

근적외선에서 높은 광학 밀도 측정



저자

Andrew R Hind Ph.D.
Agilent Technologies, Inc. UK
Jan Wuelfken Ph.D.
Agilent Technologies, Inc
Germany

개요

레이저 보안경 제조에 사용되는 다양한 재료의 광학 밀도를 NIR에서 결정했습니다. 보안경의 설계 레이저 파장에 해당하는 파장 범위(InGaAs, 980nm 및 Nd:YAG, 1,064nm)에서 렌즈 재료를 측정했습니다. 측정 전에 알려진 광학 밀도의 다양한 필터를 사용하여 분광 광도계의 광도 성능을 검증했습니다. 필터 기술을 추가하여 1,200nm의 근적외선에서 최대 8개의 흡광도 단위까지 광도 범위와 정확도 및 선형성을 입증했습니다.

서론

NIR에서 높은 광학 밀도(또는 흡광도)를 측정하는 일은 빠르게 확장 중인 생체 광자 (biophotonics) 영역부터 디자이너 선글라스 제조에 이르는 응용 분야에서 활동하는 과학자와 엔지니어에게 매우 중요합니다. 높은 광학 밀도의 측정이 중요한 다른 분야에는 밴드패스, 차단 및 컷오프 필터의 설계, 생산 및 검증, 강하게 흡수하는 액체 매질(예: potassium permanganate¹)의 정량 분석, 그리고 혼탁한 생물학적 시료(예: cytochrome P450²을 포함한 시료)의 측정이 포함됩니다. 이러한 높은 광학 밀도를 측정할 수 있으려면 무엇보다도 해당 분광 광도계의 광도 정확도, 선형성 및 측정 범위가 중요합니다.

광도 선형성은 광학 밀도 또는 농도가 증가함에 따라 분광 광도계가 흡광도를 얼마나 정확하게 측정하는지를 결정합니다. 기기의 선형성이 불량하면 높은 흡광도 수준에서 검량선이 선형성 범위를 벗어나 기기의 광도 범위와 높은 광학 밀도 측정의 정확도가 감소할 수 있습니다. 선형성과 함께 광도 정확도는 분광 광도계가 주어진 광학 밀도 또는 흡광도를 얼마나 정확하게 측정하는지를 정의합니다.

광도 측정 정확도와 선형성은 정확하고 정밀한 측정이 필요한 모든 경우에 무엇보다 중요합니다. 분광 광도계 응답이 선형으로 유지되는 범위도 마찬가지로 중요합니다. 이 특성은 선형 측정 범위로 알려져 있으며 전통적으로 흡광도와 농도가 서로 정비례 관계를 유지하는 범위로 정의됩니다³. 선형 측정 범위가 넓으면 광범위한 시료 농도(광학 밀도)를 측정하여 시료 분석과 준비(희석) 시간을 크게 줄일 수 있습니다. 본 연구에서는 레이저 보안경 제조에 사용되는 재료의 광학 밀도를 NIR에서 결정했습니다. 시료 측정 전에 알려진 광학 밀도의 필터를 사용하여 분광 광도계의 광도 성능을 검증했습니다. 이 필터 기술을 추가하여 1,200nm의 근적외선에서 최대 8개의 흡광도 단위까지 광도 범위와 정확도 및 선형성을 입증했습니다. 광도 정확도, 선형성 및 범위를 입증한 후, 해당 렌즈 재료를 근적외선의 적절한 파장에서 측정했습니다.

이론

‘필터 추가’ 기법은 값비싼 보정 표준 없이 분광 광도계의 광도 선형성과 범위를 결정하는 간단하고 경제적인 수단을 제공합니다. 전자기 스펙트럼의 가시 부분에 적용되는 이 방법에 대한 설명은 다른 출처에서 찾을 수 있습니다⁴. 본 연구에서는 시료 분석 전에 광도 성능을 확인하기 위해 NIR에 동일한 원리를 적용했습니다.

적절한 경우 후면 빔 감쇠가 사용되었습니다. 후면 빔 감쇠(RBA)는 시료 빔의 장치(또는 시료)가 광선을 크게 감쇠시킬 때 유용합니다. 이러한 상황에서 후면 빔의 감쇠는 기기의 측정 범위를 상당히 증가시키는데, 검출기가 두 개의 매우 다른 신호(또는 광도)를 ‘보지’ 못하기 때문입니다. RBA가 사용될 수 있는 일반적인 상황에는 고밀도 광학 필터의 투과율 측정, 광선을 제한하는 시료 홀더/액세서리의 보상 또는 (일반적으로) 흡광도가 높은 시료의 측정이 포함됩니다. RBA는 아래에 설명된 유형의 메쉬 필터를 사용하거나 완전 자동 Cary 후면 빔 감쇠기를 사용하여 얻을 수 있습니다⁵.

