

# UV

## TALK LETTER

vol. 11  
April 2013



アプリケーション 固体試料の透過測定 …… P. 2~P. 7

Q&A 紫外可視分光光度計のセルには、石英セル、ガラスセル、ディスポーザブルセルなど  
様々な種類がありますが、どのように使い分ければよいのでしょうか? …… P. 8

## UV TALK LETTER

# アプリケーション=固体試料の透過測定=

紫外可視分光光度計は溶液試料の測定に使用されることが多いですが、固体試料の測定にも用いられます。固体試料の測定の際には必要な付属品、注意すべき点がいくつかあります。今回、固体試料の透過測定について必要な付属品、測定上の注意点について解説します。

### 1.はじめに

透過測定とは試料に光をあてて試料を透過した光を測定する方法です。一般的に透過光は図1に示すように分類されます。

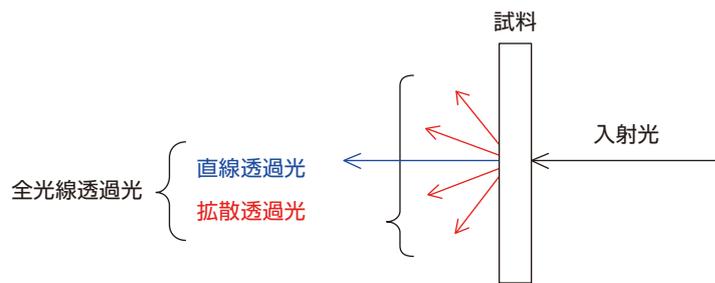


図1 透過光の種類

紫外可視分光光度計では、試料を透過しまっすぐ進む光を測定する「直線透過測定」、試料を透過し試料内で拡散した光を測定する「拡散透過測定」、試料を透過したすべての光を測定する「全光線透過測定」の3種類の測定が可能です。

これらの透過測定方法の特長、測定上注意すべき点は異なります。ここでは実際の試料の測定結果を含めて解説します。今回、透明な試料として「ガラスフィルター」、不透明な試料(白濁した試料)として「オパールガラス」を準備しました。測定した試料の写真を図2に示します。



図2 試料の写真

## 2.直線透過測定

直線透過測定は、試料を透過した光のうち直進した透過光のみを測定する手法です。図3に測定の概要を示します。拡散透過光は検出しない測定法です。

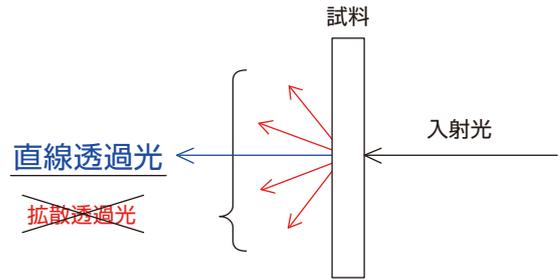


図3 直線透過測定

この測定方法は、一般に約3mm以下の薄い透明なフィルムやガラスの測定などに用いられます。それ以外にも両面反射防止コート（Anti-Reflectionコート/ARコート）において反射を防止していることで試料の透過率が100%に近いことの確認にも使われます。

フィルムホルダを用いると簡単に試料の設置ができます。フィルムホルダの外観を図4に示します。

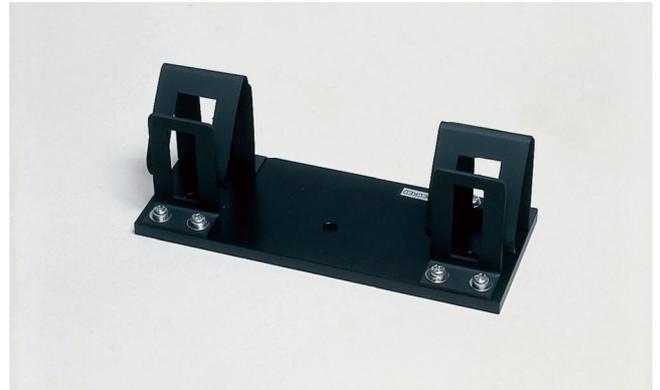


図4 フィルムホルダ外観

実際の試料の測定においては、フィルムホルダを標準試料室に設置します。次にベースライン補正を行います。ベースライン補正は、一般に“何も無い状態（空気/Air）”で行います。ベースライン補正完了後、サンプルを試料側に設置して試料測定を行います。図5にフィルムホルダを真上から見たときの試料設置位置を示します。

