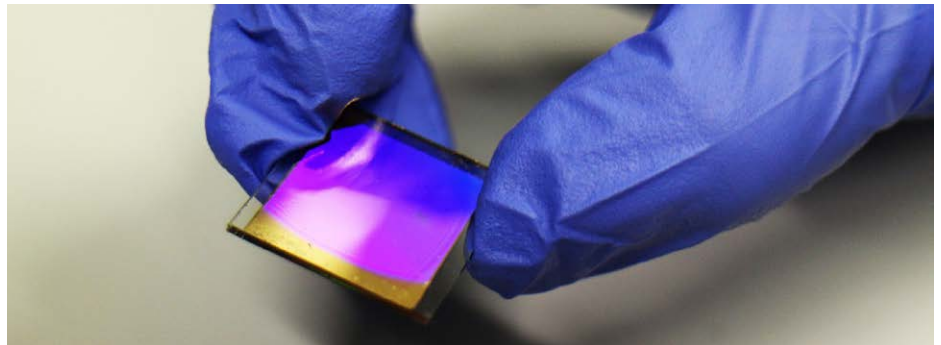


근적외선 영역에서 필터 조성, 스펙트럼 대역폭, 경로 길이가 미광 레벨에 미치는 영향

Agilent Cary 5000/7000 UV-Vis-NIR 분광 광도계에서 미광 레벨 평가



저자

Wesam Alwan 및 Travis Burt
 Agilent Technologies, Inc.

개요

미광이 정량 측정의 정확성에 영향을 미칠 수 있으므로 미광 정량은 분광 광도계 성능 평가에서 중요한 부분입니다. 미광은 검출기에 도달하는 지정된 파장 외의 파장에서 검출되는 빛으로 정의합니다.

Agilent Cary 5000 UV-Vis-NIR 및 Agilent 7000 범용 측정 분광 광도계(UMS)에서 미광 레벨은 일반적으로 근적외선 영역에서 chloroform(2,365nm에서 CHCl_3) 및 물(1,420nm에서 H_2O) 필터를 사용해 측정합니다. PbSmart 제어를 받는 Cary 5000/7000 분광 광도계용 새로운 PbS 검출기 도입 덕분에 이제는 새로운 미광 시료를 사용할 수 있습니다. Dibromomethane(1,690nm에서 CH_2Br_2)은 액체 기반 광학 필터로 근적외선(NIR) 영역에서 미광 레벨을 평가할 때 적합합니다.

필터 조성, 경로 길이, 대역폭이 분광 광도계의 NIR 영역에서 미광 테스트 결과에 미치는 영향은 dibromomethane, chloroform, 물 필터를 측정하여 평가했습니다.

서론

미광은 분광 광도계가 부정확해지는 원인입니다. 구체적으로 말하면 미광은 특정 파장에 대해 원하는 대역폭 외부의 파장에서 모노크로메이터에서 방출되는 빛입니다. 분광 광도계 광학 요소의 결함, 회절 효과 또는 내부 구성요소의 오염으로 인해 미광 레벨이 증가할 수 있습니다. 또한 미광은 분광 광도계 외부의 빛으로 인해 생성될 수도 있습니다. 예를 들어, 실험실의 빛이 시료부로 새어 들어가거나 다른 진입 지점을 통과할 수 있습니다.

빛을 받으면 기기 내부의 검출기는 측정하는 빛의 출처가 어디인지 구별하지 못합니다. 모든 입사광이 측정됩니다. 측정된 미광은 두가지 요소가 있습니다. 대역폭 및 관심 파장 외부에 있는 기기에서 나온 빛과 직접적으로 또는 단순한 반사로 검출기에 도달한 주변 빛으로 두 가지입니다.

미광은 특히 흡광도가 높을 때, 측정된 흡광도와 농도 사이의 선형 관계에 영향을 미칠 수 있습니다. 이로 인해 높은 농도에서 측정된 흡광도 값이 감소하는 체계적 편향이 발생하고(그림 1), 이로 인해 정량 데이터가 부정확해지고 오류가 생깁니다. 이러한 오류는 광도 선택성은 낮추고 비선형 광도 감응은 생성하는 미광으로 인해 발생합니다 (Beer-Lambert 법칙 관계 훼손).

