



Introduction to Gas Phase FTIR Spectroscopy

FTIR 분광기 소개

FTIR은 Fourier transform infrared(푸리에 변환 적외선)을 가리키는 말로, 적외선 분광기에서 선호되는 방식입니다. 적외선(IR) 분광기에서 전자기 스펙트럼 IR 영역의 방사선이 가스 샘플을 통과하면 적외선 방사선 중 일부는 샘플에 흡수되고 일부는 투과됩니다. 그로 인한 결과물 스펙트럼은 분자 흡수와 투과 반응으로 나타나며, 샘플의 분자 지문을 만들어냅니다. 지문처럼, 두 개의 고유 분자 구조는 어떤 경우에도 동일 적외선 스펙트럼을 만들어내지 않습니다. 여러 가지 타입의 분석에 적외선 분광기가 유용한 이유가 이 때문입니다.

FTIR 분광기가 제공할 수 있는 정보는 무엇인가요?

- 고순도 가스 샘플에서 미량 오염물질을 알아낼 수 있습니다.
- 디젤 엔진 배기가스나 연속 방출 감시(continuous emissions monitoring, CEM) 같은 연소 과정에서 최대 30 개 성분을 측정할 수 있습니다.
- ppb(parts per billion)부터 99.99%까지 넓은 농도 범위에서 가스 샘플을 정량화 할 수 있습니다.
- 가스 샘플을 연속 감시하여 시간 대비 농도(Concentration versus Time) 추세 차트를 내놓을 수 있습니다.
- 그러나 O₂, N₂, H₂, He, Ar처럼 스펙트럼의 적외선 영역에 흡광 대역이 없는 이원자 가스나 불활성 가스는 검출할 수 없습니다.

이 책자는 FTIR 가스 분광기의 원리를 소개하는 책자로, 기본 FTIR 이론과 작동 원리, FTIR 가스 분석에서 반드시 고려해야 할 실질적 요소들을 다루려 합니다. 본 정보가 이 강력한 기술의 중요성과 유용성을 충분히 이해할 수 있는 기회가 되기를 바랍니다.

