

## 金属成膜石英フィルタを用いた 近赤外領域の測光精度の評価

Agilent Cary 7000 UV-Vis-NIR 分光光度計の  
測定値とトレース可能な参照物質値の比較



### 著者

Wesam Alwan, Travis Burt  
Agilent Technologies, Inc.

### 概要

紫外可視近赤外分光分析技術により、幅広いアプリケーションで固体および液体の分析対象物の迅速かつ正確な特性解析が可能になります。高品質の測定を実現するために、認定標準物質を使用して分光光度計の測光精度を検証できます。これらの測定は通常、世界の薬局方の要件に応じて、UV-Vis 領域で行われます。ただしこの技術概要では、Agilent Cary 7000 多角度可変自動測定分光光度計 (UMS) の近赤外 (NIR) 領域での測光精度 (吸光度) を、3 つの金属成膜石英フィルタ標準物質を使用して評価します。

## はじめに

分光光度計の測光精度は、吸光度値と濃度が既知である認証標準物質を測定し、測定された吸光度をそれぞれ特定の波長における標準物質の吸光度値と比較することによって決定できます。測光精度が低いと結果が不正確になります。

透過測定では、分光光度計の測光応答はランベルト・ベールの法則に従います。この法則（式 1）によれば、吸光度とサンプル濃度の間には直線関係が成り立ちます（図 1 を参照）。吸光度と濃度の間の関係は単純な直線となり、紫外-可視-近赤外（UV-Vis-NIR）光の測定が比較的簡単です。このため UV-Vis-NIR 分光法は数多くの日常的な定量分析法の基本的なツールになっています。

### 式 1.

$$A = \epsilon bc$$

A = 吸光度

$\epsilon$  = モル吸光係数 ( $M^{-1}cm^{-1}$ )

b = 光路長 (cm)

c = 濃度 (M)

米国薬局方 (USP) および欧州薬局方 (Ph.

Eur.) のガイドラインは、UV-Vis 分光光度計の分析性能が分析の意図された動作範囲に適していることを確認する方法について説明しています。これらのガイドラインは、主に UV-Vis 領域の測光精度について述べています。1 Abs 未満および 1 Abs を超える測定の場合、吸光度の精度は、測定された吸光度のそれぞれ  $\pm 0.01\%$  および  $\pm 1\%$  であることが求められています。<sup>1,2</sup>

この技術概要では、金属成膜石英フィルタ標

準物質を使用して、Cary 7000 多角度可変自動測定分光光度計 (UMS) の NIR 領域の測光 (吸光度) 精度を評価します。

## 実験方法

### 装置構成

Cary 7000 UMS 紫外可視近赤外装置を使用して、表 1 に示す操作パラメータを用いて NIR 領域の測光精度を評価しました。

さまざまな透過特性を持つ固体フィルタ標準

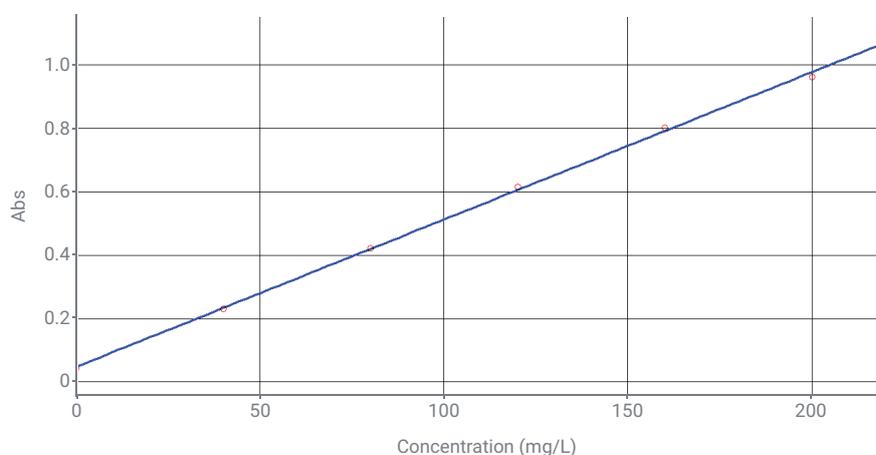


図 1. ランベルト・ベールの法則は、溶液の吸光度とその溶液の濃度の間に直線関係が成り立つことを示しています。

表 1. NIR 領域の測光精度評価に使用される Agilent Cary 7000 UMS の操作パラメータ

パラメータ	設定値
波長範囲	1,000 ~ 3,000 nm
信号平均化時間	0.1 秒
データ間隔	1 nm
スペクトルバンド幅	自動 (nm)
スリット高さ	フル
測定回数 (n)	報告された結果は、フィルタ標準物質の 3 回の連続測定の平均です。
サンプル	1 %T (2 Abs)、3 %T (1.5 Abs)、および 50 %T (0.3 Abs) の金属成膜溶融石英フィルタ標準物質