이 기술 개요에서는 미광 측정이 필터 유형과 방법론에 따라 영향을 받는 방식뿐만 아니라 기기 기반 결함으로 인한 미광 오류의 원인을 살펴봅니다. 필터 조성의 영향, 후면 빔 감쇠 사용, 경로 길이, 대역폭이 분광 광도계의

NIR 영역에서 미광 테스트 결과에 미치는 영향을 조사했습니다. 이 연구에서는 Agilent Cary 5000 UV-Vis-NIR 분광 광도계를 사용했지만, 결과는 Agilent 7000 범용 측정 분광 광도계와도 관련이 있습니다(그림 2).

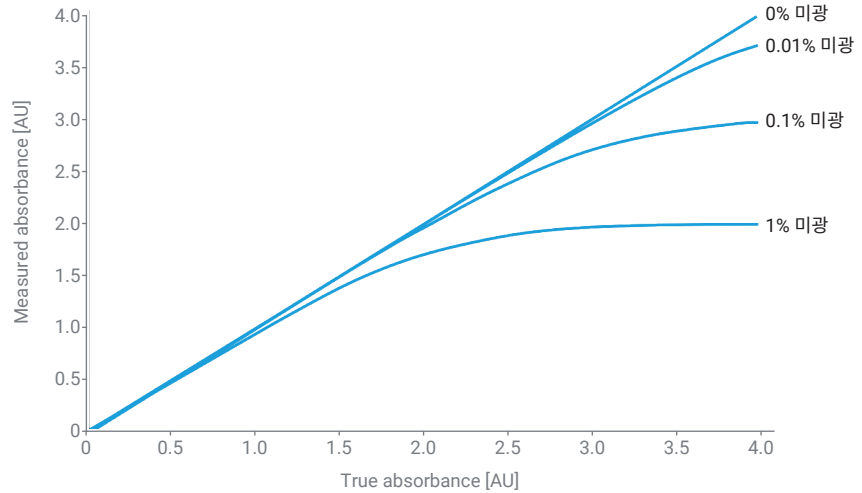


그림 1. 미광이 측정된 시료 흡광도에 미치는 영향.



그림 2. Agilent Cary 7000 UV-Vis-NIR 범용 측정 분광 광도계.

미광 정량에 가장 좋은 필터 조성

미광을 측정하려면 필터가 필요합니다. 필터가 측정을 수행하려는 파장에서 모든 빛을 흡수하고 더 높은 파장과 더 낮은 파장을 전송하는 것이 이상적입니다 (그림 3). 이 이상적인 필터의 0%T 지점에서 투과율(T)을 측정하는 경우 검출되는 모든 빛이 시스템에서 미광 측정 결과가 됩니다.

그러나 현실에는 이러한 필터가 존재하지 않습니다. 대신, 특정 파장을 초과하거나 못 미치는 빛을 전송하고 관심 파장 범위의 모든 빛을 차단하는 컷오프 필터를 사용합니다.

미광 테스트는 이상적으로 지정된 파장 범위 내에서 투과되지 않는 액체 용액을 사용해 검출기에 도달하는 모든 빛이 미광의 존재를 표시하도록 합니다. 물에 함유된 potassium chloride(12g/L), sodium iodide(10g/L), sodium nitrite(50g/L)와 같은 염화물을 각각 198nm, 220nm, 340nm에서 표준 미광 필터로 사용합니다(그림 4). NIR 영역에서 미광 레벨을 평가하기 위해 컷오프 파장이 각각 약 2,365nm 및 1,420nm인 chloroform 및 물 표준물질을 일반적으로 사용합니다.

기기 기반 미광 출처

관심 파장 외의 파장에서의 전자기 방사선은 측정된 결과에 개입합니다. 방사선은 다음과 같은 기기 내 여러 장소에서 방출될 수 있습니다.

- 분광 광도계 인클로저 틈새에서 나오는 빛
- 기기 내부의 기계 표면에서 산란되는 빛
- 빛의 산란 또는 회절을 야기할 수 있는 광학 표면의 결함

- 모노크로메이터의 광학 부품, 회절 격자, 기기의 빛 산란 부품의 오염
- 기기 내부 흑체(열복사) 관리 소홀
- 회절 격자의 고차(더 짧은 파장) 반사를 차단하기 위해 모노크로메이터 입구에 사용하는 순서 정렬 필터 품질 불량

