

## IRXrossによる極微量シリコンオイルの高感度測定

丸山 かれん

### ユーザーベネフィット

- ◆ 揮発性溶媒に溶解した微量試料の測定が可能です。
- ◆ 多重反射ATRを用いることで、より低濃度の試料も測定可能です。
- ◆ IRXrossはミドルクラスFTIRでありながら、ハイエンドクラス並みのS/N比を有し、非常に微弱なピークも測定できます。

### ■はじめに

この度当社より発売したIRXrossは、クラス最高の感度と分解能を有し、最大20スペクトル/秒の高速スキャンにも対応可能なFTIRです。また、分析をナビゲートする島津オリジナルソフトウェアIR Pilot™を標準装備し、優れた操作性も兼ね備えています。

ここでは、上記特長のうち、感度に焦点を当てた揮発性溶媒中試料の定量分析をご紹介します。

装置外観を図1に示します。IRXrossはIRTracer™-100と同じ安定した干渉計を採用し、高性能な測定を実現しました。これによりS/N比が従来機比較で大幅に向上し、非常に微弱なピークの測定が可能になりました。



図1 IRXrossの外観

### ■n-ヘキサン中に溶解したシリコンの透過測定

各種オイルは、水やエタノールなどの極性溶媒にはほとんど溶けず、n-ヘキサンやトルエンなどの無極性溶媒に溶解します。この性質を利用し、無極性溶媒を用いて正常品に付着したオイルを抽出し、FTIRで分析することで、付着したオイルを確認することができます。しかし、液体セルなどを用いた透過測定では、微量オイルの定性・定量分析は困難です。図2にn-ヘキサンにシリコンオイルの一つであるジメチルポリシロキサン (PDMS) 100 ppmを溶解させた試料を準備し、光路長0.1 mmの固定セル (窓板: KBr) を用いて測定したデータを示します (n-ヘキサンおよびシリコンのみのスペクトルも同時に示します)。n-ヘキサン中に溶解したPDMSのスペクトルはn-ヘキサンのピークとほぼ一致し、PDMS由来のピークが見られないことがわかります。ここには示しません、差スペクトルを計算してもPDMS由来のピーク検出はできませんでした。

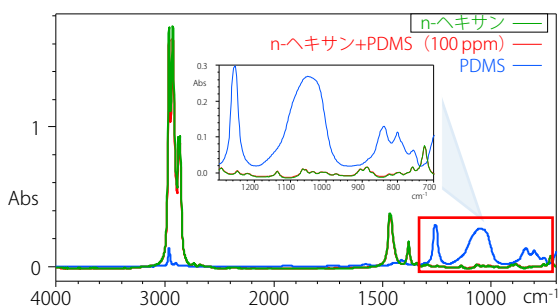


図2 固定セルを用いて測定したn-ヘキサン中のPDMS

### ■濃縮ATR法

ここでは、濃縮法を用いた微量測定についてご紹介します。図3で示す濃縮法は、液体試料をATRプリズムに少量滴下し、溶媒を揮発させる方法です。溶質はプリズムに残留するため、溶媒のスペクトルの影響を受けずに測定が可能です。また、滴下量を一定にすることで、定量分析が可能になります。

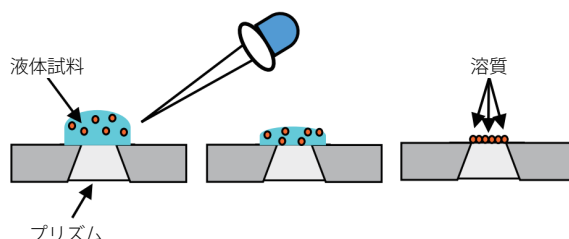


図3 濃縮法の模式図

### ■n-ヘキサン中に溶解したシリコンのATR測定

9回反射ATR装置を用いて、前述の透過法で用いたn-ヘキサンに溶解させたPDMS (100 ppm) の測定を行いました。9回反射ATRプリズムを用いることで、よく利用される1回反射よりも感度良く測定できます。ATR装置の外観を図4に、測定条件を表1に示します。また、溶液の滴下量は20 μLとしました。

表1 測定条件

装置	: フーリエ変換赤外分光光度計 IRXross (KBr窓板) MicromATR (9回反射ダイヤモンドディスク)
分解	: 4 cm <sup>-1</sup>
積算回数	: 100回
アポダイズ関数	: SqrTriangle
検出器	: DLATGS



図4 MicromATRの外観

n-ヘキサンに100 ppm溶解させたPDMSをプリズム上に滴下し、ATRスペクトルの測定を行いました。測定結果を図5および図6に示します。時間の経過とともに、n-ヘキサン由来の2900および1460 cm<sup>-1</sup>付近のピークが減少し、PDMS由来の1260 cm<sup>-1</sup>や1100 cm<sup>-1</sup>付近のピークが現れることがわかります。このように、n-ヘキサン（溶媒）を揮発させることで、透過法では困難であった、PDMS由来のピークを検出することが可能となります。