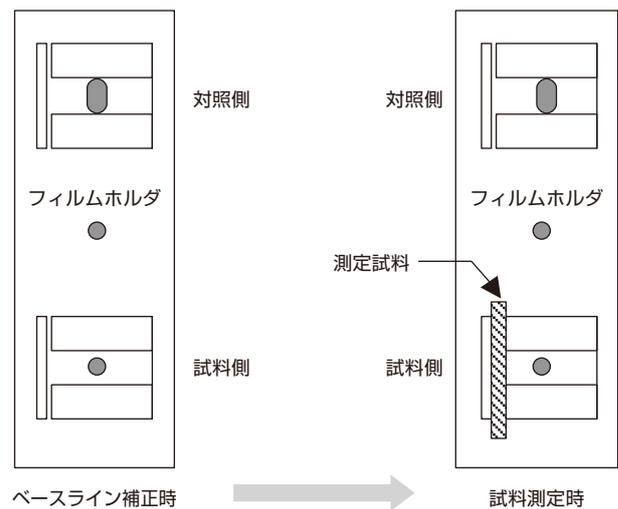


図5 直線透過測定 試料設置位置

# アプリケーション=固体試料の透過測定=

ガラスフィルターとオパールガラスの測定結果を図6に示します。ガラスフィルターのような透明試料のスペクトルは透過特性がはっきり現れています。オパールガラスのような不透明試料

(白濁した試料)は、拡散透過光が多く直線透過光が非常に少ないためほとんど透過率が0%となっています。

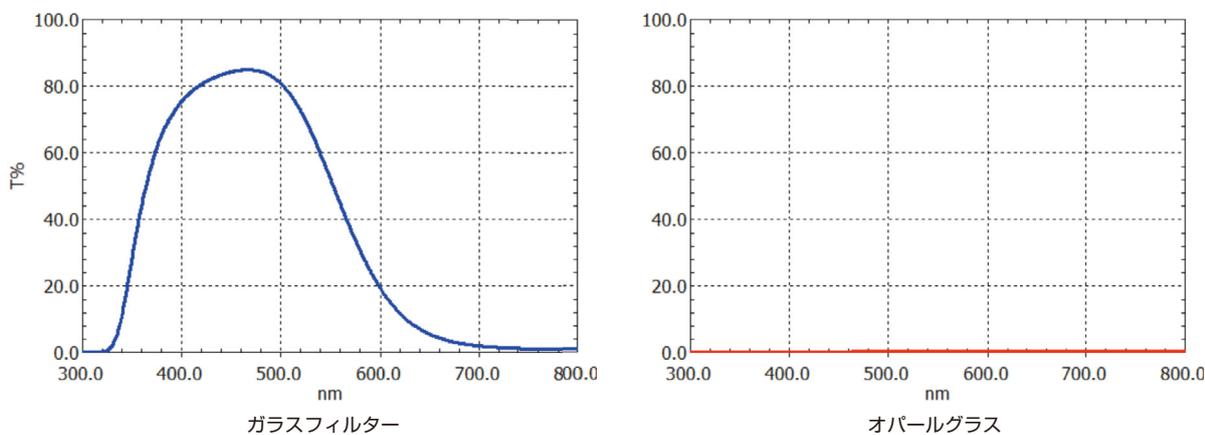


図6 直線透過測定 測定結果

直線透過測定は比較的容易に測定できますがいくつか注意すべき点があります。ひとつが試料の厚さです。試料厚さが約3mm以上の場合ベースライン補正の時と試料測定時とで集光焦点位置が大きく変化します。これにより検出器受光面における光束サイズが変わり正確な透過率は得られなくなります。この光束サイズの変化は空気と試料の屈折率差により起きます。十分に薄い透明試料の場合には光束サイズの変化は小さく測定上問題になりません

が、試料の厚さが厚くなると影響を無視できなくなります。図7に光束の変化の概要を示します。このような厚い試料の場合は、後述する積分球を用いた全光線透過測定が適しています。その他にもレンズのような試料の場合、試料厚さが薄くても、集光焦点位置がベースライン補正時と大きく変化するため正確な透過率は得られません。この場合も同様に全光線透過測定が適しています。

