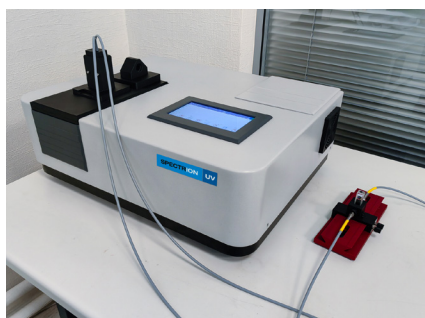


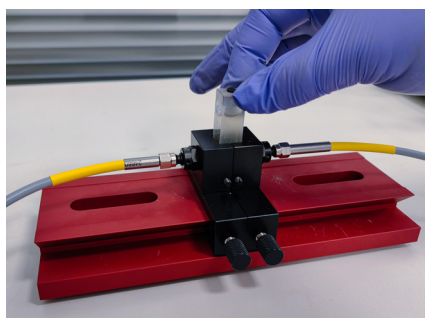


УФ/ВИД СПЕКТРОФОТОМЕТР

SPECTRION UV



Двухлучевой спектрофотометр SPECTRION UV с волоконно-оптическим интерфейсом



Держатель кювет для удаленных измерений

Фотометрические измерения удалённых объектов

Антон Бахтин, ведущий разработчик, ООО «Шелтек Групп»

Спектрофотометрические методы анализа играют ключевую роль практически в любой лаборатории ещё с начала 20 века: они довольно легки в реализации, обладают хорошим аналитическим откликом и чувствительностью, а результаты довольно легко поддаются интерпретации. Такие измерения можно условно разделить на четыре типа [1]:

- Измерение оптической плотности на одной или нескольких длинах волн
- Сканирование спектров
- Количественный анализ по закону Бугера-Ламберта-Бэра
- Кинетические измерения

Все эти типы измерений можно реализовать на универсальном истинно-двухлучевом высокоточном спектрофотометре **SPECTRION UV** (производство компании Shenzhen ION Engineering Technologies Ltd. KHP) [2]

Зачастую пробы помещаются в отделение для образцов спектрофотометра в виде растворов в кварцевых или стеклянных ёмкостях (кюветках), либо устанавливаются в держатели в виде плёнок или твёрдых материалов, однако существует целый ряд аналитических задач, когда возникает необходимость работы с пробами вне спектрофотометра, а на удалении от него. В качестве примеров таких измерений можно привести следующие:

- Измерения очень большого количества проб с помощью погружного зонда
- Работа с образцами в вытяжном шкафу или изолированном боксе (когда нет возможности разместить спектрофотометр целиком)
- Работа с объектами большой площади
- Исследование кинетики процессов непосредственно в установке (онлайн).

Для реализации возможности таких измерений был разработан волоконно-оптический интерфейс, позволяющий с помощью специализированных ВОЛС-кабелей направлять свет от источника спектрофотометра на удалённый образец и передавать поглощенное/отраженное излучение обратно на детектор спектрофотометра. В данной статье мы рассмотрим измерение пропускания жидкостных и твердотельных оптических светофильтров на спектрофотометре **SPECTRION UV**, оснащённом волоконно-оптическим интерфейсом. Кюветы с образцами будут помещаться в специализированное кюветное отделение, находящееся от спектрофотометра на расстоянии 2 (двух) метров.

