

使用石英镀金属滤光片评估近红外区域的光度准确度

比较 Agilent Cary 7000 UV-Vis-NIR 分光光度计测量值与可溯源标准滤光片参考值



作者

Wesam Alwan 和 Travis Burt
安捷伦科技有限公司

摘要

UV-Vis-NIR 光谱技术可在广泛的应用中快速准确地表征固体和液体分析物。为实现高质量测量，可使用有证标准物质验证分光光度计的光度准确度。根据全球药典的要求，这些测量通常在 UV-Vis 区域进行。但在本技术概述中，使用三种石英镀金属标准滤光片对 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 在近红外 (NIR) 区域的光度准确度 (吸光度) 进行了评估。

前言

分光光度计的光度准确度可以通过测量已知吸光度值和浓度的有证标准物质，并在每个特定波长测得的吸光度与标准物质的参考吸光度值进行比较来确定。光度准确度不佳时，将会导致错误的结果。

在透射率测量中，分光光度计的光度响应遵循朗伯-比尔定律。根据该定律（公式 1），吸光度与样品浓度之间存在线性关系（如图 1 所示）。吸光度与浓度之间简单的线性关系以及紫外-可见-近红外 (UV-Vis-NIR) 光相对容易的测量方法使得 UV-Vis-NIR 光谱法成为了许多常规定量分析方法的基础工具。

公式 1.

$$A = \epsilon bc$$

其中：

A = 吸光度

ϵ = 摩尔吸光系数 ($\text{mol/L}^{-1}\text{cm}^{-1}$)

b = 光程 (cm)

c = 浓度 (mol/L)

美国药典 (USP) 和欧洲药典 (Ph.Eur.) 指南描述了如何验证紫外-可见分光光度计的分析性能是否适用于预期的分析操作范围。该指南主要涉及紫外-可见光区域的光度准确度。对于低于 1 Abs 和高于 1 Abs 的测量，吸光度准确度必须分别为测得的吸光度 $\pm 0.01\%$ 和 $\pm 1\%$ ^[1,2]。

本技术概述使用石英镀金属标准滤光片对 Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 在 NIR 区域的光度（吸光度）准确度进行了评估。

实验部分

仪器

使用 Cary 7000 UMS UV-Vis-NIR 仪器，根据表 1 所列的操作参数评估 NIR 区域的光度准确度。

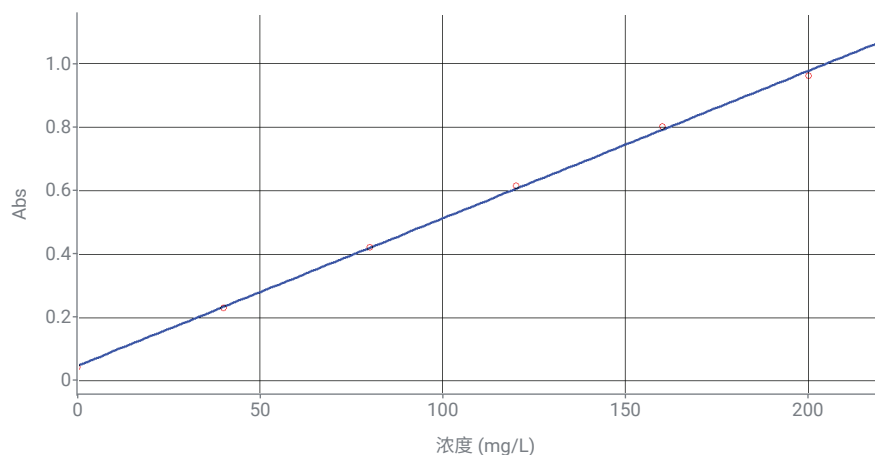


图 1. 朗伯-比尔定律指出溶液的吸光度与浓度之间存在线性关系

表 1. 用于评估 NIR 区域光度准确度的 Agilent Cary 7000 UMS 操作参数

参数	设置
波长范围	1000–3000 nm
信号采集平均时间	0.1 s
数据间隔	1 nm
光谱带宽	自动 (nm)
狭缝高度	全
测量次数 (n)	报告的结果是标准滤光片连续三次测量的平均值
样品	1%T (2 Abs)、3%T (1.5 Abs) 和 50%T (0.3 Abs) 熔融石英镀金属标准滤光片