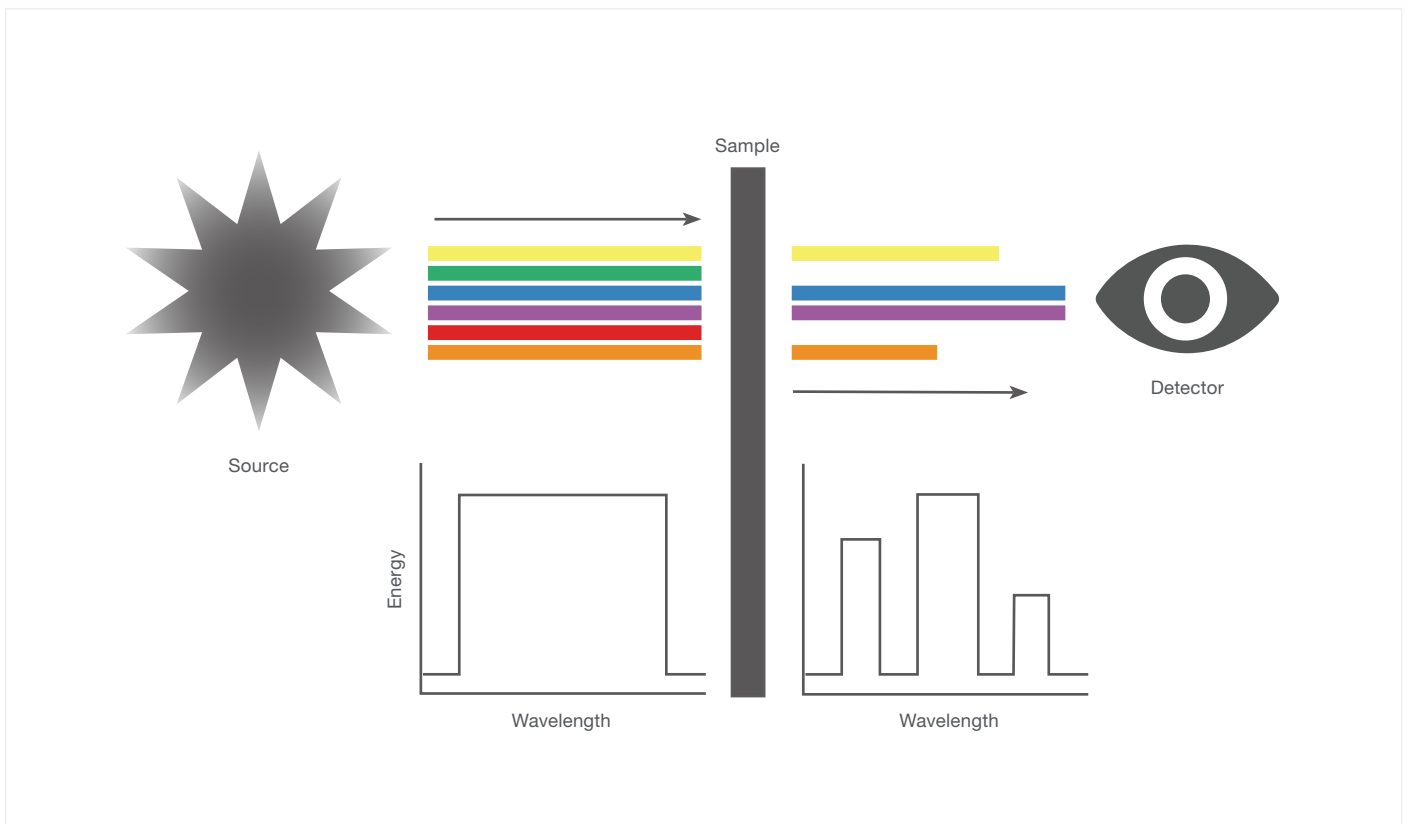


그림 1. 샘플을 통과하는 빔 경로를 보여주는 분광계 개념도. 일부 파장은 투과되고 일부는 흡수됨.

FTIR 가스 분석 분광기

왜 적외선 분광기인가?

적외선 분광기는 70년 이상 실험실의 물질 분석에서 이용된 기법이었습니다. 적외선 스펙트럼은 흡수 피크를 이용한 샘플의 지문으로, 물질을 구성하는 원자 결합들 사이의 진동 주파수에 해당합니다.

각각의 화합물은 고유의 원자 조합으로 이루어져 있기 때문에, 두 개 화합물이 정확히 동일한 적외선 스펙트럼을 만들어내는 경우는 없습니다. 따라서, 적외선 분광기는 물질 고유의 조성을 포지티브 식별(정성 분석)해낼 수 있습니다. 또한, 적외선 스펙트럼의 피크 크기는 존재하는 물질의 양에 대한 직접 지표입니다. 현대적 소프트웨어 알고리즘을 이용했을 때 적외선 분광기는 정량 분석의 훌륭한 도구입니다.

가스상 적외선 분광기

적외선 분광기의 핵심 장점은 단 한 번의 스캔으로 여러 주파수를 동시 측정한다는 것입니다.

이 광역 스펙트럼 방식은 많은 화학 결합 타입에 대해 정보를 제공합니다. 서로 다른 IR 주파수가 서로 다른 에너지 레벨에서 서로 다른 분자 진동/회전을 일으키기 때문입니다. 예를 들어, C=C 이중 결합은 C-C 단일 결합보다 더 강하고 더 단단합니다. 그래서 진동을 일으키려면 더 높은 에너지 입력이나 더 높은 주파수가 필요합니다.

마찬가지로, H-Cl 결합은 N-O 결합과 다른 주파수에서 진동하게 될 것입니다. 적외선 검출기는 샘플을 통과하는 각각의 주파수마다 에너지량을 측정하여 주파수 대비 흡광 세기를 그린 도표를 만듭니다. 푸리에 변환 적외선(Fourier transform infrared, FTIR) 분광기는 여러 가지 이유로 다른 가스 분석기보다 선호됩니다:

- 이것은 샘플을 준비할 필요가 거의 없거나 전혀 없는 비파괴 기법입니다.
- 단 한 번의 측정으로 넓은 농도 범위에 걸쳐 복수의 성분들을 정량화할 수 있습니다.
- 극도로 안정적인 캘리브레이션으로 정밀 측정을 내놓습니다.
- 초당 5 회 스캔으로 고속 과도응답을 빨리 모니터링 할 수 있습니다.
- 수많은 성분에 대해 스캔을 반복하여 검출 범위를 ppb(part-per-billion)까지 낮춤으로써 감도를 개선할 수 있습니다.

