



近赤外線領域における 高光学密度 (最大 8 Abs) の測定

アプリケーションノート

著者

Andrew R. Hind PhD* and Jan Wuelfken PhD**

* Agilent Technologies, Inc. UK.

** Agilent Technologies, Inc. Germany.

概要

レーザー保護メガネの製造に用いられる材料の光学密度を近赤外 (NIR) 領域で測定しました。保護メガネの設計におけるレーザー波長と一致する波長範囲でレンズ材料を測定しました (InGaAs, 980 nm, Nd:YAG, 1064 nm)。測定前に、光学密度が判明している種々のフィルタを用いて、分光光度計の測光性能を検証しました。フィルタを追加するという手法を用いることで、近赤外線 (NIR) 領域の 1200 nm で最大 8 吸光度単位 (Abs) まで測光範囲、精度、直線性が実証されました。

はじめに

NIR 領域での高光学密度 (吸光度) の測定は、急速に拡大するバイオフォトニクス分野や、高品質サングラスの製造などのアプリケーションに携わる科学者やエンジニアにとって、きわめて重要となります。高光学密度の測定が重要となる他の分野としては、バンドパスフィルタ、ブロックフィルタ、カットオフフィルタの設計、製造、バリデーション、過マンガン酸カリウム¹ などの吸光度の高い溶液の定量分析やシトクローム P450² などを含む濁度サンプルの測定などがあります。高光学密度の測定を可能にする主な要因は、分光光度計の測光精度、直線性、ダイナミックレンジです。

光学密度や濃度が上昇するにつれ、分光光度計がどれだけ正確に吸光度を測定できるかは光学的直線性で決まります。直線性の低い分光器だと、例えば検量線は、吸光度が高い場合に直線性から逸脱する可能性があり、分光器の測光範囲や高光学密度の測定精度が低下します。直線性に加えて測光精度も、分光光度計が指定の光学密度や吸光度を正確に測定する能力に影響します。



Agilent Technologies

測光精度と直線性は、正確かつ精密な測定が要求される場面で不可欠です。同様に、分光光度計が直線性を維持する範囲も重要です。これは直線ダイナミックレンジと呼ばれ、吸光度と濃度が正比例している範囲と従来から定義されています³。ダイナミックレンジが広い直線範囲であれば、サンプルを幅広い濃度 (光学密度) で測定でき、サンプルの分析時間や前処理 (希釈) 時間を大幅に短縮できます。このアプリケーションノートでは、レーザー保護メガネの製造に用いられる材料の光学密度を NIR 領域で測定しました。サンプル測定に先立って、光学密度が判明しているフィルタを用いて、分光光度計の測光性能を検証しました。今回、フィルタを追加するという手法を用いることで、NIR 領域の 1200 nm で最大 8 Abs まで測光範囲、精度、直線性を実証しました。測光精度、直線性、測光範囲の実証後、対象のレンズ材料を NIR 領域の適切な波長で測定しました。

理論

「フィルタを追加する」手法により、高価な較正用標準試料を使わずに、分光光度計の測光直線性と測光範囲を直接的かつ低コストで測定することができます。電磁スペクトルの可視領域に適用したこの手法の詳細は、参考文献⁴で紹介されています。今回の分析では、NIR 領域に同じ原理を適用し、サンプル分析に先立って測光性能を確認しました。

適切な場合にはリアビームアッテネータ (RBA) を用いました。RBA が有用となるのは、サンプルビーム内の装置 (またはサンプル) により、光が大幅に減衰する場合です。そうした状況では、リアビームを減衰させることにより分光器のダイナミックレンジが大幅に広がります。これは、検出器がまったく異なる 2 つのシグナル (または光の強度) を「区別」しないためです。一般的に RBA が用いられるケースとしては、光学密度フィルタの透過率を測定する場合、光線を制限するサンプルホルダやアクセサリを補正する場合、吸光度の高いサンプルを測定する場合などがあります。次に示すタイプのメッシュフィルタか、あるいは全自動の Cary リアビームアッテネータ⁵ を使えば、RBA に対応することができます。

分析方法

(部品番号は参考文献 6 をご覧ください)

装置

- Agilent Cary 6000i UV-Vis-NIR 分光光度計
- ロックダウン式固体サンプルホルダおよびロックダウン式キュベットホルダ
- 減衰リファレンスビーム用メッシュフィルタキット