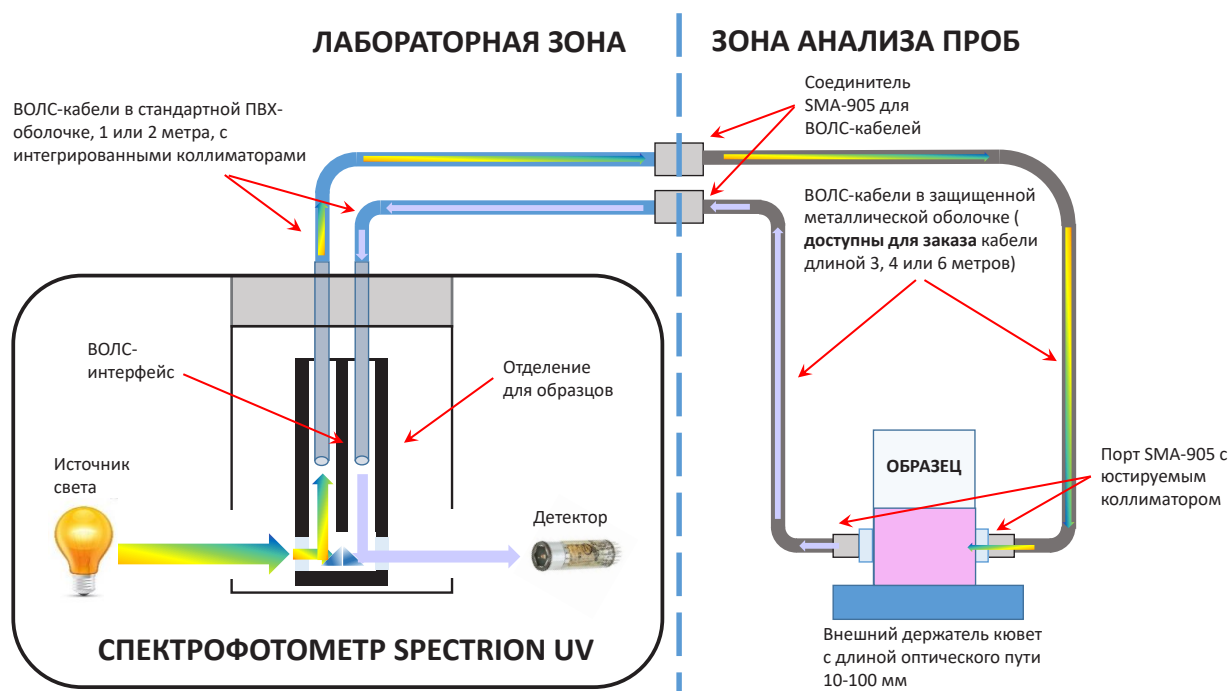


Рис. 1. Схема измерений с применением волоконно-оптического интерфейса

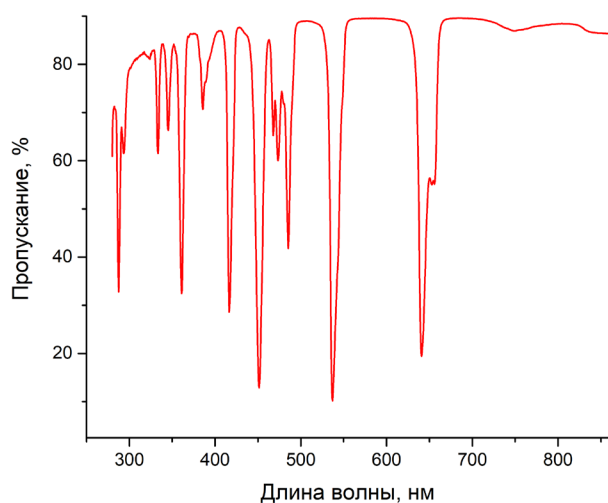


Рис.2: Спектр пропускания стандартного раствора перхлората гольмия, полученный на спектрофотометре SPECTRION UV с помощью волоконно-оптического интерфейса

Исследование стандартного раствора перхлората гольмия

Раствор перхлората гольмия [1] позволяет проверить точность установки длин волн любого сканирующего спектрофотометра, поскольку f-элементы обладают уникальными узкополосными спектрами с тонкой структурой. Положение абсциссы таких пиков является постоянной величиной и именно поэтому используется в метрологических целях.

На Рис. 2 представлен спектр стандартного раствора перхлората гольмия, полученный с помощью волоконно-оптического интерфейса на спектрофотометре **SPECTRION UV**, а в Таблице 1 представлено сравнение полученных данных с данными действующего сертификата стандартного раствора.

Абсолютная погрешность определения референсных длин волн не превышает 0.3 нм, что соответствует даже требованиям Фармакопеи РФ[1].

Таблица 1: Тестирование точности установки длины волны спектрофотометра SPECTRION UV с волоконно-оптическим интерфейсом

Измерено, нм	287.5	361.2	451.5	485.5	536.5	640.3
Референс, нм	287.2	361.3	451.4	485.2	536.6	640.5

Исследование твердотельных светофильтров КУВИ

Фотометрическая точность

Светофильтры КУВИ, входящие в комплект светофильтров КС-105, представляют собой подложку из оптического кварца с тонкослойным металлическим напылением [4]. Чем толще такое напыление, тем больше света из источника оно задерживает; таким образом светофильтры КУВИ используются для тестирования точности отображения ординаты (или так называемой фотометрической точности). В Таблице 2 приведены значения поглощения светофильтров КУВИ, полученные с помощью волоконно-оптического интерфейса, а также данные действующего свидетельства о поверке комплекта светофильтров КС-105.

