

逐次赤外分光測定における頑強性評価

Robustness evaluation in sequential infrared spectroscopic measurements

東理大¹ ^{○(PC)}黒川雄太¹, 後藤拓文¹, 石黒孝¹

Tokyo Univ. of Science.¹, ^{○(PC)}Yuta Kurokawa¹, Takumi Goto¹, Takashi Ishiguro¹

E-mail: 8220701@ed.tus.ac.jp

化学反応の多く、そして生命反応は水中で生起する。それらの化学種同定に透過赤外(IR)分光法は有効であるが、時間変化を吸光度として定量的に測定するためには高感度且つ時間的安定性が必要である。我々は数 μm の試料行路長を実現し、水の強いIR吸収を回避した。通常、吸光度: $A(k) = -\log\{I_s(k, t_s, x)/I_0(k, t_0, x)\}$ で算出される。(ここで k は波数、 I_0, I_s は参照光、試料透過光強度、 t_0, t_s は測定時刻、 x は測定位置) すなわち通常の計測では I_0 と I_s は参照試料と測定対象(水溶液)試料を入れ替えて異なる時刻に計測を行う。しかしこの間に装置の光学系、検出器感度などが時間変動するので微弱な変化の定量評価は困難である。そこで $A(k) = -\log\{I_s(k, t, x_s) / I_0(k, t, x_0)\}$ と参照試料と測定試料を独立経路とし、同時刻に計測可能な逐次IR分光計測を具現化し、システムの測定における頑強性(robustness)を評価することを目的とした。

16個の検出素子を搭載したIRT7000(日本分光)に2流路(行路長 $2\mu\text{m}$)のセルを形成し、一方に窒素ガスを他方に試料としての水を流し、 x_0, x_s (図1)にて $I_0(t), I_s(t)$ の同時刻(t)計測を行った。

x_0, x_s における検出器感度を合わせるため、 I_0, I_s の $1400 < k < 1500\text{cm}^{-1}$ 範囲の積分を行い補正係数 C (図2)を求め、補正した。感度補正後の水の吸光度: A は図2に示すように、光学系行路途中に残留する水分子回転に起因する吸収の大部分が相殺されている。

この同時刻評価に比較して、通常測定における水溶液試料入れ替えの典型的所要時間: $\delta\tau = 1[\text{h}]$ として $I_0(t_0), I_s(t_s = t_0 + \delta\tau)$ により吸光度 $\Delta A(t_0, \delta\tau)$ を算出し、 $1500 < k < 1800\text{cm}^{-1}$ 範囲の積分値の時間変化(図3)を求めた。 $t_0 = 0$ は検出器冷却用の液体窒素投入時刻とした。

以上の結果、 $t_0 = 2\text{h}$ 以降は通常の時間差測定評価に比べ、本計測法では装置の時間的ドリフトが相殺され、水溶液吸光度の安定した定量逐次評価が可能である事が示された。

