

Измерение оптических плотностей более 10 единиц поглощения с помощью универсального измерительного спектрофотометра Agilent Cary 7000

Технический обзор



Точное измерение оптической плотности сильнопоглощающих оптических фильтров

Сильнопоглощающие оптические фильтры позволяют управлять оптическими свойствами многих товаров широкого потребления и промышленных изделий. Такие фильтры с высокой оптической плотностью используются в средствах индивидуальной защиты, например очках для защиты от лазерного излучения, для прецизионного управления низкими уровнями освещенности в оптических системах для повышения чувствительности на определенных длинах волн и в других продуктах. Этот обзор демонстрирует характеристики универсального измерительного спектрофотометра Cary 7000 при определении параметров таких материалов. В принятой методике для валидации фотометрических характеристик спектрофотометра используются фильтры с номинальной оптической плотностью, точное значение которой неизвестно. Методом добавления фильтров продемонстрированы фотометрический диапазон, точность и линейность при значениях поглощения свыше 10 единиц поглощения (Abs) в видимой области спектра и 8 Abs в ближней ИК-области.

Введение

Измерение высоких оптических плотностей (или поглощения) представляет интерес для ученых, инженеров и производителей, работающих в различных областях, от активно развивающейся биофотоники и до изготовления дизайнерских солнечных очков. Помимо этого измерение высоких оптических плотностей необходимо при разработке, производстве и валидации полосовых, заграждающих и отсекающих фильтров, количественном анализе сильнопоглощающих жидких



сред (например, перманганата калия [1]) и исследовании мутных биологических образцов (в частности, содержащих цитохром Р450 [2]). Ключевыми для правильного измерения столь высоких оптических плотностей являются такие характеристики используемого спектрофотометра, как фотометрическая точность, линейность и динамический диапазон.

Фотометрическая линейность определяет, насколько точно спектрофотометр измеряет поглощение с увеличением оптической плотности или концентрации. Например, при высоких уровнях поглощения калибровочные кривые, полученные с помощью спектрофотометра с плохой линейностью, отклоняются от линейного вида, тем самым уменьшая точность измерений. Наряду с линейностью фотометрическая точность характеризует способность спектрофотометра точно измерять заданную оптическую плотность или поглощение.

Фотометрическая точность и линейность принципиально важны, если необходимы точные и прецизионные измерения. Кроме того, большое значение имеет диапазон, в котором спектрофотометр дает линейный отклик. Он называется линейным динамическим диапазоном и обычно определяется как интервал, в котором поглощение остается прямо пропорциональным концентрации [3]. Широкий динамический диапазон позволяет выполнять измерения в большом интервале концентраций (оптических плотностей) и за счет этого может существенно сократить время анализа и подготовки образцов, особенно если требуется разбавление жидких или дополнительная (иногда разрушающая) модификация твердых образцов для измерения в пределах рабочих характеристик оборудования.

В этом примере оптические плотности материалов, используемых для изготовления оптических фильтров, измерялись в видимой области и в ближней ИК-области спектра. Методом добавления фильтров продемонстрированы фотометрический диапазон, точность и линейность при значениях поглощения свыше 10 Abs на длине волны приблизительно 640 нм в видимой области спектра и свыше 8 Abs на длине волны приблизительно 1500 нм в ближней ИК-области.

Теория

Метод добавления фильтров — это простой и недорогой способ определения фотометрической линейности и диапазона спектрофотометра без использования дорогих калиброванных стандартов. Применительно к видимой части электромагнитного спектра этот метод описан в [4]. В данном случае этот принцип применен в видимой и ближней ИК-области спектра для подтверждения характеристик прибора перед анализом пробы. При необходимости использовалось ослабление опорного луча.

Когда падающий свет, проходя через образец, сильно ослабляется, для увеличения динамического диапазона прибора требуется ослабить опорный луч, чтобы уравновесить сигналы (или интенсивности световых потоков) в детекторе. Типичные случаи, когда требуется ослабление опорного луча, — это исследование оптических плотных фильтров, балансирование лучей при использовании держателей проб или вспомогательных устройств, ослабляющих луч, и другие измерения проб с высоким поглощением. Ослаблять опорный луч можно с помощью описанных ниже сетчатых фильтров или полностью автоматизированного ослабителя опорного луча Cary [5].

Измерения

Исследование фотометрического диапазона в видимой области выполнялось путем добавления фильтра BG25 с ослабляющим сетчатым фильтром.

Сбор данных измерений осуществлялся следующим образом. На пути опорного луча был установлен ослабитель на 4,5 Abs. Выполнялось измерение базовой линии с небольшим временем спектрального усреднения (1 с). Далее по отдельности измерялись BG25 и ослабляющий сетчатый фильтр. Затем время усреднения увеличивалось до 50 с для выполнения измерения перекрытого луча и вслед за ним совместного измерения фильтра BG25 и ослабляющего сетчатого фильтра. Все измерения проводились по относительному коэффициенту рассеянного пропускания %Т. Особое внимание было уделено расположению фильтра и его перемещению между измерениями.