プロトコル

ロックダウン式固体サンプルホルダおよびロックダウン式キュベットホルダを用いて、ロックダウンプレートをサンプルビーム内の光学ルールとサンプルスライドおよびリファレンスビーム内のキュベットベースで調整しました。光学ルールとサンプルスライドを用いてフィルタとサンプルを取り付け、リアビームアッテネータ (RBA) のプラットフォームとしてキュベットベースを使用しました。これには、V-ホルダとメッシュフィルタを用いました (減衰リファレンスビーム用メッシュフィルタキット⁶)。すべてのフィルタとサンプル測定に約 3.5 A の RBA を用いました。独立した UV-Vis と NIR 制御を用いて測定しました (UV-Vis での固定したスペクトルバンド幅、NIR 領域での種々のスペクトルバンド幅)。次に装置パラメータを示します (記載した時間より長いシグナル平均時間を使用した場合もあります)。

- UV-Vis: 5 nm SBW、データ間隔 1 nm、シグナル平均化時間 0.1 秒
- NIR: データ間隔 3 nm、シグナル平均化時間 0.3 秒、エネルギー 3.00

すべての測定は、フルスリット高を用いてのダブルビームモードで実施しました。すべての測定で、ベースライン補正 (ゼロ / ベースライン補正) を用いました。

目標の波長範囲で、1 ~ 3 Abs の公称吸光度を持つフィルタを用いて、フィルタの追加実験をしました (すべてのフィルタは Schott 社 (www.schott.com) 製です)。1 回の測定ごとのフィルタの位置と移動には、特に注意を払いました。2 枚のフィルタを追加する場合、1 枚目のフィルタを測定した後、2 枚一緒に測定し、次に 2 枚目のフィルタを測定しました (1 枚目のフィルタは慎重に取り外しました)⁴。3 枚のフィルタを追加する場合も同様の方法を使用しました。

結果と考察

図 1 に、フィルタ追加実験の測定結果を示します。2 枚のフィルタの追加では、測定した NIR 波長範囲全体において、実測値と予測値で優れた相関性が示され、1248 nm における最大吸光度は 7.19 Abs でした。3 枚のフィルタを追加、すなわち約 1 Abs の吸光度を追加する場合、実測値と予測値で良好な相関性があり、1208 nm における最大吸光度は 8.10 Abs でした。

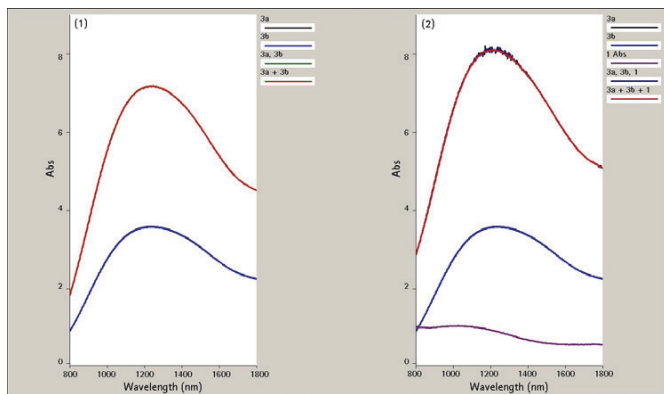


図 1. フィルタの追加実験の測定結果:

(1) 2 枚のフィルタ追加、最大吸光度 7.19 Abs (1248 nm)、

(2) 3 枚のフィルタ追加、最大吸光度 8.10 Abs (1208 nm)。

それぞれ、赤の線がフィルタの各スペクトルを加算した結果で、合わせたフィルタ測定の実測値と重ねています。

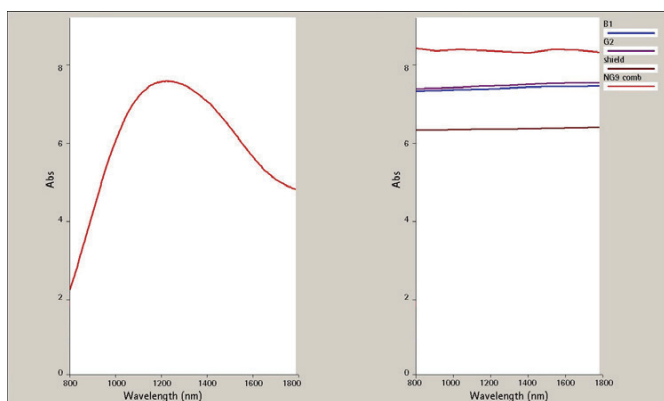


図 2. 高光学密度サンプルの分析

(左) 高光学密度レンズ材料 (1230 nm で最大吸光度 7.45 Abs)、

(右) 2 枚のプラスチックと 2 枚のガラスレンズ材料、1064 nm で使用 (Nd:YAG)