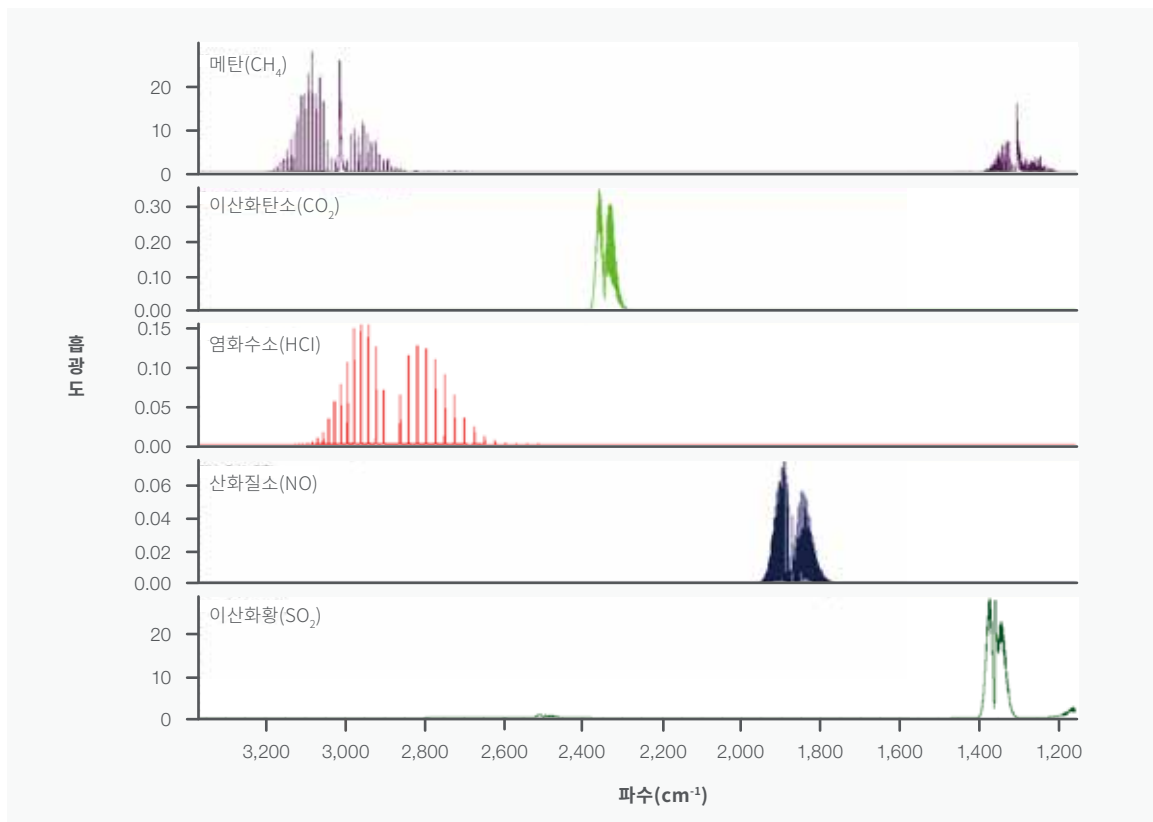


그림 2. 일반 가스들의 스펙트럼. 풀-스펙트럼 FTIR 분석은 한 샘플에서 여러 성분들을 모니터링 할 수 있음.

FTIR 분광기의 작동 원리

FTIR 분광기의 핵심 장점은 모든 스펙트럼 주파수를 동시에 측정한다는 것입니다. 예전 IR 기술은 확산 격자(dispersion gratings)를 이용했지만 이제는 스펙트럼을 통해 한 번에 하나의 주파수를 스캔합니다. FTIR 분광계는 Interferometer라 불리는 광학 장치를 사용하는데, “인코딩” 되어 있는 적외선 주파수 모두를 변조하며 가스 샘플에 대해 초당 최대 5 회 스캔까지 매우 빠르게 신호를 측정할 수 있습니다. 그래서 분광계는 시간에 따른 샘플 농도의 빠른 변화를 모니터링 할 수 있습니다.