Таким образом абсолютная погрешность измерений не превышает 0.06 на самом тёмном фильтре (2.5% Т) что достаточно немного для подобных измерений. Для более высоких значений длин волн погрешность падает и зачастую не превышает критерия Фармакопеи РФ [1], равного 0.01.

Таблица 2: тестирование фотометрической точности спектрофотометра SPECTRION UV с волоконно-оптическим интерфейсом

Тип фильтра	Данные	220 нм	300 нм	400 нм	550 нм	750 нм
Светофильтр КУВИ 90%	Измерено	0.0442	0.0358	0.0328	0.0315	0.0308
	Референс	0.042	0.034	0.032	0.030	0.030
Светофильтр КУВИ 50%	Измерено	0.3370	0.3043	0.2366	0.2388	0.2457
	Референс	0.332	0.301	0.235	0.237	0.244
Светофильтр КУВИ 10%	Измерено	1.0908	1.0140	0.9585	0.9575	0.9537
	Референс	1.076	1.000	0.949	0.949	0.947
Светофильтр КУВИ 2.5%	Измерено	2.1900	1.5888	1.4299	1.4329	1.4325
	Референс	2.131	1.559	1.417	1.424	1.425

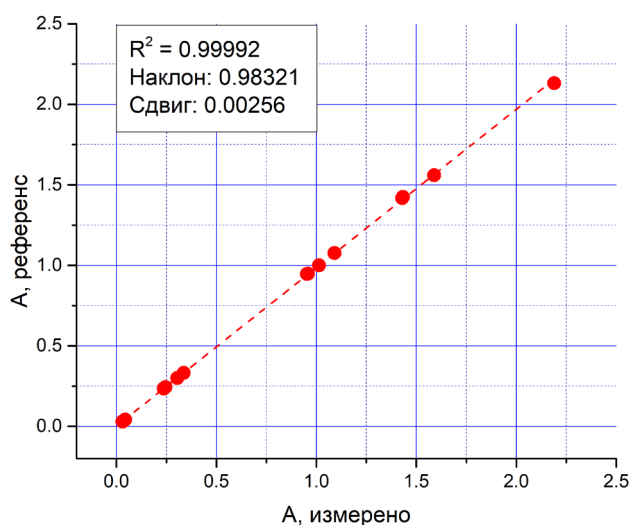


Рис.3: График «введено-найдено» теста фотометрической линейности для волоконно-оптического интерфейса SPECTRION UV

Результаты тестирования показали, что волоконно-оптический интерфейс для спектрофотометра SPECTRION UV – это надёжное и высокоточное решение, позволяющее анализировать объекты, находящиеся на удалении от прибора.

Универсальные разъёмы ВОЛС-кабелей SMA-905 позволяют подключать к интерфейсу не только кюветное отделение, но и любые другие крайне полезные аксессуары – интегрирующие сферы (с диаметром 30, 50 или 80 мм), а также зонды на отражение и пропускание.

Фотометрическая линейность

Тестирование фотометрической линейности позволяет оценить с одинаковой ли чувствительностью детектируются малые и большие концентрации анализов. Для оценки линейности мы воспользуемся тестом [5] и результатами тестирования фотометрической точности. Для этого представим на графике «введено-найдено» (Рис. 2) измеренные и референсные значения и построим аппроксимирующую прямую. Как видно, применение волоконно-оптического интерфейса не нарушает линейности системы детектирования спектрофотометра SPECTRION UV как в области малых, так и в области больших концентраций.

Наклон полученной прямой превышает минимальный фармакопейный критерий со значением 0.95, а сдвиг не превышает 0.05.

ЛИТЕРАТУРА

- [1] ОФС.1.2.1.1.0003. Общая фармакопейная статья. Спектрофотометрия в ультрафиолетовой и видимой областях
- [2] Спектрофотометр SPECTRION UV, url: <https://scheltec.group/уф-вид-спектрофотометры-spectrion-uv/>
- [3] Holmium liquid filter (240 - 650 nm) for checking the wavelength accuracy. Technical specifications. url: <https://www.hellma.com/ja/laboratory-supplies/uvvis-reference-materials/checking-wavelength-accuracy/holmium-liquid-filter>
- [4] 22054-01. Комплекты светофильтров КС-105. Описание типа Средств Измерений // ФГУ «Тест-С.-Петербург», 2010, 3 стр.
- [5] PA/PH/OMCL (19) 100 R1. Qualification of Equipment Annex 3: Qualification of UV-Visible Spectrophotometers