

# ПРЕИМУЩЕСТВА ДИОДНОЙ МАТРИЦЫ

## Спектроскопическая система Agilent Cary 8454 UV-Vis



Использование спектрофотометра с технологией диодно-матричного детектирования имеет особые преимущества по сравнению с использованием традиционных приборов для сканирования в УФ- и видимом диапазонах. Среди оборудования для молекулярной спектроскопии компания Agilent может предложить оба типа приборов для анализа в УФ- и видимом диапазонах. Спектрофотометр Agilent Cary 60 UV-Vis с ксеноновой импульсной лампой идеально подходит для рутинных анализов в УФ- и видимом диапазонах. Спектрофотометр Agilent Cary 8454 UV-Vis, как и его предшественник Agilent 8453 UV-Vis, относится к диодно-матричным приборам и является лучшим выбором для фармацевтической отрасли, которая регулируется нормами обеспечения и контроля качества; он позволяет получать полный спектр менее чем за 1 секунду. Рассмотрим область применения и технический аспект, которые позволяют сделать выбор в пользу диодно-матричного UV-Vis.

### Вводная информация о спектрофотометре Agilent Cary 8454 UV-Vis

Спектрофотометр Agilent Cary 8454 UV-Vis унаследовал все достоинства Agilent 8453 UV-Vis (выпущен в 1995 г.) и является лидером на рынке диодно-матричной технологии. Спектрофотометр с диодно-матричным детектором имеет «обратную» оптическую конфигурацию: дисперсионное устройство — решетка — идет после образца (рис. 1).

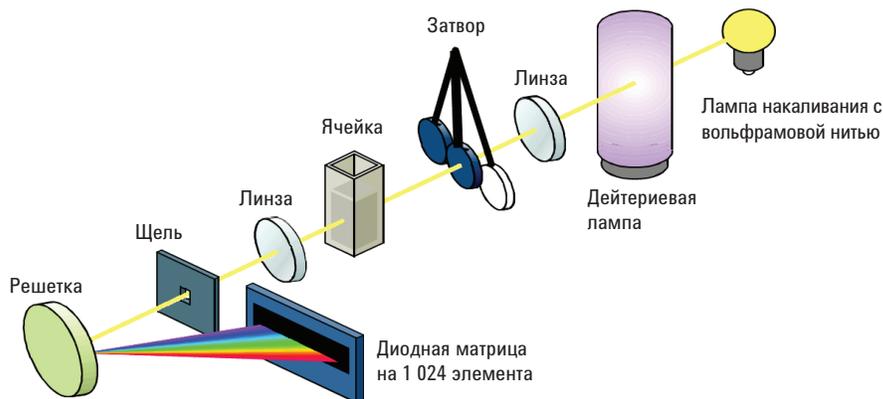


Рисунок 1. Схематическое изображение оптической конфигурации Agilent Cary 8454.



В Cary 8454 источник представляет собой дейтериевую лампу, которая дает хорошую интенсивность излучения в УФ-диапазоне, и галогенную лампу накаливания с вольфрамовой нитью, которая имеет хорошую интенсивность в видимом диапазоне спектра и очень низкий уровень шума и дрейфа. Свет проходит через образец, а затем диспергируется посредством решетки, прежде чем попадает на диодную матрицу. Свет всех длин волн попадает на матрицу одновременно и, соответственно, одновременно измеряется. Таким образом, данные собираются параллельно. В результате электронного сканирования матрицы получается спектр.

## 1. Открытая площадка для образца

Преимущество обратной оптической конфигурации, реализованной в Cary 8454, состоит в том, что детектора достигает только тот свет, который проходит вдоль оси от источника к щели, расположенной перед дисперсионным устройством. Свет, падающий под любым другим углом, не может достичь детектора, поэтому прибор совершенно не чувствителен к помехам от окружающего «рассеянного» света. По этой причине в конструкции Cary 8454 предусмотрена открытая площадка для образца, что дает пользователю много преимуществ (рис. 2).