使用具有不同透射特性的固体标准滤光片 (RM) 评估 Cary 7000 在 NIR 区域的光度准确度。1%T (约 2 Abs)、3%T (约 1.5 Abs) 和 50%T (约 0.3 Abs) 的石英镀金属 NIR 标准滤光片组购自 Starna Scientific Ltd (产品编号 RM-NQ1NQ35NQ, 图 2)。滤光片 RM 可追溯到 NIST 标准参比物质 (SRM) 2031a (用于 UV-Vis 波长) 和加拿大国家研究委员会 (NRC) 一级有证标准物质 (CRM) (用于 NIR 波长)。滤光片与分光光度计中的入射光呈 0 度, 并采用光学夹层结构。这一设计能够尽可能减少通常由石英镀金属滤光片的内反射效应引起的干涉条纹现象^[3]。



图 2. 用于 Agilent Cary 7000 UMS 的 NIR 光度准确度测试的石英镀金属滤光片。图片经 Starna Scientific Ltd 授权转载

结果与讨论

使用表 1 所列的操作参数, 通过 Cary 7000 测量了 NIR 石英镀金属 RM。为了评估 NIR 区域的光度准确度, 测定了每种滤光片在认证波长 1100、1700、2210、2500 和 2800 nm 处的吸光度。将实测值与标准值进行比较, 并计算相应的百分比误差。如表 2 所示, 对于所有滤光片和测量波长, 实测吸光度值和标准吸光度值之间的误差均小于 1%, 验证了 Cary 7000 用于 NIR 测量的光度准确度。数据还显示于图 3 (透射率) 和图 4 (吸光度) 中。Cary 7000 还在每种滤光片 RM 的三次测量中实现了良好的重现性。2 Abs 标准滤光片的代表性重现性数据如图 5 (透射率) 和图 6 (吸光度) 所示。

表 2. 使用三种 NIR 石英镀金属标准滤光片评估光度准确度。在使用 Agilent Cary 7000 UMS 进行测量时, 将空气作为空白, 参比光束不受阻碍

波长 (nm)	标准值 (Abs)	滤光片的扩展不确定度 (Abs)	Cary 7000 实测值 (Abs, n = 3)	实测值与标准值之差 (Abs)	百分比误差 (%)
石英镀金属滤光片 0.3 Abs (50%T)					
1100	0.3688	±0.0025	0.3694	0.0006	0.1894
1700	0.3709	±0.0025	0.3716	0.0007	0.2153
2210	0.3676	±0.0025	0.3680	0.0004	0.1265
2500	0.3665	±0.0025	0.3665	0.0000	0.0045
2800	0.3786	±0.0025	0.3811	0.0025	0.6704
石英镀金属滤光片 1.5 Abs (3%T)					
1100	1.5371	±0.0058	1.5390	0.0019	0.1295
1700	1.5068	±0.0058	1.5086	0.0018	0.1216
2210	1.5064	±0.0058	1.5074	0.0010	0.0699
2500	1.5124	±0.0058	1.5127	0.0003	0.0237
2800	1.5291	±0.0058	1.5370	0.0079	0.5210
石英镀金属滤光片 2 Abs (1%T)					
1100	1.6564	±0.0059	1.6591	0.0027	0.1638
1700	1.6254	±0.0059	1.6279	0.0025	0.1577
2210	1.6274	±0.0059	1.6284	0.0010	0.0617
2500	1.6347	±0.0059	1.6349	0.0002	0.0179
2800	1.6521	±0.0059	1.6576	0.0055	0.3347

