

積分球を使用した反射測定 —酸化アルミニウム標準白色板の利用—

固体試料や懸濁した液体など、散乱性のある試料測定では、一般的に積分球が使用されます(図1)。積分球は球形で、内壁が硫酸バリウムなど反射率の高い光散乱素材で作られており、取り込んだ光(測定光)を散乱させ均一にする効果があります。これにより散乱性のある試料を測定する場合も、試料からの透過光や反射光を高精度で検出することができます。

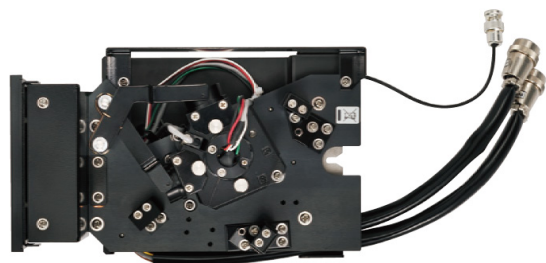


図1 積分球付属装置 (ISR-603)

積分球を用いると、標準白色板の反射率を基準として、試料の相対反射率が測定できます。標準白色板には一般に粉体の硫酸バリウム(BaSO_4)を押し固めたものが使用されますが、 BaSO_4 に含有される水分が吸収をもち、測定結果に影響を与えます。こちらについての詳細は、アプリケーションニュース No. A639 をご参照ください。

上記に記載した BaSO_4 の欠点を補う素材として、フッ素樹脂系標準白色板と酸化アルミニウム(Al_2O_3)があります。フッ素樹脂系標準白色板は、紫外域から近赤外領域の広範囲にわたって高い反射特性をもちますが、高価な素材であり、汚れた場合には再研磨や交換が必要です。一方、 Al_2O_3 は安価な粉末試薬で、汚れた場合には詰め替えが容易であり、かつ近赤外領域において高い反射特性を有します。

本稿では Al_2O_3 、 BaSO_4 、フッ素樹脂系標準白色板を使用して、紫外可視近赤外分光光度計 UV-3600i Plus と積分球付属装置 ISR-603 により測定した反射率スペクトルを比較しました。

A. Goto

■ 標準白色板による反射率の違い

窓板付きの粉末試料ホルダに Al_2O_3 および BaSO_4 をそれぞれ詰めて、測定しました。図2に粉末試料ホルダと粉末試料ホルダ支持台を示します。測定は、粉末試料ホルダを粉末試料ホルダ支持台に設置して行います。

Al_2O_3 のように、固まりにくい粉末を標準の粉末試料ホルダに詰めた場合、測定時に試料がこぼれ落ちる可能性があります。一方、オプションの窓板付き粉末試料ホルダは試料の脱落を防止できるため、安心して測定が行えます。

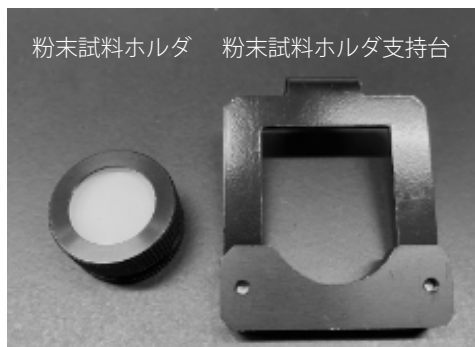


図2 粉末試料ホルダと粉末試料ホルダ支持台

測定条件を表1に、フッ素樹脂系標準白色板を基準としたときの Al_2O_3 および BaSO_4 の相対反射率スペクトルを図3に示します。

表1 測定条件

使用装置	: UV-3600i Plus、ISR-603
測光値	: 反射率
測定波長範囲	: 400~2200 nm
スキャン速度	: 中速
データ間隔	: 1.0 nm
スリット幅	: (20) nm
光源切替波長	: 310 nm
検出器切替波長	: 830 nm、1650 nm

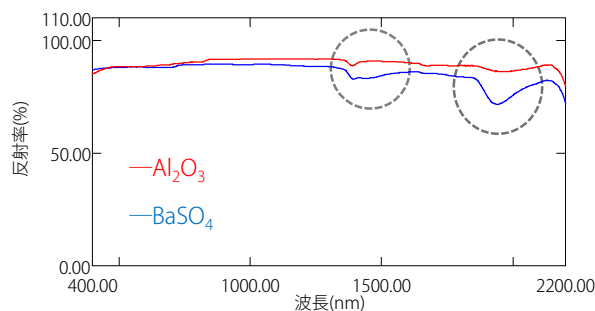


図3 Al_2O_3 および BaSO_4 の相対反射率スペクトル
(標準白色板: フッ素樹脂系標準白色板)

図3において点線で囲んだ 1500 nm、2000 nm 付近に着目すると、 BaSO_4 は、含有される水分に由来した吸収をもちますが、 Al_2O_3 は吸収をほとんどもたないことが明瞭に確認できます。