Образец очень просто помещается на открытую площадку, поэтому обработка образцов проходит быстрее и уменьшается вероятность ошибки пользователя, которая может произойти при использовании традиционных приборов из-за неправильно закрытой площадки для образца. Такая конфигурация обеспечивает быстрый доступ к площадке, что очень удобно при проведении кинетических исследований, когда требуется быстрый ввод реакционных компонентов. Открытая площадка для образца упрощает установку и удаление приставок, таких как многокюветный транспортный блок и держатель кювет с термостатированием на основе эффекта Пельтье.

## 2. Скорость сбора данных

Спектрофотометр Agilent Cary 8454 UV-Vis может измерять весь спектр от 190 до 1 100 нм всего лишь за 0,1 секунды. Данные собираются параллельно, т. е. одновременно происходит считывание каждой длины волны. Показания детекторов считываются посредством электронного сканирования, и данные обрабатываются микропроцессорами. Поэтому для кинетических измерений, в частности на нескольких длинах волн, спектрофотометр Agilent Cary 8454 UV-Vis является идеальным, позволяя одновременно отслеживать каждую требуемую длину волны.

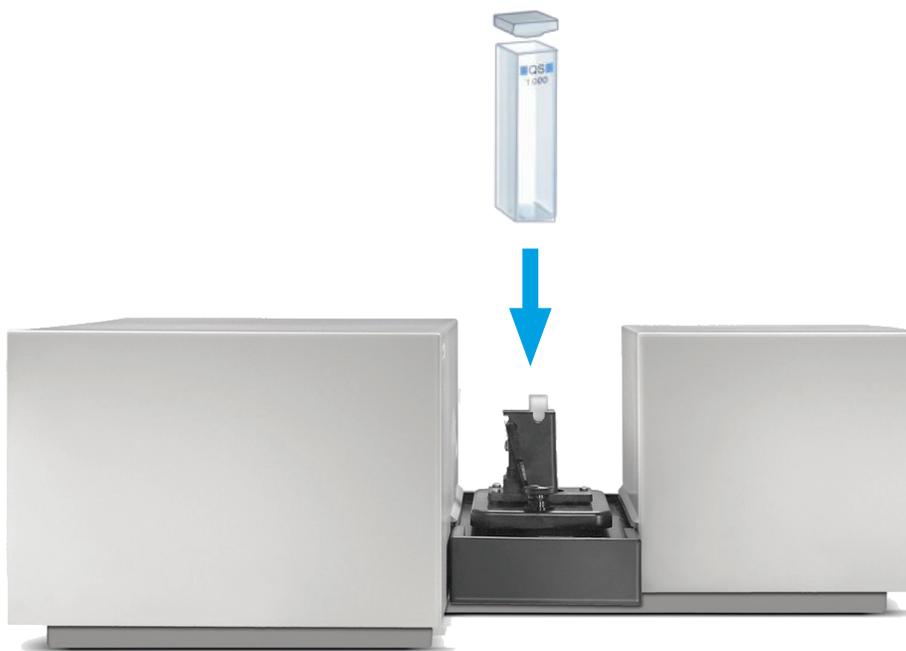
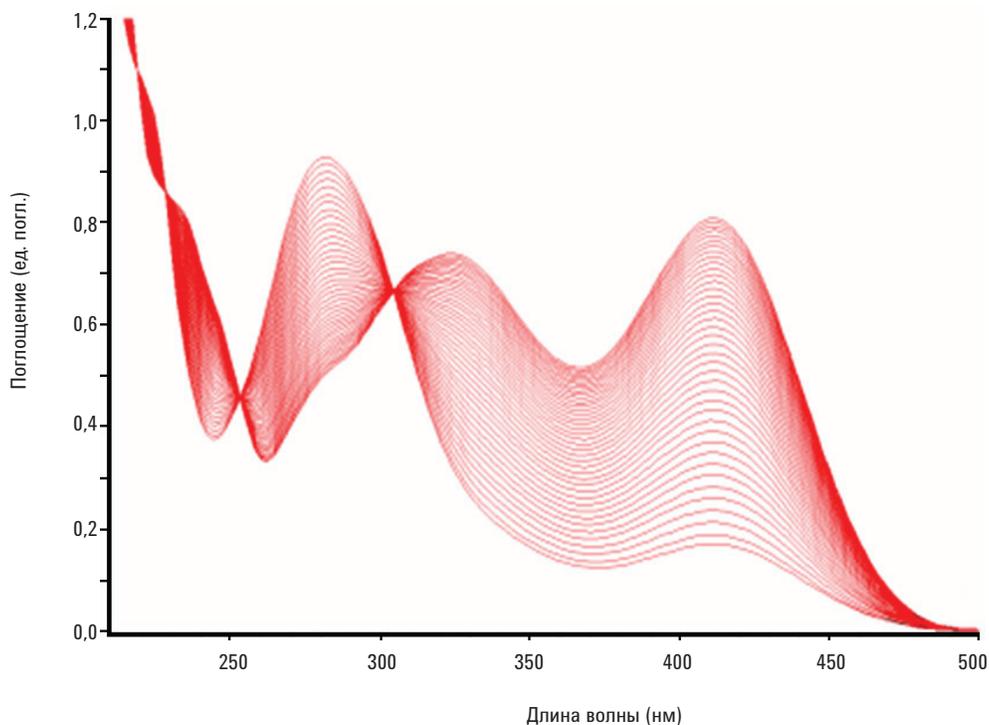