재료 및 방법

(제품 번호는 참조 6 확인)

장비

- Agilent Cary 6000i UV-Vis-NIR 분광 광도계
- Lockdown 고체 시료 홀더 및 Lockdown 큐벳 홀더
- 레퍼런스 빔 감쇠용 메쉬 필터 키트

프로토콜

Lockdown 고체 시료 홀더와 Lockdown 큐벳 홀더를 사용하여 시료 빔에 광학 레일과 시료 슬라이드가 놓이고 참조 빔에 큐벳 베이스가 놓인 Lockdown 플레이트를 준비했습니다. 광학 레일과 시료 슬라이드는 필터와 시료를 장착하는 데 사용되었으며, 큐벳 베이스는 후면 빔 감쇠(RBA)를 위한 플랫폼을 제공하는 데 사용되었습니다. 이를 위해 V-홀더와 메쉬 필터(레퍼런스 빔 감쇠용 메쉬 필터 키트⁶)를 사용했습니다. 모든 필터와 시료 측정에 ~3.5A의 RBA가 사용되었습니다. 측정은 독립적인 UV-Vis 및 NIR 제어 (UV-Vis의 고정 스펙트럼 대역폭, NIR의 가변 스펙트럼 대역폭)를 사용하여 이루어졌습니다. 지표 파라미터는 다음과 같습니다 (일부의 경우, 더 긴 신호 평균화 시간이 사용됨).

- UV-Vis: 5nm SBW, 1nm 데이터 간격, 0.1초 신호 평균화 시간
- NIR: 3nm 데이터 간격, 0.3초 신호 평균화 시간, 에너지 3.00

모든 측정은 전체 슬릿 높이를 사용하여 ‘이중 빔’ 모드에서 이루어졌습니다. 베이스라인 보정(영점/기준선 교정)은 모든 경우에 사용되었습니다.

필터 실험을 추가하기 위해 원하는 파장 범위에 걸쳐 공칭 흡광도 값 범위가 1에서 3인 필터를 사용했습니다(모든 필터는 Schott에서 제조함; www.schott.com). 측정 사이에 필터 위치 및 이동과 관련하여 특별한 주의를 기울였습니다.

두 개 필터를 추가한 경우, 첫 번째 필터를 측정된 다음 두 개를 함께 측정한 후, 두 번째 필터를 측정했습니다(첫 번째 필터를 주의하여 제거함).⁴ 3개 필터를 추가한 경우에도 방식은 같았습니다.

결과 및 토의

필터 추가 측정 결과를 그림 1에서 볼 수 있습니다. 두 개 필터를 추가한 경우 실제 및 예상 측정 결과는 측정된 전체 NIR 파장 범위에서 우수한 상관 관계를 보여주며, 1,248nm에서 최대 7.19Abs의 흡광도가 측정되었습니다. ~1Abs의 추가 흡광도가 측정된 세 개 필터 추가의 경우, 1,208nm에서 최대 8.10Abs까지 실제와 예상 측정 결과 사이에 마찬가지로 양호한 상관 관계가 관찰되었습니다.

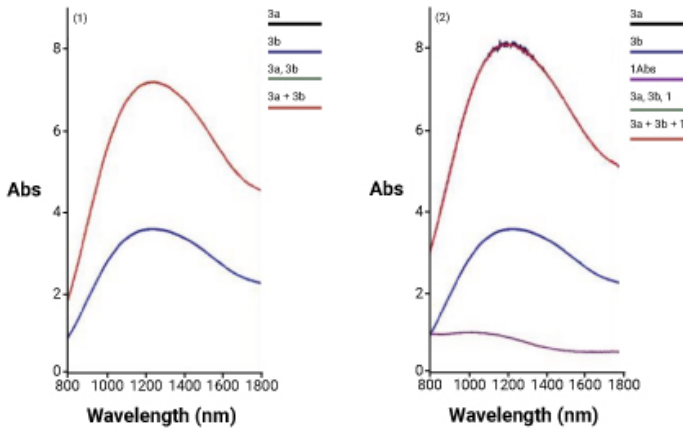


그림 1. 필터 추가: (1) 7.19(1,248nm)의 최대 흡광도를 위한 두 개 필터 추가 및 (2) 8.10(1,208nm)의 최대 흡광도를 위한 세 개 필터 추가. 각각의 경우에 빨간색 트레이스는 개별 필터 스펙트럼을 산술적으로 더한 결과이고 결합된 필터 측정의 스펙트럼에 중첩시켰습니다.

결합된 3개 필터 측정에서 눈에 띄게 나타나는 노이즈는 최대 흡광도 부근에서 광 처리량이 매우 낮다는 것을 나타냅니다. 그러나 측정된 스펙트럼의 프로파일은 본질적으로 세 개의 개별 필터를 산술적으로 더한 프로파일과 동일합니다. 노이즈는 예상 프로파일을 중심으로 대칭적으로 분포되며 더 긴 신호 평균화 (수집) 시간을 사용하여 최소화할 수 있습니다.

완전하지는 않지만 설명된 필터 추가 실험을 통해 최대 8Abs의 광학 밀도에서 분광 광도계가 광도적으로 정확하고 정밀한 흡광도 측정을 수행할 수 있음을 확인했습니다. 이어 필터 측정에 사용된 것과 유사한 파라미터를 사용하여 높은 광학 밀도의 시료를 분석했습니다. 결과는 그림 2와 3에서 볼 수 있습니다.