物質 (RM) を使用して、NIR 領域での Cary 7000 の測光精度を評価しました。金属成膜石英 NIR リファレンスセット、1 %T (~ 2 Abs)、3 %T (~ 1.5 Abs)、50 %T (~ 0.3 Abs) は、Starna Scientific Ltd (製品番号 RM-NQ1NQ35NQ、図 2) から購入しました。フィルタ RM は、NIST 標準参照物質 (SRM) 2031a (UV-Vis 波長用) および NIR 波長用のカナダ国立研究評議会 (NRC) の一次認証標準物質 (CRM) にトレース可能です。フィルタは、分光光度計の入射ビームに対して 0 度に向けられ、光学サンドイッチ構成になっています。この設計により、金属成膜石英フィルタからの内部反射効果によって引き起こされることが多いフリッジが最小限に抑えられます。<sup>3</sup>

## 結果と考察

NIR 金属成膜石英 RM を、表 1 に記載の操作パラメータを使用して Cary 7000 によって測定しました。NIR 領域の測光精度を評価するために、各フィルタの認定波長 1,100、1,700、2,210、2,500、2,800 nm での吸光度を測定しました。測定値を認証値と比較し、それに従いパーセント誤差を計算しました。表 2 に示すように、測定された吸光度と認定された吸光度の値の間の誤差は、すべてのフィルタと測定波長で 1 % 未満であり、NIR 測定での Cary 7000 の測光精度が確認されました。データは、図 3 (透過率) と図 4 (吸光度) にも示されています。Cary 7000 によって、各フィルタ RM の 3 つの測定の良好な再現性も達成されました。2 Abs フィルタ標準物質の代表的な再現性データを図 5 (透過率) と図 6 (吸光度) に示します。



図 2. Agilent Cary 7000 UMS の NIR 測光精度テストに使用される金属成膜石英フィルタ。写真は StarnaScientific Ltd の許可を得て複製したものです。

表 2. 3 つの NIR 金属成膜石英フィルタ標準物質を使用した測光精度。ブランクとして空気を使用し、Agilent Cary 7000 UMS を使用した測定中にリファレンスビームを遮らないようにしました。

波長 (nm)	認証値 (Abs)	フィルタの不確かさ (Abs)	Cary 7000 の値 (Abs, n = 3)	測定値と認証値の差 (Abs)	パーセント誤差 (%)
<b>金属成膜石英フィルタ 0.3 Abs (50 %T)</b>					
1,100	0.3688	±0.0025	0.3694	0.0006	0.1894
1,700	0.3709	±0.0025	0.3716	0.0007	0.2153
2,210	0.3676	±0.0025	0.3680	0.0004	0.1265
2,500	0.3665	±0.0025	0.3665	0.0000	0.0045
2,800	0.3786	±0.0025	0.3811	0.0025	0.6704
<b>金属成膜石英フィルタ 1.5 Abs (3 %T)</b>					
1,100	1.5371	±0.0058	1.5390	0.0019	0.1295
1,700	1.5068	±0.0058	1.5086	0.0018	0.1216
2,210	1.5064	±0.0058	1.5074	0.0010	0.0699
2,500	1.5124	±0.0058	1.5127	0.0003	0.0237
2,800	1.5291	±0.0058	1.5370	0.0079	0.5210
<b>金属成膜石英フィルタ 2 Abs (1 %T)</b>					
1,100	1.6564	±0.0059	1.6591	0.0027	0.1638
1,700	1.6254	±0.0059	1.6279	0.0025	0.1577
2,210	1.6274	±0.0059	1.6284	0.0010	0.0617
2,500	1.6347	±0.0059	1.6349	0.0002	0.0179
2,800	1.6521	±0.0059	1.6576	0.0055	0.3347