Рисунок 2. Открытая площадка для образца в спектрофотометре Agilent Cary 8454 UV-Vis.

Преимущества скоростного спектрофотометра включают повышенную производительность, поскольку пользователю не приходится ждать результатов в течение длительного времени. Каждый результат — это полный спектр, поэтому никакие данные не теряются, в случае необходимости они будут доступны и в будущем. Для таких задач, как контроль и обеспечение качества, возможность быстрого и полного доступа к образцу повышает производительность.

Дополнительным преимуществом является быстрое представление данных и результатов из аналитической системы в ПО ChemStation для УФ- и видимого диапазонов. Можно настроить методику, включив в нее анализ требуемых спектров, таким образом, чтобы конечные результаты отображались по завершении сбора данных.

На рис. 3 представлен пример скоростного сбора данных. Проводили мониторинг реакции гидролиза во времени, спектры получали в ходе реакции с интервалом в три секунды. Высокое качество собранных данных хорошо видно по устойчивым изобестическим точкам и превосходному соотношению «сигнал — шум» спектров.



**Рисунок 3.** Спектры, измеренные во время гидролиза распространенного индикаторного красителя.

### 3. Одновременный анализ на нескольких длинах волн

Спектрофотометр с диодно-матричным детектором сконструирован таким образом, что сбор всего спектра происходит одновременно. Это одно из ключевых отличий прибора с диодной матрицей от традиционных приборов, которое дает дополнительные преимущества при решении конкретных задач.

Возможность измерений на нескольких длинах волн может использоваться для подтверждающего анализа. В приведенном ниже примере количественное определение кофеина традиционным способом проводили бы посредством калибровки по стандарту и измерения неизвестных соединений при 274 нм. В случае если неизвестные соединения не имеют примесей, полученные результаты будут правильными. Если же примеси, например салициловая кислота, присутствуют, то количественные результаты будут неправильными, поскольку примеси также поглощают излучение на волне 274 нм и, что еще хуже, нет никакой возможности выявить ошибочность результатов.