획득한 스펙트럼은 조사된 전체 파장 및 흡광도 범위에 걸쳐 우수한 신호 대 잡음비를 보여줍니다. 이 또한 분광 광도계가 높은 광학 밀도를 정확하게 측정할 수 있음을 명확하게 보여줍니다.

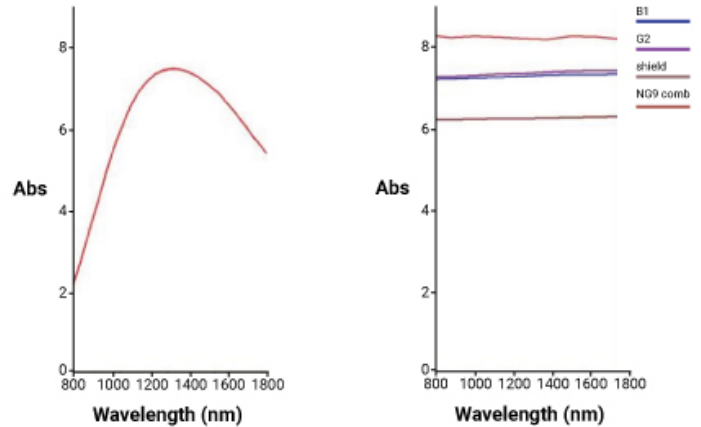


그림 2. (왼쪽) 높은 광학 밀도 렌즈 재료(1,230nm에서 최대 흡광도 7.45), 및 (오른쪽) 1,064nm에서 사용하기 위한 두 가지 플라스틱 및 두 가지 유리 렌즈 재료(Nd:YAG)의 시료 스캔.

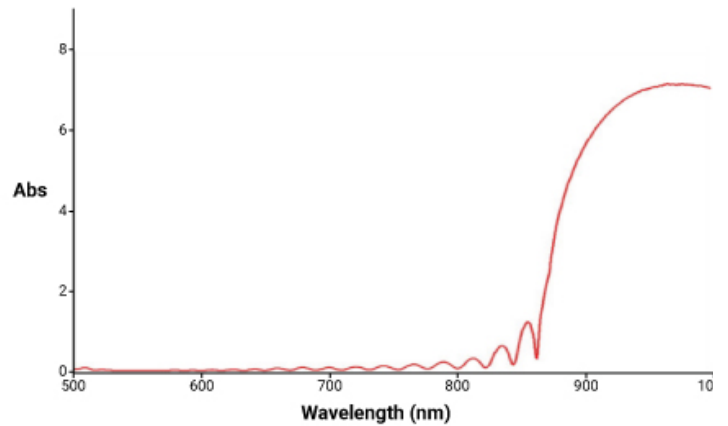


그림 3. 900~1,100nm 파장 범위(예: 980nm의 InGaAs 레이저)에서 사용하기 위한 차단 필터의 Visible-NIR 스펙트럼. 964nm에서 관찰된 7.16Abs의 최대 흡광도.

결론

Cary 6000i UVVis-NIR 분광 광도계의 광도 범위, 정확도 및 선형성을 입증하는 데 필터 추가 기법이 성공적으로 사용되었습니다. 동일한 기기를 사용하여 최대 흡광도가 7에서 8 사이인 여러 시료의 스펙트럼을 쉽게 획득했습니다.

감사의 말

유익한 정보를 공유해주고 이 보고서 전반에 걸쳐 설명된 필터와 시료를 제공해준 Rupp + Hubrach GmbH(독일 밤베르크)의 Murad Abu-Asal 씨에게 감사를 표합니다.

참고 문헌

1. The Linear Dynamic Range of the New Generation Cary 4000, 5000 and 6000i spectrophotometers. Data Sheet **2011**, www.agilent.com.
2. Josephy, D and Logan, D., A whole cell assay for spectroscopic measurement of recombinant cytochrome P450 expression in bacteria. **2011**, UV-VisNIR 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. **2011**, Data Sheet, www.agilent.com
5. Cary Rear Beam Attenuator accessory; part number 00 100441 00
6. 제품 번호:

제품	제품 번호
Agilent Cary 6000i UV-Vis-NIR 분광 광도계*	00 100794 00
레퍼런스 빔 감쇠용 메쉬 필터 키트	99 100477 00
Cary Win UV Analysis Pack 소프트웨어	85 101950 00

* Lockdown 고체 시료 홀더 및 큐벳 홀더를 표준으로 포함합니다.

www.agilent.com/chem/cary6000i

DE89128562

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2022
2022년 11월 16일, 한국에서 발행
5994-5548KO

한국에질런트테크놀로지스(주)
대한민국 서울특별시 서초구 강남대로 369,
A+ 에셋타워 9층, 06621
전화: 82-80-004-5090 (고객지원센터)
팩스: 82-2-3452-2451
이메일: korea-inquiry_lsca@agilent.com