Результат измерения с перекрытым лучом затем вычитался из всех результатов измерений с фильтрами, и полученные значения пересчитывались в единицы поглощения. Индивидуальные спектры BG25 и ослабляющего сетчатого фильтра добавлялись для вычисления прогнозируемого спектра результатов измерений со всеми фильтрами вместе. Сводка параметров сбора данных измерений приведена в таблице 1.

Табл. 1. Сводка параметров, применявшихся для добавления результатов измерений фильтров в видимой области

Параметр	Значения
Шаг сбора данных	1 нм
Спектральная полоса пропускания	5 нм
Время спектрального усреднения	1 с или 50 с
Ослабление опорного луча	4,5 Abs
Режим измерения	Двулучевой
Высота щели	Полная

УНИВЕРСАЛЬНЫЙ ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЙ СПЕКТРОФОТОМЕТР CARY 7000

Аналогичная методика использовалась при измерениях в ближней ИК-области для добавления двух фильтров UG 11. Сводка параметров приведена в таблице 2.

Табл. 2. Сводка параметров, использованных для добавления спектров в ближней ИК-области

Параметр	Значения
Шаг сбора данных	4 нм
Спектральная полоса пропускания	Переменная
Энергия	1,0
Время спектрального усреднения	1 с или 10 с
Ослабление опорного луча	2,2 Abs
Режим измерения	Двулучевой
Высота щели	Полная
Детектор	PbSmart, сульфид свинца (PbS)

Результаты и обсуждение

Результаты добавления данных измерений фильтров в видимой области представлены на рисунке 1. Действительные (красный спектр) и прогнозируемые (зеленый спектр) результаты измерений демонстрируют хорошую корреляцию с максимальным поглощением на 640 нм, достигающим 10 Abs. Хорошее отношение «сигнал — шум» у результатов измерений комбинированных фильтров свидетельствует о превосходных характеристиках универсального измерительного спектрофотометра Cary 7000 и его способности регистрировать чрезвычайно малые значения уровней освещенности в области максимума поглощения.

Результаты добавления данных измерений фильтров в ближней ИК-области представлены на рисунке 2. Действительные

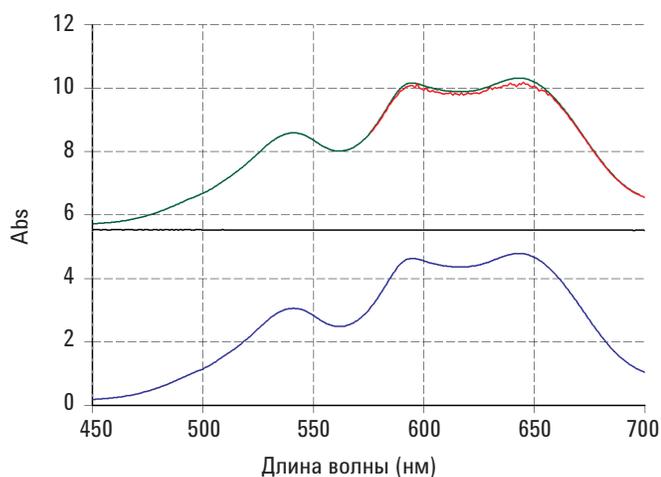


Рис. 1. Спектры фильтра BG25 (синий) и ослабляющего сетчатого фильтра (черный); спектр для фильтра BG25 вместе с ослабляющим сетчатым фильтром (красный). Зеленый спектр представляет прогнозируемый результат, полученный сложением синего и черного спектров

(красный спектр) и прогнозируемые (зеленый спектр) результаты измерений демонстрируют исключительную корреляцию с максимальным поглощением на длине волны приблизительно 1500 нм, достигающим более 8 Abs.

Универсальный измерительный спектрофотометр Cary 7000 и Cary 5000 УФ-Вид-БИК — единственные представленные на рынке приборы с БИК-детекторами PbS на основе технологии PbSmart. PbSmart является запатентованной технологией, используемой для управления детекторами Agilent на основе сульфида свинца. Ее сочетание с превосходной оптической схемой и коррекцией рассеянного света обеспечивает лучшую среди аналогов работу прибора в ближней ИК-области. В отличие от других средств измерения, в которых для достижения широкого динамического диапазона в ближней ИК-области используется широкополосный индий-галлий-арсенидный детектор, в универсальном измерительном спектрофотометре Cary 7000 и Cary 5000 применяется детектор PbSmart на основе сульфида свинца с еще более широким диапазоном длин волн. Спектрофотометр Cary 6000i с применением узкополосного детектора на основе InGaAs и специально предназначенной для него дифракционной решетки является идеальным выбором, если необходимо зарегистрировать более 8 Abs в ближней ИК-области.