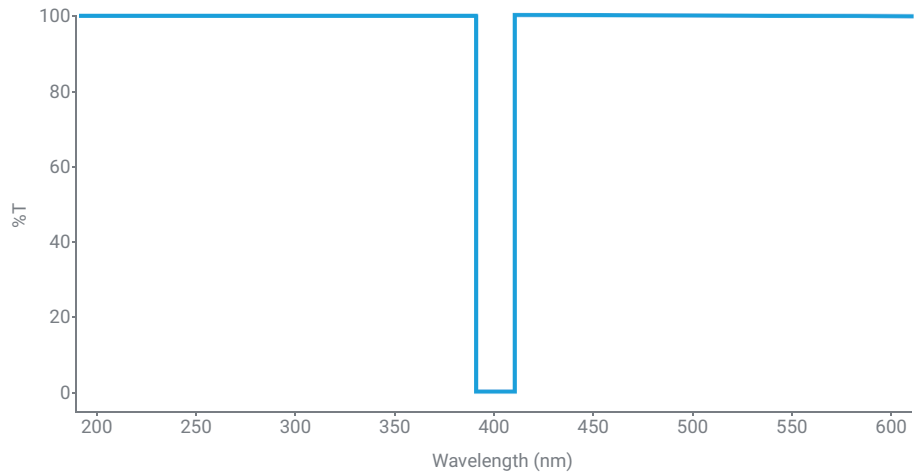


그림 3. 미광 필터에 적합한 스펙트럼.

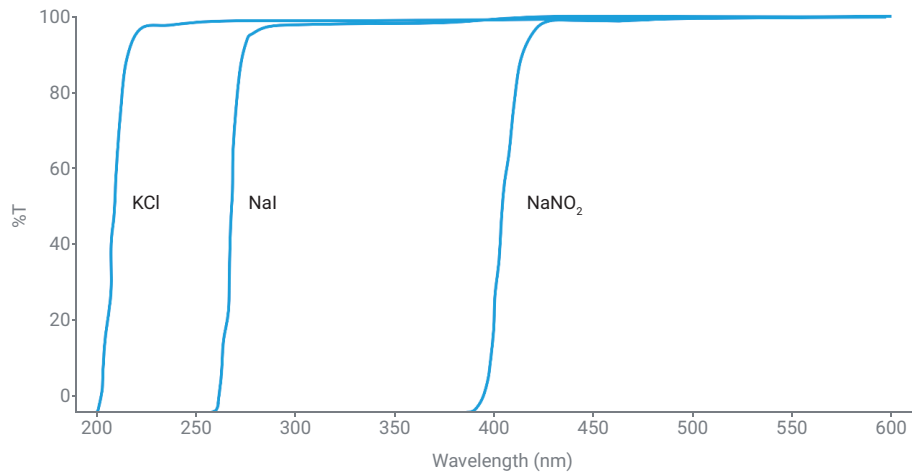


그림 4. 물에 함유된 potassium chloride(12g/L), sodium iodide(10g/L), sodium nitrite(50g/L)의 스펙트럼.

실험

기기

NIR 영역에서 Cary 5000/7000 UV-Vis-NIR 분광 광도계의 미광 레벨을 평가했습니다. 필터는 1,690nm에서 노치(높은 흡광도) 파장이 있는 dibromomethane(CH₂Br₂)을 사용했습니다(Sigma-Aldrich, CAS 번호 74-95-3). 정확하게 미광 레벨을 측정하기 위해 분석법 파라미터를 표 1에 나열된 것처럼 변경했습니다. 포함된 파라미터에는 스펙트럼 대역폭(SBW), 신호 평균화 시간(SAT), 경로 길이가 포함되었습니다. 다양한 경로 길이에서 지정된 파장 1,690nm일 때 dibromomethane 필터에 대해 획득한 스펙트럼은 미광 측정을 위한 이상적인 스펙트럼 프로파일과 비슷했습니다(그림 3). 이러한 스펙트럼은 NIR에서 미광 측정을 위한 dibromomethane의 적합성을 확인시켜 주었습니다.

이 연구에서는 표 1에 나열된 파라미터를 사용해 Chloroform 및 물 미광 필터도 평가했습니다. Chloroform(Starna Scientific Ltd. - RM-CHCl₃) 및 물 바탕 시료(H₂O) 필터를 사용해 각각 2,365nm 및 1,420nm에서 미광 레벨을 계산했습니다.

결과 및 토의

필터 조성, SBW, 경로 길이가 미광 값에 미치는 영향을 연구했습니다. 처음에는 10mm 및 50mm 경로 길이 셀을 사용하여 지정된 범위에서 dibromomethane에 대한 파장 스캔을 수행했습니다(표 1). 스펙트럼 대역폭이 다른 두 가지 경로 길이를 스캔해 SBW가 이 필터에 대한 미광 값에 미치는 영향을 입증했습니다.