대부분의 Interferometer는 beamsplitter를 채택하고 있는데, 이것은 들어오는 적외선 빔을 받아 두 개의 광학 빔으로 나눕니다. 한 빔은 평면에 고정된 평평한 거울에서 반사됩니다. 다른 빔은 beamsplitter로부터 매우 짧은 거리(보통 수 밀리미터) 움직이는 메커니즘 위에 장착된 거울에서 반사됩니다. 두 개 빔은 각각의 거울에서 반사된 후 beamsplitter에서 다시 만나 재조합 됩니다. 한 빔이 이동하는 경로는 고정 길이이고 다른 빔은 거울 움직임에 따라 지속적으로 변하기 때문에, Interferometer를 나가는 신호는 이 두 개 빔이 광학적으로 서로 “간섭”한 결과물입니다. 그로 인한 결과물 신호를 interferogram이라 하는데, 이것의 특징은 모든 데이터 지점(움직이는 거울 위치와 함수 관계)이 원천에서 나오는 모든 적외선 주파수의 정보를 가지고 있다는 것입니다. 즉, interferogram을 측정하면 모든 주파수가 동시 측정된다는 뜻입니다. 따라서 Interferometer를 사용하면 측정이 매우 빨라집니다.

분광 해상력, 즉 인접 흡광 피크를 서로 구별할 수 있는 능력은 서로 다른 성분을 구분해낼 수 있어 가스 분석에서 중요합니다.

가스 스펙트럼은 보통, 고체 샘플이나 액체 샘플의 특징인 보다 넓고 둥근 스펙트럼 대역에 비해, 급격하고 좁은 다수의 흡광 대역을 스펙트럼 “외피” 안에 포함하고 있습니다. 이것은 분자간 효과로부터 보다 자유로운 가스 분자 때문으로, 화학 결합 속 원자가 자유롭게 회전, 진동할 수 있게 해줍니다. 이런 이유로 분광계를 설정할 때에는 고해상 데이터(보통 0.5 cm^{-1})를 수집해 가스 스펙트럼의 급격한 피크들을 각각 분석할 수 있도록 설정해야 합니다.

분석자는 주파수 스펙트럼(각 개별 주파수에서의 세기 도표)이 있어야 식별을 할 수 있기 때문에, 측정된 interferogram 신호를 직접 해석할 수 없습니다. 개별 주파수에 대한 “디코딩” 수단이 필요합니다. 이것은 푸리에 변환(Fourier transformation, FT)이라는 잘 알려진 수학 기법을 통해 달성 가능합니다. 이 변환은 컴퓨터에 의해 실행되며, 그런 다음 분석에 필요한 스펙트럼 정보를 사용자에게 내놓습니다.

