトル

### まとめ

ALPHAをグローブボックス内に設置することで、迅速な分析が可能となります。分析の操作性と効率が向上することはもちろん、試料をその場で分析できるため、試料を大気暴露させるリスクから解放され、信頼性と精度の高いデータの取得が実現されます。

#### ● Bruker Optik GmbH

Ettlingen · Germany  
Phone +49 (7243) 504-2000  
Fax +49 (7243) 504-2050  
info.bopt.de@bruker.com

[www.bruker.com/optics](http://www.bruker.com/optics)

Bruker Optics is continually improving its products and reserves the right  
© 2016 Bruker Optics BOPT-400162-01

#### ブルカー・オプティクス株式会社

〒221-0022 神奈川県横浜市  
神奈川区守屋町 3-9  
Phone 045-450-1601  
Fax 045-450-16029  
info.bopt.jp@bruker.com

[大阪オフィス] 〒532-0004  
大阪府大阪市淀川区西宮原1-8-29  
テラサキ第2ビル  
Phone 06-6394-8118  
Fax 06-6394-9003