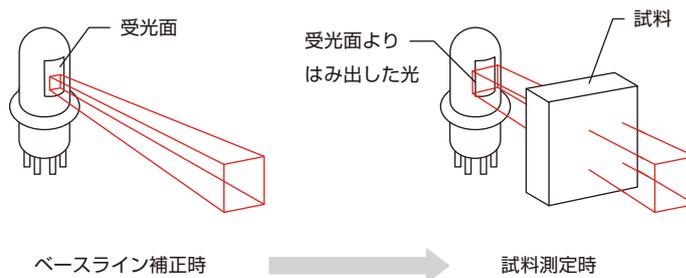


図7 厚い試料、レンズを測定する場合の光束の変化

また直線透過測定では、不透明な試料(白濁した試料)の場合、試料で光が散乱し拡散透過光となるため検出器に到達しない光があります。さらに試料設置位置と検出器までの距離が分光光度計の機種によって異なるため全く同じ試料を測定しても検出器

に到達する拡散透過光量が装置によって異なります。このため装置ごとに違う測定結果が得られることになります。このような試料においても全光線透過測定が適しています。

### 3.全光線透過測定

全光線透過測定は、直線透過光と拡散透過光を合わせた試料を透過したすべての光を測定する手法です。図8に測定の概要を示します。測定には積分球付属装置が用いられます。このため積分球透過測定と呼ばれることもあります。測定に用いる積分球付属装置の一例を図9に示します。

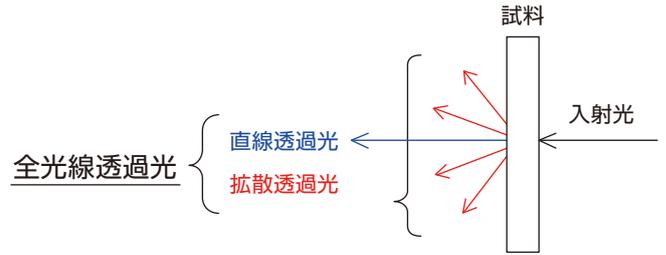


図8 全光線透過測定

全光線透過測定は、不透明な試料(白濁した試料)の透過率測定によく用いられます。また遮光フィルム、紫外線カットフィルムなどの性能評価などにも用いられます。

透明な試料の測定は、試料で拡散する拡散透過光はありませんので直線透過測定と同様のデータが得られます。しかしながら試料厚さが十分に薄い場合、直線透過測定を行った方がノイズの少ないデータが得られます。これは全光線透過測定で用いる積分球では、積分球に入射した多くの光は検出器に捉えられないためです。

測定に用いる積分球にはいくつか種類があります。ひとつは積分球の大きさが異なるものです。一般に、60mmφの積分球が用いられますが150mmφと大きな積分球付属装置もあります。また積分球には透過測定専用の開口部(穴)の数が異なる積分球もあります。この透過形積分球はレンズなどベースライン補正時と試料測定時の集光焦点位置が大きく変わるようなサンプルの測定に適しています。

全光線透過測定の際に注意すべき点としては、測定データの比較があります。異なる積分球で測定した場合に正確なデータの比較ができないことがあります。このようなことは、光を散乱する拡散透過光の多い試料においてよく起きます。ベースライン補正時には積分球に入射した光はまず標準白板に当たった後積分球内面を多重反射し検出器に至ります。一方、試料測定時には最初に積分球内面に当たり検出器に至ります。このように最初に反射する場所の反射率差によってデータに差異が出ることもあるためです。全光線透過率の比較は同一の積分球で測定したデータで行うことをお勧めします。



図9 積分球付属装置の一例 (ISR-2600 Plus)

実際の試料の測定においては、装置に積分球を設置してベースライン補正を行います。ベースライン補正は、一般に“何も無い状態(空気/Air)”で行います。ベースライン補正完了後、試料を設置して測定を行います。図10に積分球を真上から見たときの試料設置位置を示します。