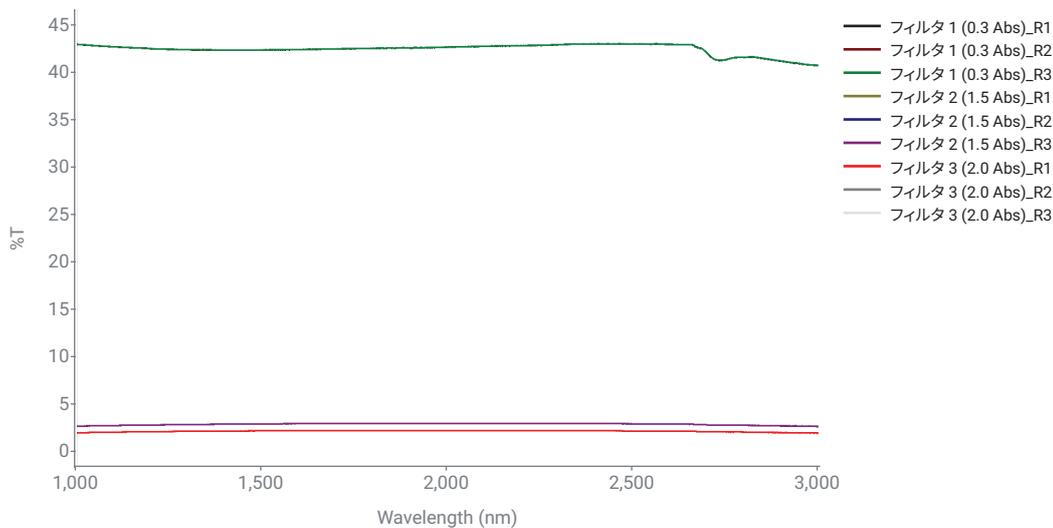


図 3. Agilent Cary 7000 UV-Vis-NIR システムを使用して透過率を測定した 3 つの金属成膜石英フィルタのスペクトル (n = 3)。各フィルタの 1,100、1,700、2,210、2,500、2,800 nm での吸光度値を記録し、認定参照値と比較しました。

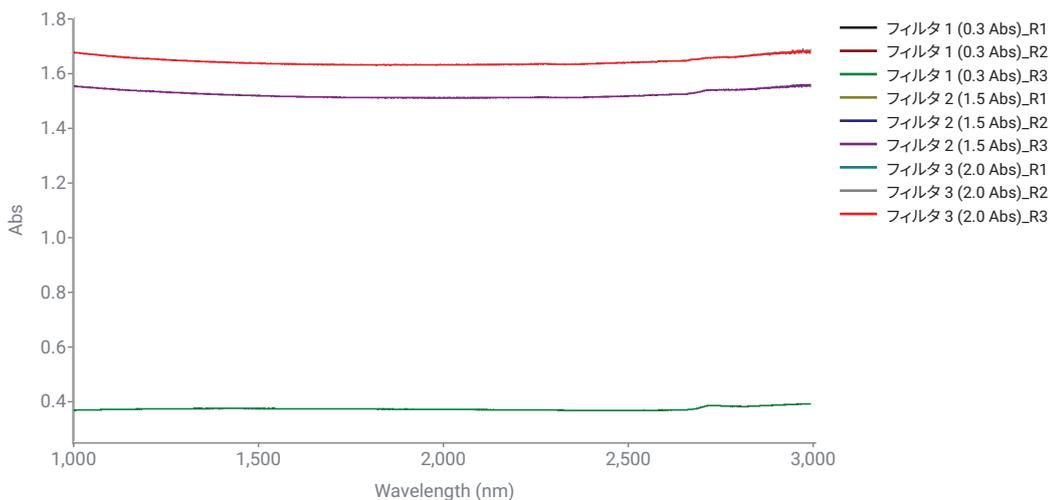


図 4. Agilent Cary 7000 UV-Vis-NIR システムを使用して吸光度を測定した 3 つの金属成膜石英フィルタのスペクトル (n = 3)。各フィルタの 1,100、1,700、2,210、2,500、2,800 nm での吸光度値を記録し、認定参照値と比較しました。