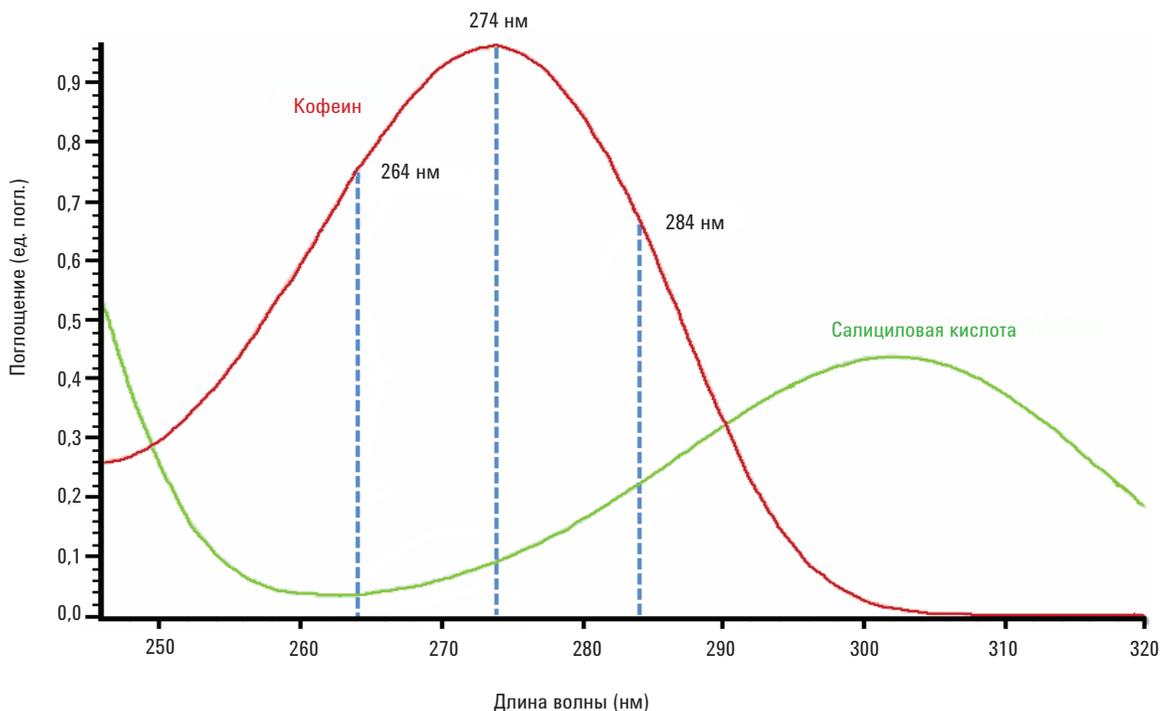
Диодная матрица предполагает сбор спектра по всем длинам волн, поэтому можно быстро проверить, влияют ли примеси на результат. Стандарты и неизвестные соединения измеряются на нескольких длинах волн в один и тот же момент времени. Таким образом, количественный анализ и проверка на примеси происходят одновременно (рис. 4).

Еще одно преимущество сбора спектра на нескольких длинах волн заключается в том, что в файл включаются все данные. В рамках метода можно указать, что все собранные данные должны автоматически сохраняться с целью отслеживания результатов. Необработанные данные хранятся со всеми примечаниями, описанными выше. Кроме того, даже если анализ проводится только

на одной волне, можно задать сбор и сохранение всех спектров, чтобы информация об образце была доступна для просмотра.

#### 4. Воспроизводимость длины волны

Важным преимуществом спектрофотометра Agilent Cary 8454 UV-Vis с диодно-матричным детектором является воспроизводимость длины волны. Оптическая конструкция прибора такова, что никакие движущиеся детали не влияют на измерение образца. Именно благодаря такой фиксированной оптической системе спектрофотометр Agilent Cary 8454 UV-Vis демонстрирует превосходную воспроизводимость длины волны.



**Рисунок 4.** Анализ на подтверждение кофеина в присутствии салициловой кислоты. Поглощение салициловой кислоты может регистрироваться при 284 нм, поэтому можно определить ее вклад в значение поглощения при 274 нм.

На рис. 5 показано, насколько важное значение имеет воспроизводимость длины волны. Самым эффективным методом количественной спектрофотометрии является измерение образца при максимальном поглощении. При максимальном поглощении наблюдается наилучшее соотношение «сигнал — шум», но кроме того на пике скорость изменения поглощения в зависимости от длины волны близка к нулю.

Таким образом, даже если присутствует какая-либо невоспроизводимость, она не влияет на измеренное поглощение. На склоне полосы поглощения наблюдается быстрое изменение поглощения в зависимости от длины волны, и любая невоспроизводимость приводит к значительной ошибке в определении поглощения. Приборы с диодно-матричным детектором могут проводить измерения с высокой воспроизводимостью даже на склоне полос поглощения не только от измерения к измерению, но и в течение недель, месяцев и даже лет.