3 枚のフィルタを合わせて測定した場合の明らかなノイズは、最大吸光度付近の光のスループットが非常に低いことを示しています。しかし、3 枚のフィルタを合わせて測定したスペクトルのプロファイルは、3 枚のフィルタをそれぞれ測定して加算したものと本質的に同一です。予測プロファイルに対するノイズは対称に分布しており、シグナル平均化 (取り込み) 時間を長くすると最小限に抑えられる可能性があります。

今回のフィルタ追加実験は徹底的なものではありませんが、この分光光度計が優れた測光精度を備え、最大 8 Abs の光学密度を正確に測定できることを確認できました。続いて、フィルタ測定で使用したパラメータと同様のパラメータを用いて高光学密度サンプルを分析しました。この結果を図 2 および図 3 に示します。

得られたスペクトルは調査した波長と吸光度範囲において、優れた S/N 比を示しています。さらに、このことより、この分光光度計が高光学密度を正確に測定できることが明らかに示されています。

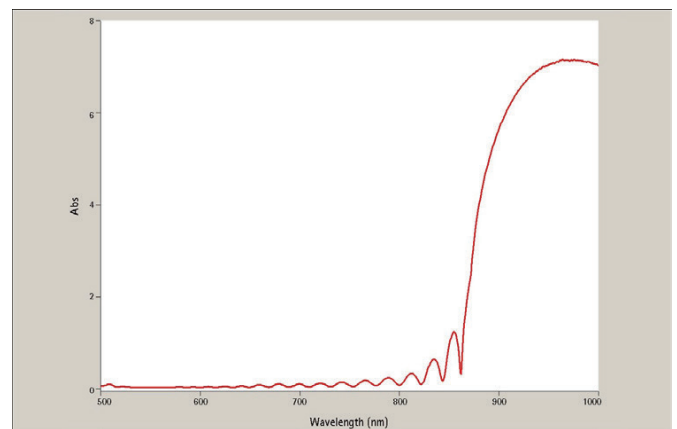


図 3. 波長範囲 900 ~ 1100 nm で使用するブロッキングフィルタ (例、980 nm で使用する InGaAs レーザー) の可視-NIR スペクトル。

964 nm における最大吸光度 7.16 Abs

結論

フィルタを追加する手法により、Cary 6000i UV-Vis-NIR 分光光度計の優れた測定範囲、精度、直線性が実証されました。最大吸光度範囲が 7 ~ 8 Abs の複数サンプルのスペクトルを同じ分光器を用いて容易に測定できました。

謝辞

有益な議論とこのアプリケーションノートに記載したフィルタやサンプルを提供して下さった Rupp + Hubrach GmbH 社 (バンベルク、ドイツ) の Murad Abu-Asal 氏に感謝します。

参考文献

1. 'The Linear Dynamic Range of the New Generation Cary 4000, 5000 and 6000i spectrophotometers', Data Sheet, www.agilent.com.
2. Josephy, D and Logan, D., 'A whole cell assay for spectroscopic measurement of recombinant cytochrome P450 expression in bacteria', UV-Vis-NIR At Work No.87, www.agilent.com.
3. Hind, A.R., 'To improvements in spectrophotometry', American Laboratory, 34(24) 2002 32.
4. 'Photometric Linearity Range of the New Generation Cary 4000/5000/6000i spectrophotometers', Data Sheet, www.agilent.com.
5. Cary リアビームアッテネータアクセサリ、部品番号 00 100441 00
6. 部品番号:

製品	部品番号
Agilent Cary 6000i UV-Vis-NIR 分光光度計*	G9826AA
減衰リファレンスビーム用メッシュフィルタキット	9910047700 と 218006500
Cary WinUV 分析パックソフトウェア	85 101950 00

*Cary WinUV ソフトウェア、ロックダウン式固体サンプルホルダおよびロックダウン式キュベットホルダ付

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンター

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っていません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2011, 2018

Printed in Japan, March 1, 2018

SI-A-1204JAJP



Agilent Technologies