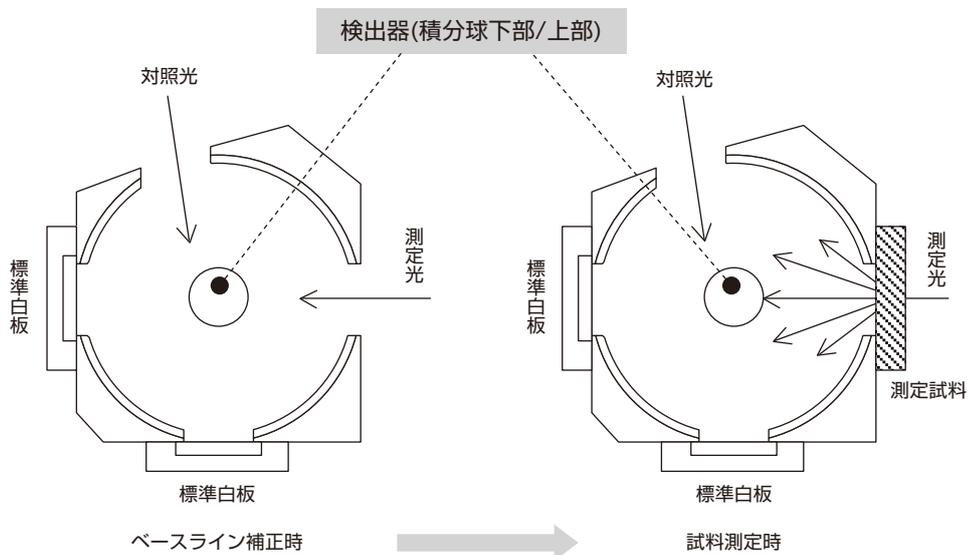


図10 全光線透過測定 試料設置位置

# アプリケーション=固体試料の透過測定=

ガラスフィルターとオパールガラスの測定結果を図11に示します。ガラスフィルターのような透明な試料のスペクトルは直線透過測定とほとんど差がみられません。一方オパールガラスのよ

うな不透明試料は、拡散透過光も検出できるためほぼ0%だった直線透過率と比較して透過率が40%前後と高くなっています。

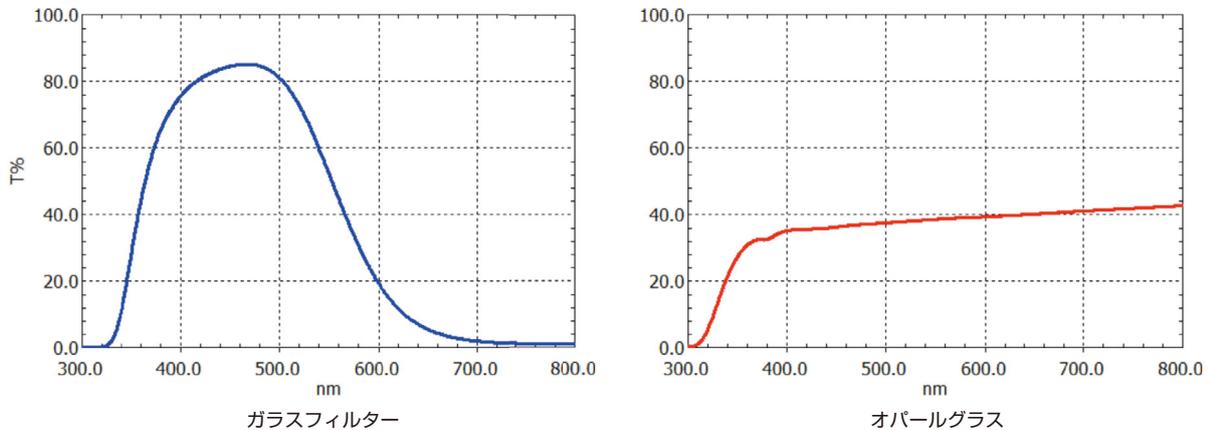


図11 全光線透過測定 測定結果

## 4. 拡散透過測定

拡散透過測定は、試料を透過した光のうち直線透過光以外の拡散透過光を測定する手法です。図12に測定の概要を示します。直線透過光が検出器に入らないようにして測定を行います。