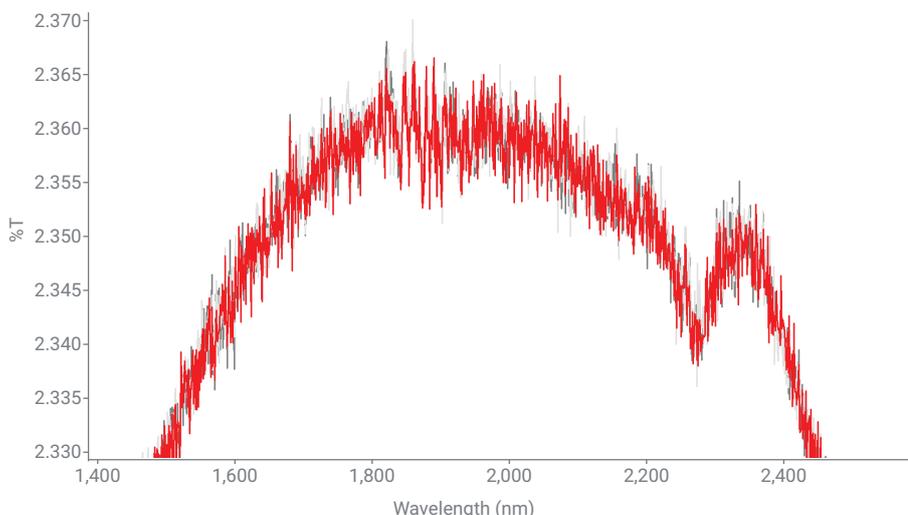


図 5. Agilent Cary 7000 UV-Vis-NIR システムで透過率を測定した 2 Abs フィルタの拡大部分。再現性があることがわかります (n = 3)。

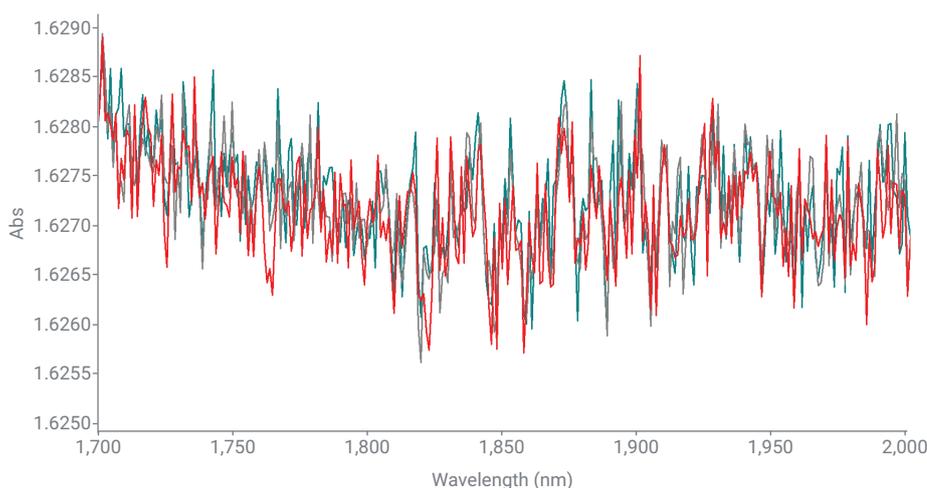


図 6. Agilent Cary 7000 UV-Vis-NIR システムで吸光度を測定した 2 Abs フィルタの拡大部分。再現性があることがわかります (n = 3)。

ホームページ

[www.agilent.com/chem/jp](http://www.agilent.com/chem/jp)

カスタムコンタクトセンタ

0120-477-111

[email\\_japan@agilent.com](mailto: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おりません。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。

DE44836828

アジレント・テクノロジー株式会社  
© Agilent Technologies, Inc. 2022  
Printed in Japan, May 26, 2022  
5994-4950JAJP

## 結論

Agilent Cary 7000 UV-Vis-NIR 分光光度計の測光精度を、0.3 ~ 2 Abs の範囲で 3 つの金属成膜石英フィルタ標準物質を測定することにより、NIR 領域でテストしました。すべての波長で優れた精度と再現性を示す結果が得られました。フィルタで測定された吸光度と認定された吸光度の値の間の誤差はすべて 1 % 未満でした。

トレース可能な参照物質を使用し、動作吸光度範囲全体で分光光度計の測光精度と再現性をテストすることで、最終データの品質に信頼性を持たせることができます。

## 参考文献

1. UV-Vis による医薬品分析：USP Chapter <857> および欧州薬局方 (Ph. Eur. Chapter 2.2.25) への準拠, Agilent publication, [https://www.agilent.com/cs/library/applications/application\\_pharmacopeia\\_uv-vis\\_cary3500-5994-1188ja-jp\\_agilent.pdf](https://www.agilent.com/cs/library/applications/application_pharmacopeia_uv-vis_cary3500-5994-1188ja-jp_agilent.pdf)
2. Agilent Cary 3500 UV-Vis 分光光度計の 3 Abs 以上の測光精度と直線性, Agilent publication, <https://www.agilent.com/cs/library/technicaloverviews/public/techoverview-linearity-accuracy-cary3500-uv-vis-5994-3931ja-jp-agilent.pdf>
3. Metal On Quartz Filters for NIR Photometric Accuracy, accessed May 2022, <https://www.starna.com/nir-absorbance/metal-on-quartzfilters-for-nir#description-anddiscussion>