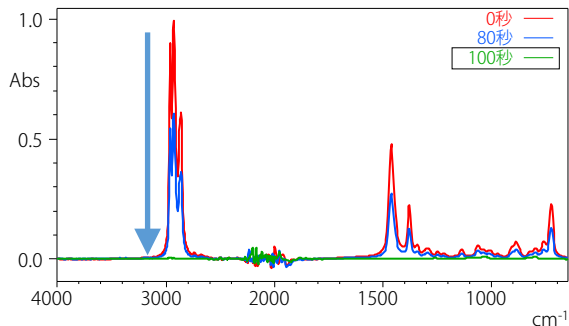


図5 n-ヘキサンに溶解させたPDMS (100 ppm) のスペクトル変化

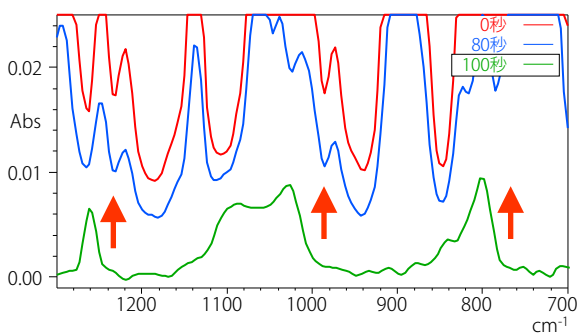


図6 図5における1300~700 cm<sup>-1</sup>の拡大図

### ■ n-ヘキサン中に溶解した低濃度シリコーンのATR法による定量分析

n-ヘキサン中にPDMSを1~250 ppm溶解させた試料をATRプリズム上に20 μL滴下し、n-ヘキサンが揮発したことを確認してから測定を行いました。測定結果を図7に示します。すべての濃度でPDMS由来のピークを得ることができました。

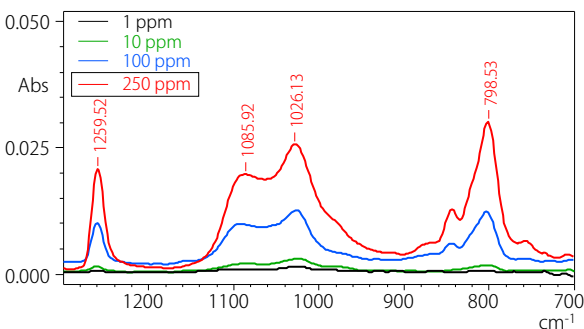


図7 n-ヘキサンに溶解させたPDMS (1~250 ppm) のスペクトル

n-ヘキサンによる吸収残渣の影響を受けず、形状が比較的シャープである1260 cm<sup>-1</sup>のピークの強度（補正高さ）を用いて検量線を作成しました。表2に各濃度における補正高さを示し、この数値を用いて作成した検量線を図8に示します。相関係数は $r^2=0.999$ 以上を示し、低濃度試料についても9回反射の濃縮ATR法で定量可能であることがわかりました。

表2 各濃度の1260 cm<sup>-1</sup>における補正高さ

PDMS濃度 (ppm)	補正高さ (Abs)
1	0.0002
10	0.0009
100	0.0079
250	0.0194

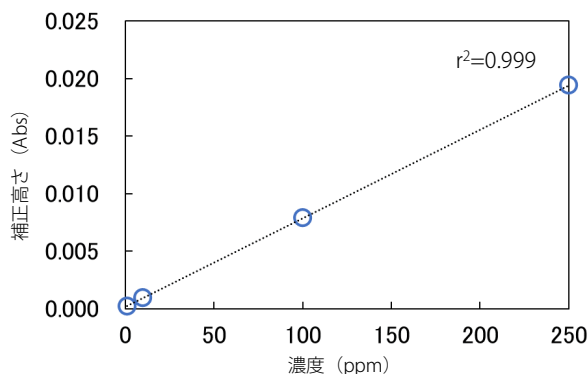


図8 n-ヘキサンに溶解させたPDMS (1~250 ppm) のスペクトルから求めた検量線

なお、今回は9回反射ATR法にて定量分析を実施しましたが、1回反射ATR法では滴下した試料がプリズム外に流出することで、定量精度が悪くなる可能性があります。

### ■ まとめ

IRXrossを用いてn-ヘキサン中に溶解させた低濃度PDMSの測定を行いました。濃縮ATR法を用いれば、溶媒の影響を受けることなく、溶質の測定が可能です。また、多重反射ATRを用いれば、より低濃度試料の測定が可能になります。

IRXrossではクラス最高のS/N比を持つため、非常に微小なピークも測定できます。

IRXrossは、株式会社島津製作所またはその関係会社の日本およびその他の国における商標です。