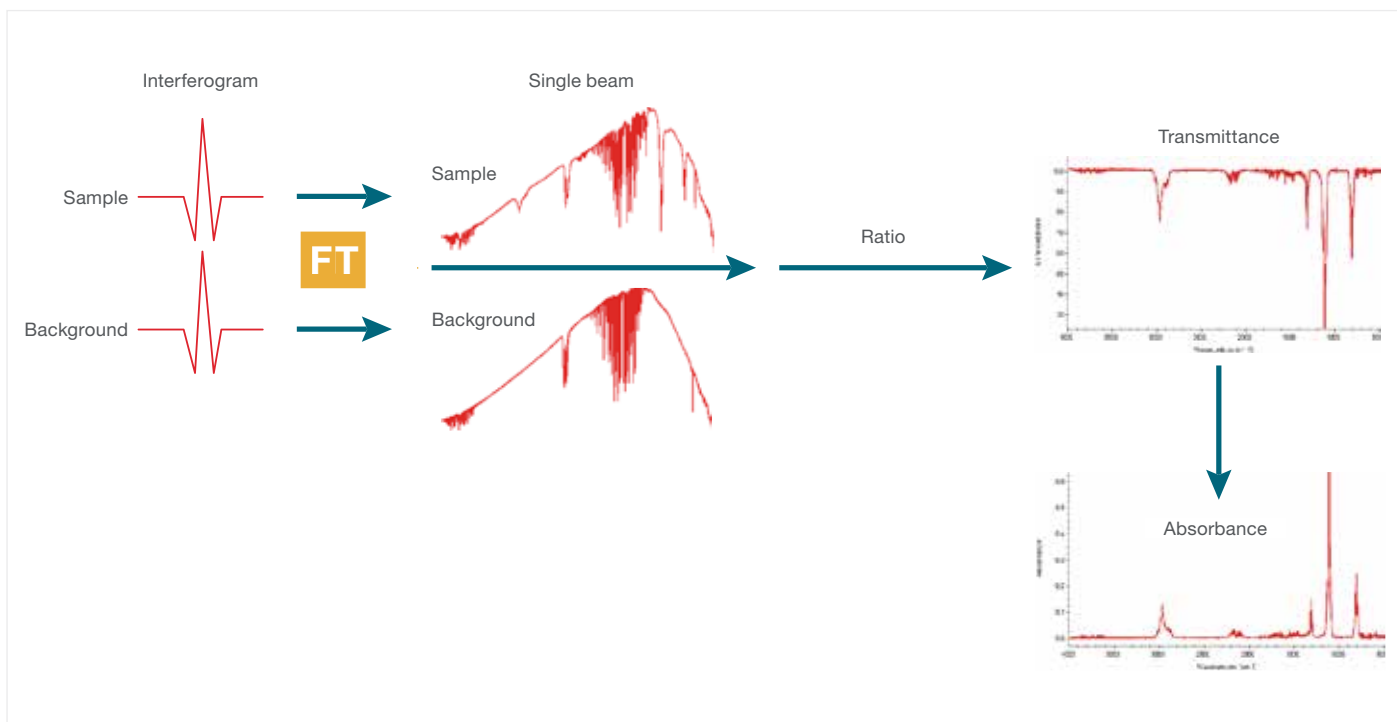


그림 3. FTIR 데이터 처리에 수반되는 단계들의 요약.

가스 샘플 분석 프로세스

FTIR 분광계에서 스펙트럼을 생성할 때 이 절차에 따릅니다:

1. 광원: 적외선 에너지가 광원에서 발산됩니다. 이 빛이 구멍을 통과하면서 가스 샘플(종국적으로는 검출기)에 도달하는 에너지의 양이 조절됩니다.
2. Interferometer: 빛이 Interferometer로 들어오고, 여기에서 “스펙트럼 인코딩”이 발생합니다. 그런 다음, 결과물인 interferogram 신호가 Interferometer를 나갑니다. Interferometer는 정밀 파장 캘리브레이션과 거울 위치 제어, 데이터 획득 타이밍을 위해 레퍼런스 레이저를 사용합니다.
3. 샘플: 가스 샘플을 창이 있는 가스실 안에 넣습니다. 가스실을 밀폐한 후 적외선 빛이 가스실 안으로 통과하게 합니다. “백색” 가스실은 한쪽 끝에 반사율이 높은 금 거울을 가지고 있어 IR 빛이 가스실을 나가기 전에 샘플을 여러 번 통과할 수 있습니다. 가스 샘플은 일정 온도와 압력으로 유지되어 재현 가능한 샘플링이 보장됩니다.
4. 검출기: 빛은 결국 최종 측정을 위해 검출기로 이동합니다. 사용된 검출기는 interferogram 신호를 측정할 수 있도록 특별히 고안된 것입니다.
5. 컴퓨터: 측정된 신호는 디지털화 되어 컴퓨터로 전송되는데, 이곳에서 푸리에 변환이 일어납니다. 그런 다음, 최종 적외선 스펙트럼이 사용자에게 보내져 해석과 그 밖의 조종에 사용됩니다.

흡수 세기의 상대 평가 기준이 있어야 하기 때문에, 배경 스펙트럼을 반드시 측정해야 합니다. 기기 응답을 “제로”로 맞추려면 비워진 가스실이나 N_2 또는 다른 비흡수 가스로 채운 가스실을 배경으로 취합니다. 그런 다음 배경이나 제로 스펙트럼을 가스실 내 샘플 스펙트럼과 비교하여 각 주파수의 “퍼센트 투과율”을 알아냅니다. 배경 스펙트럼과 샘플 스펙트럼에 공통하는 스펙트럼 특질이 있다면 그것은 서로를 상쇄시켜 최종 측정에는 나타나지 않게 됩니다. 따라서 스펙트럼의 모든 스펙트럼 특질은 샘플에 기인하게 됩니다. 이 기법은 스펙트럼에 영향을 미치는 기기의 스펙트럼 왜곡이나 드리프트를 보정합니다. 하나의 배경 측정을 수많은 샘플 측정에 사용할 수 있습니다. 이 배경 스펙트럼은 기기 자체의 특징이기 때문입니다.