Благодаря высокой воспроизводимости длины волны больше нет никаких ограничений при выборе аналитической длины волны. Длину волны на склоне полосы поглощения можно использовать, если она дает лучшие результаты, поскольку позволяет избежать помех от примесей, которые возникают при максимальном поглощении. Данные надежны во всех точках спектра, что очень важно для таких методик, как многокомпонентный анализ с расчетом по методу наименьших квадратов, в которых используются данные из определенного спектрального диапазона. Также благодаря долговременной воспроизводимости «электронные стандарты» целесообразно хранить на диске. Трудные для получения, нестабильные или токсичные соединения можно измерить в качестве стандарта только один раз, а затем с высокой степенью уверенности использовать полученные для них данные из файла.

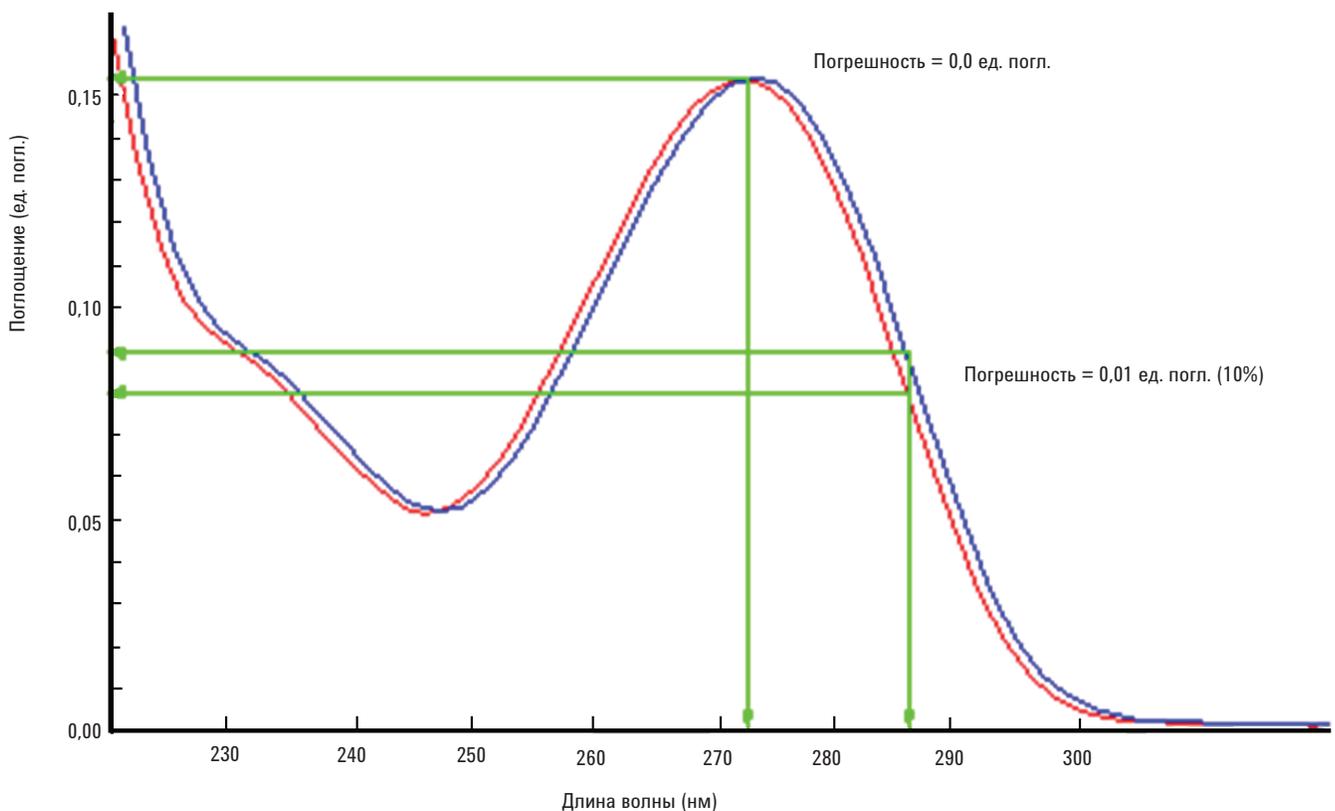


Рисунок 5. Влияние воспроизводимости длины волны на погрешность поглощения.