■各標準白色板を用いた反射測定

標準白色板として Al_2O_3 、 BaSO_4 、フッ素樹脂系標準白色板を使用し、布 2 種類の反射率スペクトルを比較しました。図 4 に布 A、B の写真を示します。窓板付き粉末試料ホルダに標準粉末を充填してベースライン測定する場合は、試料測定も同条件で実施する必要があります（窓板付き粉末試料ホルダを使用）。

ここでは図 5 に示すように、円形に切った布を粉末試料ホルダに入れ、スペーサとしてゴム板を挿入することにより試料をしっかりと固定しました。測定条件は表 1 と同様です。

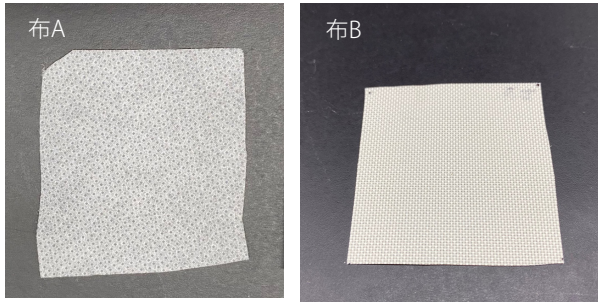


図 4 布 A、B の写真

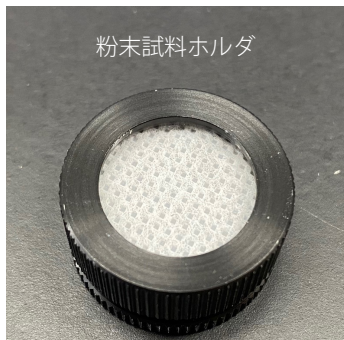
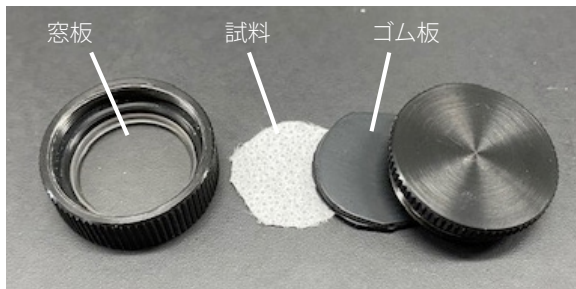


図 5 布を保持した粉末試料ホルダ

各標準白色板を使用して測定した布 A および布 B の反射率スペクトルを図 6、7 に示します。

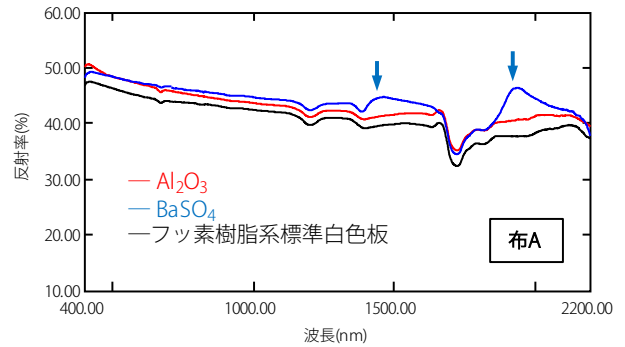


図 6 布 A の反射率スペクトル

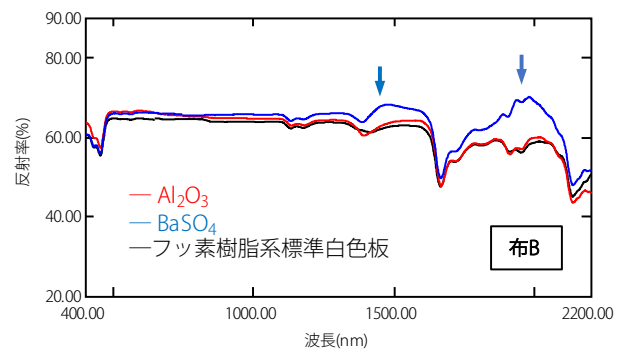


図 7 布 B の反射率スペクトル

図 6、7 に青矢印で示すように、標準白色板として BaSO_4 を使用した反射率スペクトル（青線）は、 Al_2O_3 およびフッ素樹脂系標準白色板を用いた場合と比較して、1500 nm、2000 nm 付近の波形が顕著に異なりました。これは BaSO_4 に含まれる水分の吸収が影響しているためです。一方で Al_2O_3 、フッ素樹脂系標準白色板を使用した反射率スペクトルは同等の波形を示し、上記のような水分の影響を受けずに測定することができました。

■まとめ

本稿では Al_2O_3 、 BaSO_4 、フッ素樹脂系標準白色板を使用して測定した反射率スペクトルを比較しました。

標準白色板として一般的に使用される BaSO_4 は、含有される水分が近赤外域で測定値に影響を与えます。一方で Al_2O_3 、フッ素樹脂系標準白色板を使用すると、上記のような水分の影響を受けずに測定ができるとわかりました。ただし、 Al_2O_3 は押し固まりにくいいため、標準白色板とする場合には窓板付き粉末試料ホルダをご使用ください。