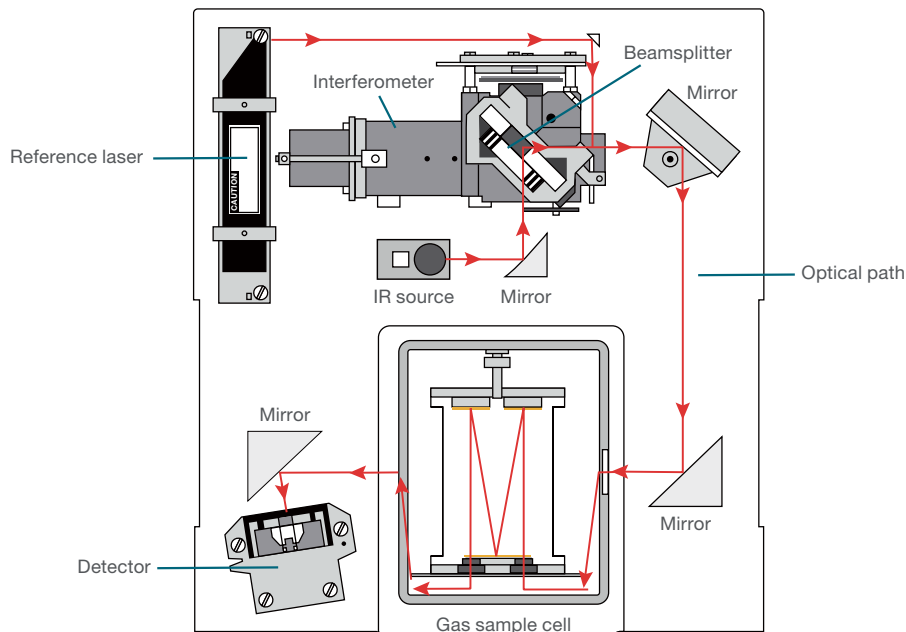


그림 4. 분광계의 일반적인 레이아웃.

FTIR 분광기 소개

아래는 다른 분석 기법에 비해 FTIR 분광기가 가지고 있는 주요 이점들입니다.

하나의 샘플로 다수의 가스 분석 가능

대부분의 분석 센서는 NOx 가스(NO/NO₂) 화학발광(CL) 검출기처럼 대상 가스를 1 개나 2 개만 감지합니다. 이에 비해, FTIR 분광계는 모든 IR-활성 가스를 동시에 샘플링 하고 일부 방식은 30 개 이상 개별 가스를 분석합니다!

다양한 산업 화합물 분석

- 연소 부산물 CO, CO₂, H₂O
- 메탄(CH₄)과 기타 탄화수소 종
- 환경용 NO, NO₂, N₂O, NH₃
- HCl, HCN, HF, HBr, SO₂같은 독성 가스나 부식 가스
- NF₃, SiF₄, CF₄, CO₂와 많은 클로로/플루오로카본 같은 반도체 가스
- 알코올, 알데하이드, 방향족 화합물(BTEX) 같은 화학 종

가스 FTIR 응용	수집되는 정보
고순도 특수 가스	반도체 및 산업 제조를 위한 가스 속 낮은 ppb의 오염물질
조종사 호흡 산소(ABO)	조종사, 스쿠버 탱크, 소방관을 위한 산소나 압축 호흡 공기의 순도
연소 배출가스 분석	NOx 가스, SO ₂ , VOC 같은 오염물질의 연속 방출 감시(Continuous emissions monitoring, CEMS)
촉매제 연구	촉매 화학 반응의 가스 부산물과 동역학
화재안전 과학	연소 물질에서 방출되는 HCl나 HF 같은 연기 독성 가스의 농도
재생 에너지	바이오매스, 발효, 쓰레기매립지의 혐기성 소화로 방출되는 가스 프로파일
광원 시험	EPA 지정 오염물질 감시

빠르고 편리한 샘플

샘플을 가스실에 직접 넣어 바로 측정할 수 있어 가스 샘플 취급이 간편합니다.

고정 온도 및 압력에서 가스실을 제어하기만 하면 재현가능한 결과를 얻을 수 있습니다. 데이터 수집에 확산기, 집진장치, 화학 유도화를 사용할 필요가 없습니다. 고온 습성 가스는 물 응결(“콜드 트랩”)을 거칠 필요 없이 바로 샘플링 할 수도 있고, 실내 공기와 희석하여 Tedlar® 백에서 포집할 수도 있습니다. 검댕이나 기타 고체상 오염물질용 미립자 필터를 이용해 가스실을 청결하게 할 수도 있습니다.

FTIR 분석은 개별 가스 샘플의 품질을 모니터링 하는데 사용할 수도 있고(예: 순수한 특수 가스), 계속적인 샘플 흐름에서 농도 추세 차트를 만드는데 사용할 수도 있습니다(예: 연속 방출 모니터링—CEM). 가스 크로마토그래피(GC)와 달리, FTIR 분광기는 초마다 또는 이보다 더 빠르게, 일시적 이벤트에 대한 샘플 농도의 빠른 변화를 측정할 수 있습니다.