## 5. Статистика по измерениям

Параллельное детектирование, воплощенное в системе Agilent Cary 8454 UV-Vis, позволяет собирать данные с высокой скоростью. Поэтому используется время измерений, равное 0,5 или 1,0 с, и на каждое выполненное измерение приходится 5 или 10 измеренных и усредненных вместе спектров. Кроме того, для каждой точки данных рассчитывается стандартное отклонение, которое является показателем надежности точки данных.

В табл. 1 приведен перечень значений поглощения и стандартного отклонения для перхлората в качестве стандарта в диапазоне 190–226 нм, который демонстрирует, насколько сильно может измениться надежность данных. Хорошо известны проблемы плохой воспроизводимости в нижней области УФ-диапазона (например, из-за образования озона в корпусе лампы).

**Таблица 1.** Пример статистики по измерениям для каждого спектра, полученного с помощью системы Agilent Cary 8454 UV-Vis.

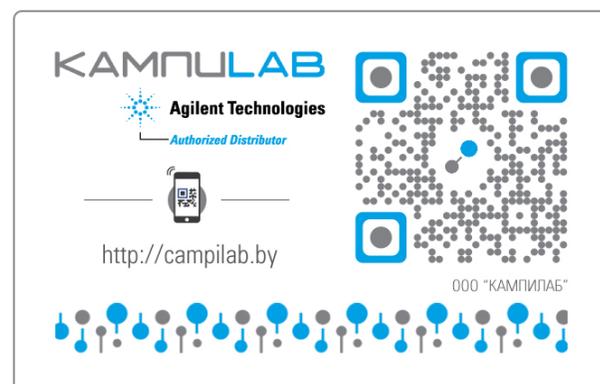
Длина волны	Поглощение	Станд. откл.	ОСО, %
190	1,82904	±0,00478	0,2613
192	1,83295	±0,00450	0,2455
194	1,74550	±0,00251	0,1438
196	1,47369	±0,00152	0,1031
198	1,12149	±0,00065	0,0580
200	0,83278	±0,00033	0,0396
202	0,63210	±0,00016	0,0253
204	0,49852	±0,00017	0,0341
206	0,41089	±0,00011	0,0268
208	0,34927	±0,00010	0,0286
210	0,30312	±0,00008	0,0264
212	0,26969	±0,00009	0,0335
214	0,24016	±0,00009	0,0375
216	0,21777	±0,00010	0,0459
218	0,20207	±0,00007	0,0346
220	0,18304	±0,00008	0,0437
222	0,16895	±0,00008	0,0474
224	0,15639	±0,00008	0,0512
226	0,14497	±0,00009	0,0621

При использовании спектрофотометра с диодно-матричным детектором погрешности во всех частях спектра измеряются количественно с высокой точностью.

Статистические сведения о надежности точек данных имеют важное значение для хемометрических методик, таких как многокомпонентный анализ с расчетом по методу наименьших квадратов и максимального правдоподобия. Статистические сведения могут значительно повысить точность результатов анализа. Кроме того, контроль статистических значений часто помогает выявить проблемы с образцом или прибором. Это особенно важно для автоматических систем.

## Резюме

Спектрофотометр Agilent 8454 UV-Vis с диодно-матричным детектором предназначен для скоростного и точного анализа жидких образцов. Он идеально подходит для измерений на нескольких длинах волн, например кинетических исследований или многокомпонентного анализа жидких образцов. Новая система Agilent Cary 8454 UV-Vis продолжает традиции достоверной и надежной спектрофотометрии в УФ- и видимом диапазонах на основе диодно-матричной технологии. Благодаря минимальному числу подвижных деталей и короткой и жесткой оптической скамье спектрофотометр Agilent Cary 8454 UV-Vis исключительно надежен и требует минимального обслуживания.



Agilent Technologies, Inc.  
www.agilent.com

© Agilent Technologies, Inc., 2014  
Информация может быть изменена без предупреждения.  
Напечатано 13 марта 2014 г.  
5991-4272RU