미광 값을 계산하기 위해 다음과 같이 세 번의 측정이 필요했습니다. 100%T, 0%T, 필터 측정. 이러한 값을 확보하고 다음 식을 적용해 미광 값을 추정했습니다.

$$\text{미광 \%T} = ((\text{필터 \%T} - 0\%T) / (100\%T - 0\%T)) \times 100$$

10mm 큐벳 및 2Abs RBA를 사용하는 경우 1,690nm에서 dibromomethane을 사용해 얻은 미광 값은 각각 SBW가 6, 8, 12, 16, 20nm일 때 4.08E-04, 5.48E-04, 1.17E-02, 3.40E-01, 3.28E+00 %T인 것으로 확인되었습니다.

그림 5에서 확인할 수 있는 것처럼, SBW가 더 좁아지면 미광 레벨이 낮아지고 피크가 더 날카로워지는 것으로 관찰되었습니다. SBW를 6에서 20nm로 늘리자마자 예상한 대로 피크가 더 넓어졌습니다. SBW를 늘리면 피크의 가장자리에서 통과하는 미광이 늘어나 Abs 레벨이 낮아집니다(더 높은 %T).

50mm 큐벳 및 2Abs RBA를 사용하는 경우 1,690nm에서 dibromomethane을 사용해 얻은 미광 값은 각각 SBW가 6, 8, 12, 16, 20nm일 때 2.06E-04, 1.83E-04, -9.20E-05, -7.70E-05, 5.73E-04 %T인 것으로 확인되었습니다. 음의 미광 값은 그림 5 및 6에서 확인할 수 있는 것처럼, 기기의 검출 한계(잡음층)에 도달했음을 나타냅니다. SAT를 늘려 음의 미광 값이 나오지 않도록 할 수 있습니다.

표 1. Agilent Cary 5000/7000 UV-Vis-NIR 분광 광도계에서 dibromomethane, chloroform, 물 필터를 사용해 미광 레벨을 평가할 때 사용한 파라미터.

파라미터	Dibromomethane(CH ₂ Br ₂)	Chloroform(CHCl ₃)	물(H ₂ O)
파장 범위(nm)	1,660~1,720	2,345~2,385	1,380~1,440
신호 평균 시간(s)	1	1	1
데이터 간격(nm)	1	1	1
스펙트럼 대역폭(nm)	6, 8, 12, 16, 20(고정)	자동	자동
후면 빔 감쇠(RBA)	2Abs mesh filter	3Abs mesh filter	3Abs mesh filter
큐벳	석영	석영	석영
경로 길이(mm)	10 및 50	10	10

10mm 큐벳 및 3Abs RBA에서 물 (1,420nm) 및 chloroform(2,365nm) 필터를 사용해 측정한 미광 레벨이 더 낮았습니다. 그림 7에서 확인할 수 있는 것처럼, 미광 값은 각각 $3.50E-05$ 및 $2.13E-04$ %T였습니다.

그림 6은 50mm 경로 길이를 사용하고 중심 파장 1,690nm의 SBW가 ± 15 nm일 때 시스템의 미광 한계에 대한 투과 접근법을 보여줍니다. 따라서 10~15nm의 SBW를 사용하면 피크 값에 영향을 미치는 흡광도 피크의 가장자리가 나타나지 않습니다. 경로 길이가 10mm(그림 5)일 때 범위는 ± 7 nm입니다. 이는 신호 대 잡음비(SNR)가 감소하거나 측정 시간이 늘어나는 더 좁은 SBW를 선택해야 한다는 의미입니다.

관련 경로 길이 및 스펙트럼 대역폭을 사용하는 동시에 미광을 추정할 때 또는 검출에서 포화를 피하는 것이 중요합니다. 낮은 노이즈(음의 %T 값 예방)와 정확한 미광 값을 얻으려면 신호 평균화 시간을 기기 성능에 따라 조정해야 합니다.

미광 레벨을 추정하는 데 적합한 분석법을 선택할 때 노이즈와 측정 시간에 영향을 받지 않는 결과의 반복성이 주요 선택 기준이 되어야 합니다. 다양한 설정에서 dibromomethane에 대해 얻은 미광 값은 표 2에 요약되어 있습니다.