정량적 FTIR 데이터 역시 쉽게 자동화하고 산업 프로세스 제어 시스템과 통합할 수 있으며, O₂ 센서 같은 다른 분석기 결과와 조합할 수도 있습니다.

넓은 동적 범위—퍼센트 레벨부터 ppb까지

가스실 경로길이와 스펙트럼 해상력 같은 가스 샘플링 파라미터를 적절히 선택함으로써 FTIR 분광기는 현저하게 다른 농도에서도 가스를 분석할 수 있습니다. 예를 들어, 연소 샘플에 대한 FTIR 분석은 25%에서 CO₂값을 측정할 수 있고 NO 값을 1 ppm까지 측정할 수 있습니다. 고순도 가스 샘플에서 낮은 ppb(parts-per-billion)의 오염물질을 검출하는 것은 샘플링 시간을 1 분 미만으로 했을 때 달성할 수 있습니다.

안정적인 응답으로 매일 캘리브레이션을 재실행할 필요성을 제거

대부분의 가스 분석기는 사용자가 스펠 가스(캘리브레이션 가스)로 매일 분석기 캘리브레이션을 재실행하여 기기 응답 변화를 조정해야 합니다. 이에 반해 FTIR 캘리브레이션은 매우 안정적이라 캘리브레이션을 다시 실행하지 않아도 무한정 정확성을 유지하는데 새롭게 배경/제로 스캔을 하면 최종 흡광 스펙트럼의 기기 드리프트가 보정되기 때문입니다.

가스 샘플링에서 실질적으로 고려할 점들

FTIR 가스 분석 시스템을 설정할 때 고려해야 할 몇 가지 핵심 사항들이 있습니다. 최고 수준의 정확도를 기하려면, 가스 온도와 압력을 일정하게 유지해야 합니다. 그러면 스펙트럼에서의 변화는 농도 변화에만 기인하고 가스 밀도에는 기인하지 않게 됩니다.

아래 표는 가스가 분광계를 통과해 흐를 때의 전형적인 경로를 보여주고 있습니다. 격막 펌프가 진공을 만들어내 샘플을 가열 샘플 라인을 통해 가열 가스실로 끌어당겨 일정 온도를 유지합니다. 입구 밸브와 출구 밸브를 조정하면 가스가 가스실을 통과해 흐를 때 압력을 일정하게 유지할 수 있습니다. 아니면, 질량 유량 컨트롤러(mass flow controllers)를 이용해 가스실로의 일정 유량을 유지할 수도 있습니다.

가스 분석용으로 FTIR 분광계를 구성할 때 고려할 파라미터들

파라미터	분광계 옵션	구성 예
화합물의 농도 범위/검출 한계	검출 범위에 맞게 설계된 가스실 경로길이를 선택	• % 레벨의 경우 10 cm 셀 • ppm(part per million)의 경우 2 M 셀 • ppb의 경우 10 M 셀
온도와 압력	온도 및 압력 컨트롤러를 선택; 가압 가스실을 선택	연소로 인한 배출가스를 가열하여 물이나 기타 화합물의 응결을 방지해야 합니다.
샘플 채취 속도	채취 속도에 맞는 FTIR 검출기를 선택	• DTGS는 1-2 분 채취에 사용 • MCT는 매초 채취에 사용
고정 농도/변동 농도	샘플 조건에 맞춰 소프트웨어 선택	• 단일 샘플 • 농도 추세 차트
가스 샘플의 분석/정량화 방법	표준 또는 맞춤 캘리브레이션	정확한 예측에는 최적의 캘리브레이션이 필요
FTIR 단일 결과 또는 다른 센서 통합	digital control systems (DCS) 또는 programmable logic controllers (PLC)와 접목	• 자동화된 샘플 밸브 제어 • 이더넷(Modbus) 또는 4-20 mA(아날로그)을 통해 외부 컨트롤 시스템으로 데이터 전송

*사용자 현지 국가의 Thermo Fisher Scientific 전문가가 용도에 맞게 FTIR 시스템의 최적화 방법을 알려줄 것입니다.