Хотя описанные эксперименты по добавлению фильтров не являются исчерпывающими, они подтверждают возможность проводить фотометрически точные измерения поглощения с помощью этого спектрофотометра при оптических плотностях более 10 Abs в видимой области и более 8 Abs в ближней ИК-области. Представленные результаты убедительно демонстрируют возможность точных измерений высоких оптических плотностей с помощью данного спектрофотометра.

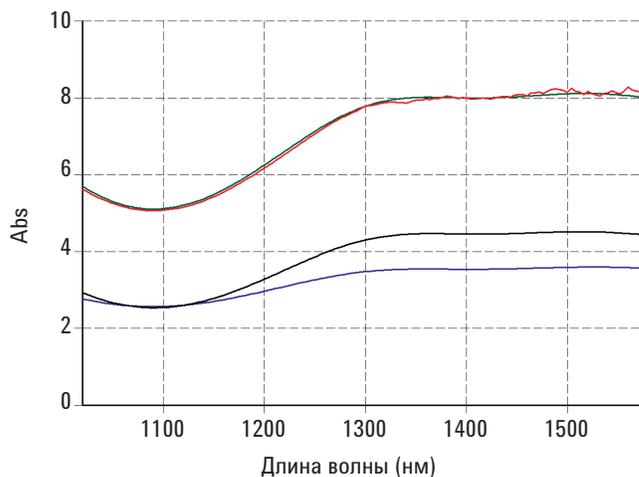


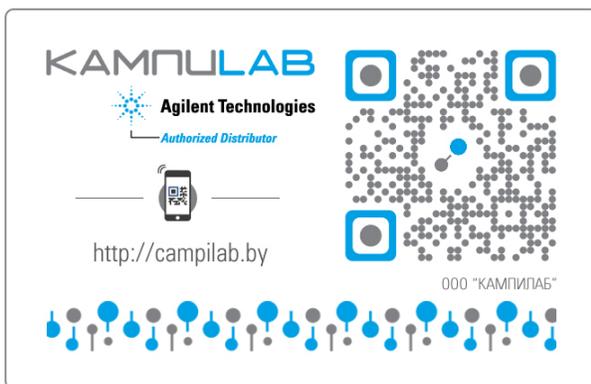
Рис. 2. Спектры фильтра 1 UG11 (синий) и фильтра 2 UG11 (черный); спектр фильтров 1 UG11 и 2 UG 11 вместе (красный). Зеленый спектр представляет прогнозируемый результат, полученный сложением синего и черного спектров

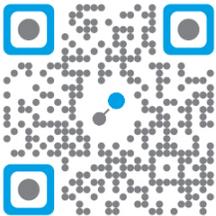
Заключение

Метод добавления фильтров успешно демонстрирует фотометрический диапазон, точность и линейность универсального измерительного спектрофотометра Cary 7000 в УФ-Вид-БИК. С помощью одного и того же средства измерений без каких-либо сложностей получены спектры проб, имеющих максимальное поглощение более 8 Abs в ближней ИК-области и более 10 Abs в видимой области.

Литература

1. The Linear Dynamic Range of the New Generation Cary 4000, 5000 and 6000i spectrophotometers (Линейный динамический диапазон спектрофотометров нового поколения Cary 4000, 5000 и 6000i). Таблицы спецификаций 5990-7836EN, www.agilent.com.
2. Josephy, D. and Logan, D. A whole cell assay for spectroscopic measurement of recombinant cytochrome P450 expression in bacteria. (Джозефи, Д., Логан, Д. Анализ целых клеток при спектроскопическом определении экспрессии рекомбинантного цитохрома P450 в бактериях). *UV-Vis-NIR At Work* №87, www.agilent.com.
3. Hind, A.R. To improvements in spectrophotometry (Хинд, А. Р. О достижениях в области спектрофотометрии). *American Laboratory*, 34 (24) 2002 32.
4. Photometric Linearity Range of the New Generation Cary 4000/5000/6000i spectrophotometers (Фотометрический диапазон линейности спектрофотометров нового поколения Cary 4000/5000/6000i). Таблицы спецификаций 5990-7843EN, www.agilent.com.
5. Cary Rear Beam Attenuator accessory (Ослабитель опорного луча Cary), www.agilent.com.



KAMPILAB
Agilent Technologies
Authorized Distributor

<http://campilab.by>
ООО "КАМПИЛАБ"

www.agilent.com/chem

Компания Agilent Technologies не несет ответственности за возможные ошибки в настоящем документе, а также за убытки, связанные с получением настоящего документа, ознакомлением с ним и его использованием.

Информация, описания и технические характеристики в настоящем документе могут быть изменены без предупреждения.

© Agilent Technologies, Inc., 2013.

Опубликовано 30 мая 2013 г.

Номер публикации: 5991-2528RU