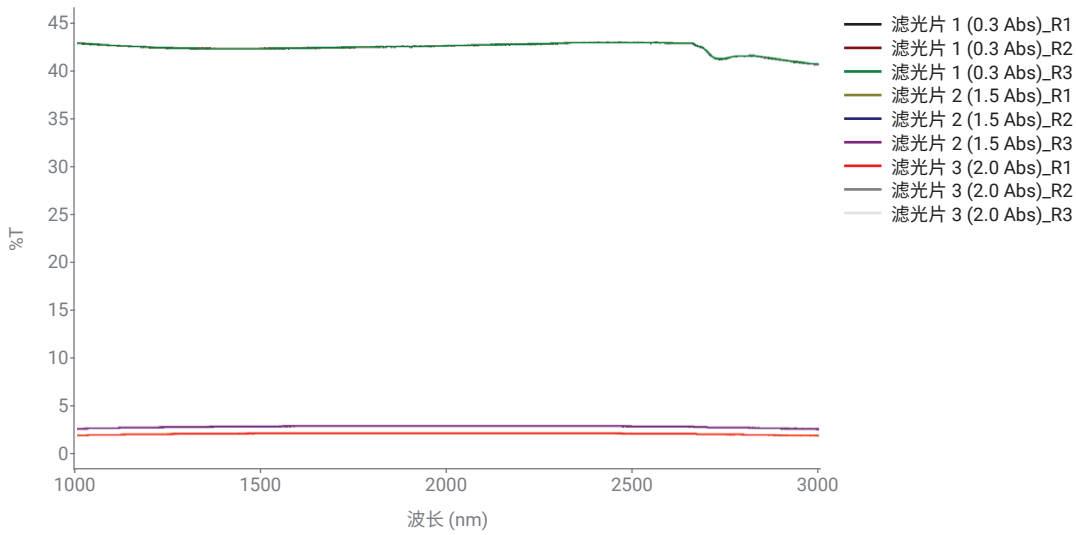


图 3. 使用 Agilent Cary 7000 UV-Vis-NIR 系统获得的三种石英镀金属滤光片透射率测量的谱图 (n = 3)。记录每种滤光片在 1100、1700、2210、2500 和 2800 nm 处的吸光度值，并与认证参考值进行比较

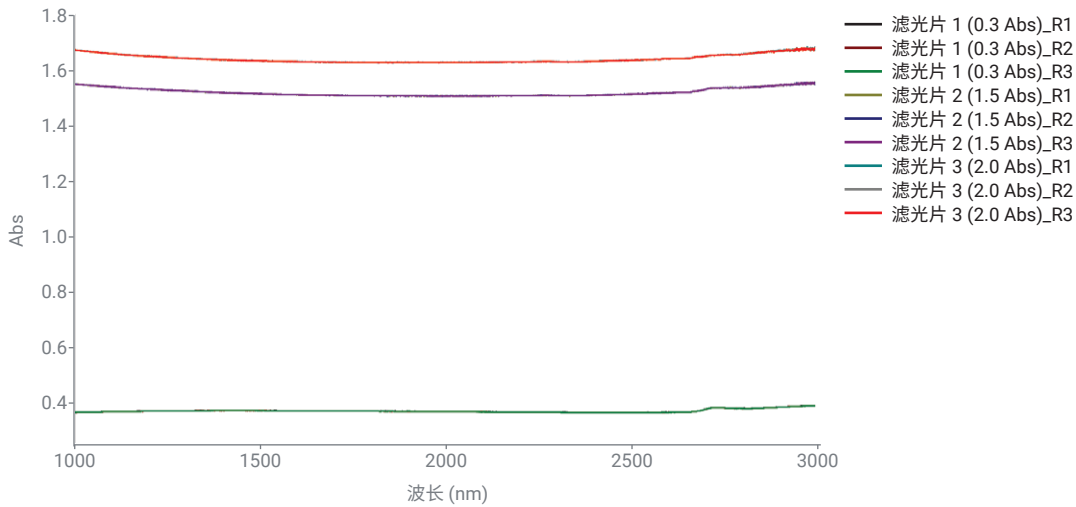


图 4. 使用 Agilent Cary 7000 UV-Vis-NIR 系统获得的三种石英镀金属滤光片吸光度测量的谱图 (n = 3)。记录每种滤光片在 1100、1700、2210、2500 和 2800 nm 处的吸光度值，并与认证参考值进行比较