가스 분석용 FTIR 분광기 솔루션

당사는 탄력적인 다목적 실험실 시스템부터 가혹한 산업 환경에 맞춘 튼튼한 시스템까지, 사용자의 실험실 요건에 맞는 Thermo Scientific™ 가스 분석기를 전 라인에 걸쳐 제공하고 있습니다. 표준 가스용 턴키 캘리브레이션은 고유 용도에 맞춘 커스텀 솔루션으로 핵심 환경 가스를 정확히 측정해드립니다.



MAX-iR FTIR 가스 분석기

대부분 응용분야의 한 자릿수 ppb 검출 한계를 위해 개발된 MAX-iR은 여러 다양한 간섭이 존재해도 정기적으로 정확한 가스 오염물질을 측정해 실시간으로 결과를 내놓습니다.

Thermo Scientific StarBoost 기술을 이용하는 MAX-iR 분석기는 이제 ppt(parts per trillion) 중반까지 측정이 가능하며, 느리고 값비싼 기존 기술에 도전하고 있습니다.



Antaris™ IGS FTIR 가스 분석기

이 탄탄한 FTIR 분광계는 연소 가스에 대한 환경 감시 같은 전담 표준 플랫폼으로 사용할 수 있습니다.

이 시스템은 개별 테스트를 위해 수동 조작할 수도 있고, 자동 운영을 위해 디지털 컨트롤 시스템(DCS)과 통합할 수도 있습니다.



MAX-IAQ 외기 감시 시스템

이것은 다습 환경에서도 멀티포인트 저레벨 검출을 할 수 있는 공장용 완전 자동 외기 감시 솔루션입니다. 완전 자동 시스템은 FTIR 스펙트럼 분석을 이용해 최대 20 개 샘플 위치에서 10- 100+ 화합물을 정량화 할 수 있습니다.



MAX-ASC-10 자동 샘플링 콘솔

이 콘솔은 샘플, 제로 가스, 캘리브레이션 가스 스트림을 자동으로 가열, 다중 송신하는 가스 샘플링 시스템입니다. 이것은 단일 샘플링 펌프와 미립자 필터를 이용해 질소와 캘리브레이션 스트림을 연결하면서 고온 습성 샘플을 처리할 수 있습니다.



MAX-Bev 2.0 CO₂ 순도 감시 시스템

이 완전 자동 시스템을 이용하면 가스 CO₂가 모든 ISBT(International Society of Beverage Technologists) 필수 순도 기준을 빠르게 충족할 수 있습니다. 20 개 이상 불순물을 정량화 하는 것 외에도, MAX-Bev는 정확한 퍼센트 CO₂ 측정을 할 수 있는, 시중에서 구입할 수 있는 유일한 시스템으로, 튜브나 습성 화학이 필요 없습니다. 또한 O₂ 센서와 함께 시스템을 구성할 수도 있습니다.



EMS-10 연속 배출 감시 시스템

이 시스템은 다양한 고정 광원들을 연속 배출 감시하기 위한 턴키 솔루션입니다. 이 통합 디자인은 4-채널 샘플 멀티플렉서와 산업 PC, 공장 자동화 소프트웨어, MAX-iR FTIR 가스 분석기를 통합 구현하고 있습니다.



Nicolet™ iG50 FTIR 분광계

샘플링 파라미터의 가변 조정이나 특별한 샘플링 구성이 필요한 용도에서 탄력적 샘플링을 하려면 이 커스텀 FTIR 분광계를 사용합니다. 광학 컴포넌트들을 배합하여 IR 빔을 기록하고 샘플에 직접 초점을 맞출 수 있습니다.



Antaris™ FTIR 가스 컨디셔닝 분석 시스템

서로 다른 용도 수요에 맞출 수 있도록 다양한 가스 샘플링 옵션을 제공하고 있습니다. 이 전체 랙 탑재 FTIR 분광계는 휴대성과 통합 조절 매니폴드 시스템으로 다양한 산업 환경에 턴키 솔루션을 제공합니다.

세부 정보: thermofisher.com/gas

Thermo Fisher Scientific 써모 피셔 사이언티픽 코리아
서울시 강남구 광평로 281 수서 오피스 빌딩 11층, 06349

대표번호 : 1661-9555 | 문의 : CAD.Korea.Info@thermofisher.com

For research use only. Not for use in diagnostic procedures. For current certifications, visit thermofisher.com/certifications

© 2022 Thermo Fisher Scientific Inc. All rights reserved. All trademarks are the property of Thermo Fisher Scientific and its subsidiaries unless otherwise specified. BR52338_E 12/22M