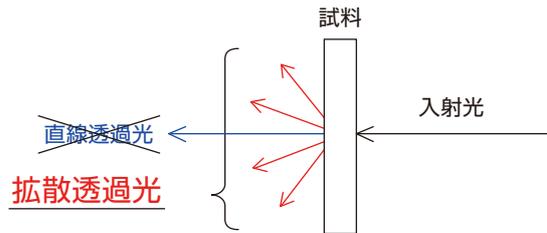


図12 拡散透過測定

拡散透過測定は不透明なフィルムの散乱性能評価などに用いられます。ヘーズ（くもり度）の測定にも用いられますが、JIS規格に沿ったヘーズの測定を行う場合は、光束の大きさ、積分球の開口率や開口の大きさ等が細かく定められていますので、専用の付属装置が必要です。

測定には全光線透過測定と同様、積分球付属装置を用います。ただし少し異なる使い方をします。

実際の試料の測定においては、装置に積分球を設置してベースライン補正を行います。この際標準白板は所定の位置に設置します。ベースライン補正は、一般に“何も無い状態（空気/Air）”で行います。次に試料を設置し、さらに積分球を挟んで対面側の標準白板を取り外した状態で測定します（取り外した場所に光トラップを設置することもあります）。これで直線透過光は積分球の外側に出ていくため、散乱透過光のみ積分球に捉えられます。図13に積分球を真上から見たときの試料設置位置を示します。

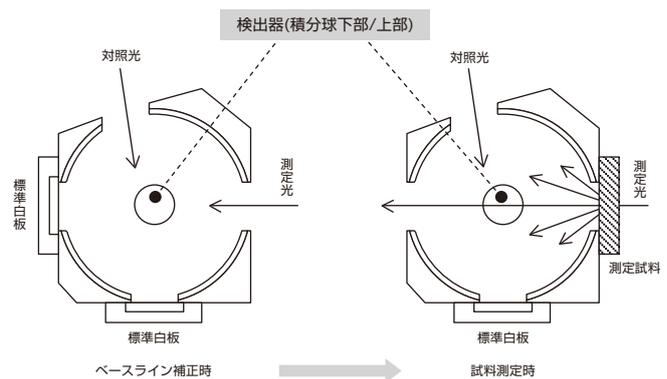


図13 拡散透過測定 試料設置位置

ガラスフィルターとオパールガラスの測定結果を図14に示します。ガラスフィルターのような透明試料のスペクトルは拡散透過光がないためほぼ透過率が0%となっています。逆にオパールグラ

スのような不透明試料は、ほとんど拡散透過光であるため透過率が40%前後と全光線透過率と大きな差がありません。

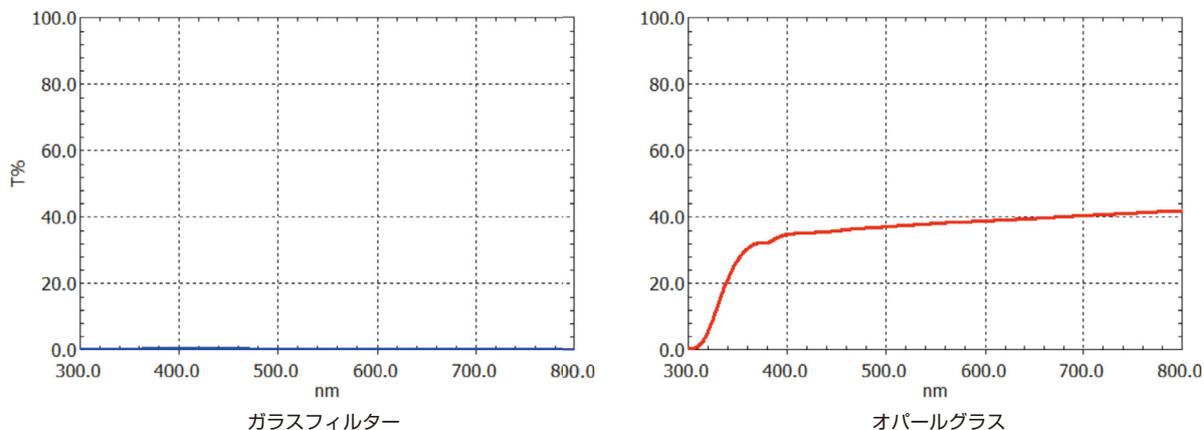


図14 拡散透過測定 測定結果

## 5. ベースライン補正について

固体の透過測定において、ベースライン補正は一般に“何も無い状態（空気）”で行われます。しかしながら基板上的の膜やコーティングだけの透過特性を測定したい場合は、“膜 / コーティングのついていない基板（ブランク基板）”を設置してベースライン補正を行った後、試料測定を行います。この場合には、ブランク基板に大きな吸収がある波長領域で正しい測定結果は得られませんので、ブランク基板の透過特性を確認することも非常に重要です。