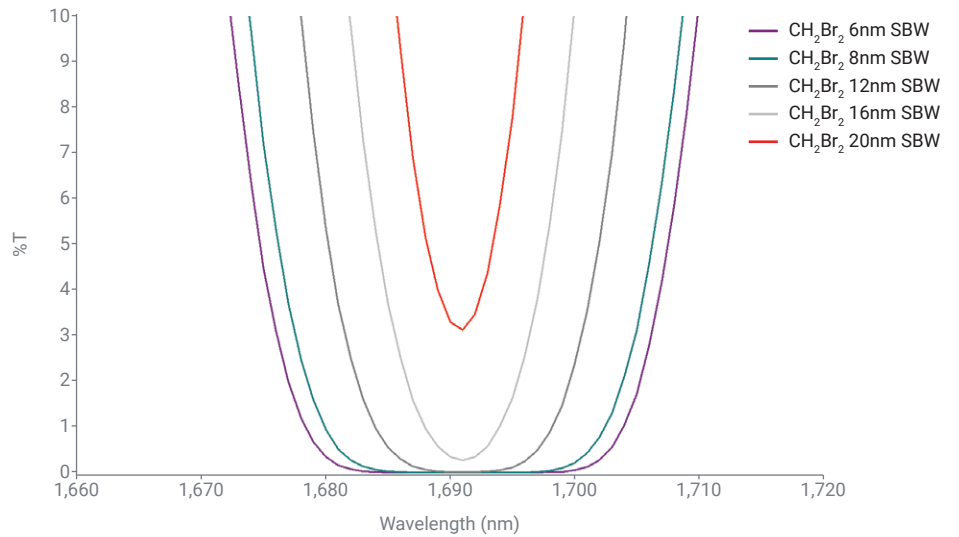


그림 5. 2Abs RBA 및 다양한 SBW(6, 8, 12, 16, 20nm)에서 10mm 큐벳을 사용했을 때 dibromomethane의 스펙트럼.

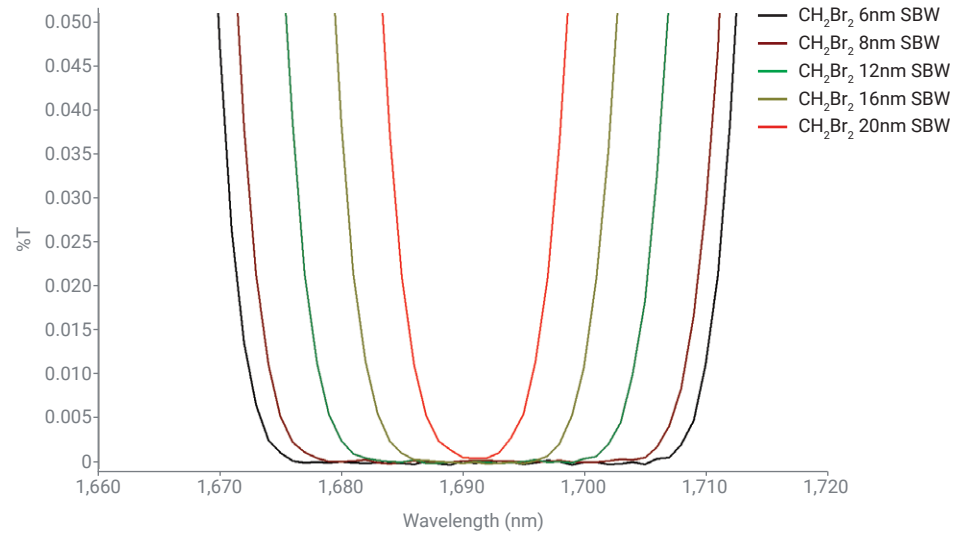


그림 6. 2Abs RBA 및 다양한 SBW(6, 8, 12, 16, 20nm)에서 50mm 큐벳을 사용했을 때 dibromomethane의 스펙트럼.

표 2. 다양한 설정을 사용해 얻은 dibromomethane에 대한 미광 값.