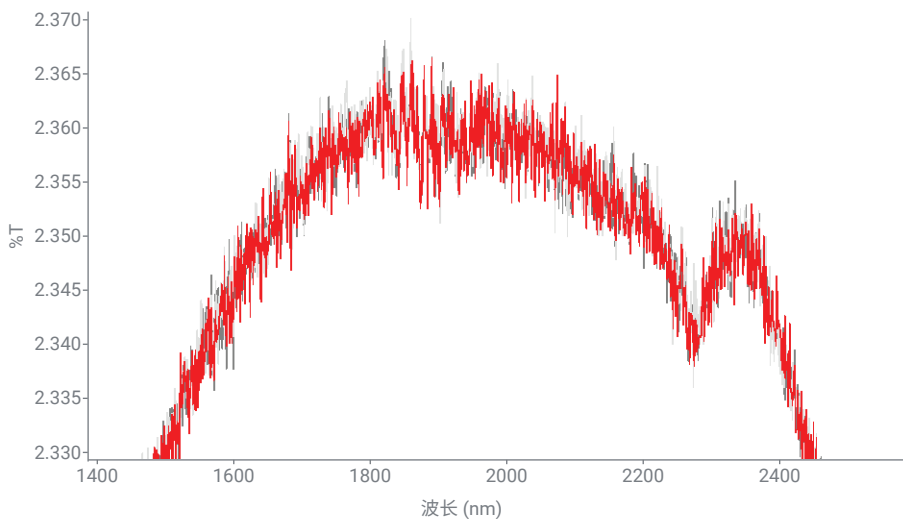


图 5. 在透射率测量中，使用 Agilent Cary 7000 UV-Vis-NIR 系统获得的 2 Abs 滤光片的部分谱图放大图，展示了出色的重现性 (n = 3)

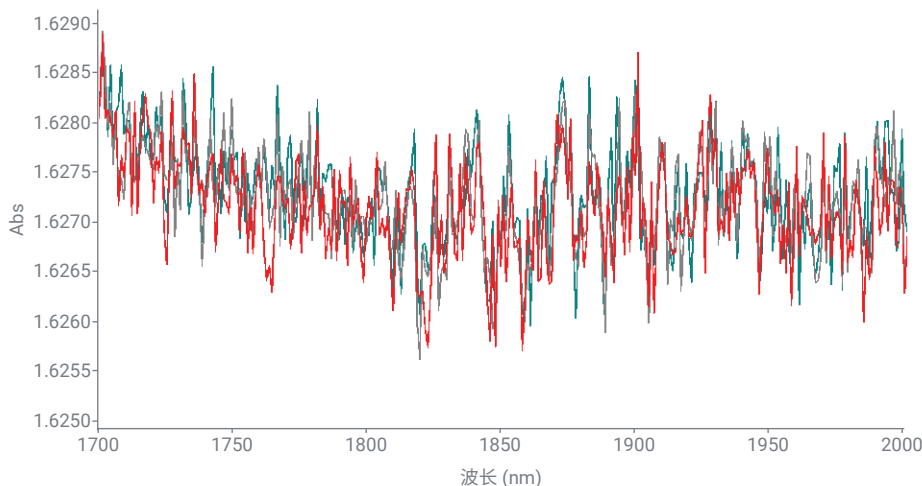


图 6. 在吸光度测量中，使用 Agilent Cary 7000 UV-Vis-NIR 系统获得的 2 Abs 滤光片的部分谱图放大图，展示了出色的重现性 (n = 3)

结论

通过测量 0.3–2 Abs 的三种石英镀金属标准滤光片，测试了 Agilent Cary 7000 UV-Vis-NIR 分光光度计在 NIR 区域的光度准确度。在所有波长下都获得了出色的准确度和重现性结果，所有滤光片的实测吸光度值和标准吸光度值之间的误差均小于 1%。

使用可溯源标准物质测试分光光度计在运行吸收范围内的光度准确度和重现性，可以确保最终数据的质量。

参考文献

1. 使用紫外-可见分光光度计进行药物分析：符合 USP 章节和欧洲药典 (Ph. Eur. 第 2.2.25 章) 的要求，安捷伦出版物，https://www.agilent.com.cn/cs/library/applications/application_pharmacopeia_uv-vis-cary3500-5994-1188zh-cn_agilent.pdf
2. Agilent Cary 3500 紫外-可见分光光度计具有优异的吸光度准确度以及超过 3 Abs 的线性动态范围，安捷伦出版物，<https://www.agilent.com.cn/cs/library/technicaloverviews/public/techoverview-linearity-accuracy-cary3500-uv-vis-5994-3931zh-cn-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>

查找当地的安捷伦客户中心：
www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线：
800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们：
LSCA-China_800@agilent.com

在线询价：
www.agilent.com/chem/erfq-cn

www.agilent.com

DE44836828

本文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技 (中国) 有限公司, 2022
2022 年 5 月 26 日, 中国出版
5994-4950ZHCN