## 7. まとめ

今回固体試料の透過測定で行われる3つの測定法についてその特長と測定上の注意点を解説しました。これらの注意点到留意していただくことでより正確な測定結果が得られます。

固体試料の場合、溶液試料ではほとんど行われることのない反射測定がよく行われます。反射測定は透過測定と同様いくつかの測定法があり、それぞれ異なる付属品、特長、注意すべき点があります。これについては機会を改めてご紹介したいと思います。

## 6. 各種透過測定法の関係

全光線透過光から拡散透過光を除いたものが直線透過光となりますが、実際の測定においては直線透過光も広がりをもった状態で検出されます。このため標準試料室での直線透過測定の測定結果と積分球を用いて測定した全光線透過測定と拡散透過測定との差から求めた直線透過率の計算結果が異なることがあります。

# Q

紫外可視分光光度計のセルには、石英セル、ガラスセル、ディスプレイセルなど様々な種類がありますが、どのように使い分ければよいのでしょうか？

# A

最もよく使用されるのは、石英セルとガラスセルです。この二つは測定できる波長範囲に違いがあります。

石英セルは紫外～近赤外(約190nm～2500nm)の広い波長範囲で使用可能です。セルには“S”マークが付いていることが多く、値段は1個数万円と高価となります。

ガラスセルは、ガラスが紫外域の光を透過しないため、約320nm～2500nmと石英セルと比べると使用可能範囲が狭くなります。約320nmより短い波長領域の測定が不要の場合、セル1個数千円と石英セルよりも安いです。セルには“G”マークが付いていることが多いです。

なお、石英セルやガラスセルを用いて測定する場合は、セル個体間の光路長差をなくすために、一連の測定を同一のセルを用い共洗いしながら使用します。吸収スペクトル測定の手順に関しては、[UV TALK LETTER] Vol.3のQ&Aをご参照ください。

ディスプレイセルはプラスチックセル製の使い捨てセルです。上記二つのセルと違い、ディスプレイセルは試料毎に別のセルを使うためセル間の光路長差が出やすく、よい精度のデータを得ることが難しくなります。測定精度が要求されないような場合に使用します。使い捨てですので、セルの洗浄の難しい生体試料等の測定にも有用です。材質がプラスチックのため、有機溶媒などのプラスチックを侵す試料の測定はできませんし、紫外域や近赤外域の光を透過しにくく測定範囲は可視域周辺に限られます。セルには逆三角形のマークが付いていることが多く、値段は1個数十円と安価です。

各セルの190nm～1100nmにおける透過スペクトルを図1に示します。石英セルは紫外域でも光をよく透過することがわかります。各セルの特徴を表1にまとめました。それぞれの特徴を十分に把握してご使用ください。

図1

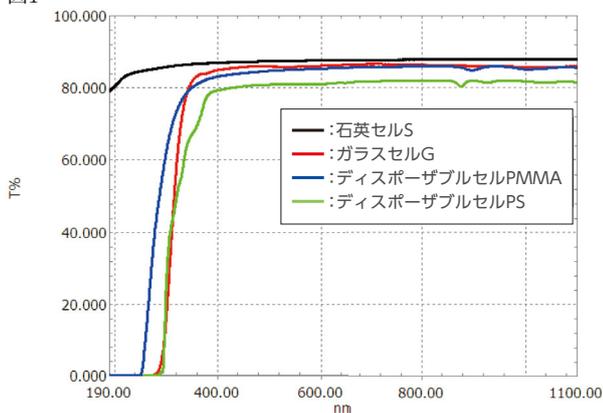


表1

	石英セル	ガラスセル	ディスプレイセル
マーク	S	G	▽
測定可能な波長範囲	約 190～2,500nm	約 320～2,500nm	約 340～900nm (PS <sup>1)</sup> 製 約 300～900nm (PMMA <sup>2)</sup> 製
価格	数万円 / 個	数千円 / 個	数十円 / 個
外観			

- 1) ポリスチレン樹脂
- 2) ポリメタクリル酸メチル樹脂