항목	경로 길이 (mm)	후면 빔 감쇠	스펙트럼 대역폭 (nm)	파장 (nm)	미광 (%T)	미광(Abs)
1	10	2Abs	6	1,690	4.08E-04	5.38
2	10	2Abs	8	1,690	5.48E-04	5.26
3	10	2Abs	12	1,690	1.17E-02	3.93
4	10	2Abs	16	1,690	3.40E-01	2.46
5	10	2Abs	20	1,690	3.28E+00	1.48
6	50	2Abs	6	1,690	2.06E-04	5.68
7	50	2Abs	8	1,690	1.83E-04	5.73
8	50	2Abs	12	1,690	-9.20E-05	NA
9	50	2Abs	16	1,690	-7.70E-05	NA
10	50	2Abs	20	1,690	5.73E-04	5.24

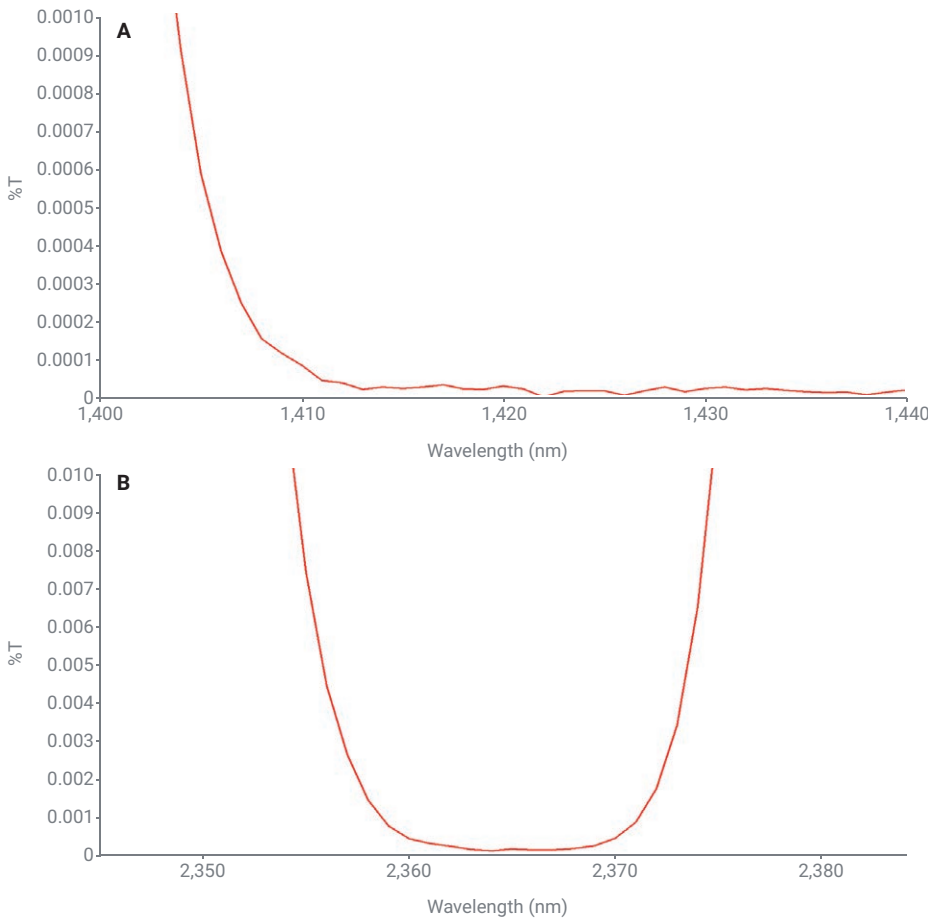


그림 7. 10mm 큐벳, 3Abs RBA, 자동 SBW, (A) 물(1,420nm), (B) chloroform(2,365nm)을 사용해 Agilent Cary 5000/7000에서 측정된 NIR 미광 필터 스펙트럼.

www.agilent.com/chem/uv-vis

DE14126734

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2022
2022년 6월 6일 한국에서 인쇄
5994-4982KO

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



결론

UV-Vis-NIR 분광 광도계에서 측정된 미광 값에 여러 가지 요인이 영향을 미치는 것으로 확인되었습니다. 이러한 요인에는 경로 길이, 스펙트럼 대역폭, 필터 조성, 기기 결함이 포함됩니다. 미광 레벨이 높으면 흡광도 판독값이 감소하고, 스펙트럼 밴드 모양, 궁극적으로 기기로 측정 가능한 최대 흡광도가 바뀔 수 있습니다.

Agilent Cary 5000/7000 분광 광도계는 dibromomethane, chloroform, 물 필터를 사용해 평가했을 때 NIR 영역에서 미광 레벨이 낮게 나타났습니다. 미광 레벨이 낮으면 광학 밀도(OD)가 높은 시료처럼 까다로운 시료에서도 높은 품질의 정확한 결과를 제공합니다.