

이중광 적분구형 분광광도계의 제작 및 성능 평가

(Development of Two-beam Type Integrating Sphere Spectrophotometer
and Analysis of Its Performance)

정 만 호* · 김 용 완**

(Man - Ho Jeong · Yong - Wan Kim)

요 약

적분구를 사용한 이중광 형태의 분광광도계를 제작하고 측정 정확도를 분석하였다. 분광광도계의 적분구 효율을 분석하고 효율 값과 분광광도계의 전체 측정 오차의 관계를 구하였다. 특히 샘플포트 등 적분구의 형태에 따른 적분구 특성을 고려하여 적분구를 제작하였으며 백색 표준판 및 흑색 표준판을 사용하여 성능을 평가하였다. 측정 오차는 $\pm 0.5\%$ 를 얻었다.

Abstract

A spectrophotometer using two-beam type integrating sphere is developed, and the measurement accuracy is analyzed. The efficiency of the integrating sphere is analyzed, and the relation between the efficiency and the total measurement error is found. Especially, the integrating sphere is fabricated on the basis of its characteristics according to its shape such as the sample port. The performance of the developed spectrophotometer is tested using a black and a white standard reflectance plate, and the measurement error of $\pm 0.5\%$ is obtained.

1. 서 론

적분구를 사용한 분광광도계는 측정에 필요한 광의 경로 및 수에 따라 단일 광(single-beam)과 이중 광(two-beam) 형태의 분광광도계로 나눌 수 있다. 단일 광 형태에서는 같은 측정 지점에서 측정하려는 샘플과 표준 물질(standard material)을 서로 바꿔 가

며 측정하는 교환 방식을 사용하며 이중 광 형태에서는 샘플과 표준 물질을 샘플과 표준 물질의 위치에 각각 고정해 놓고 연속적으로 이들간의 신호를 비교하여 측정하는 비교 방식을 사용한다. 이러한 이중 광 형태에 의한 비교 방식은 두 개의 표준 물질을 비교 측정할 수 있어 표준 물질의 교정에 대단히 유용하다[1,2].

적분구의 원리는 1892년 W. E. Sumpner가 내부에 완전 확산 물질을 코팅한 적분구 속에 광원을 장치했을 때 적분구 표면의 모든 점에서 측정한 광속

* 청주대학교 광학공학과 조교수

** 한국표준과학연구원 책임연구원
접수일자 : 1998. 11. 14.

은 광원에 의해 발산되는 전체 광속에 비례함을 밝히면서 알려졌다[3]. 이러한 개념으로부터 적분구를 이용한 광도계에 대한 연구 및 적분구 개발이 본격화되었으며, 레이저 출력 측정, 확산 반사율 및 액체의 흡수율 측정 등 많은 분야에 응용되고 있다. 분광광도계를 사용하여 샘플을 측정할 경우 측정 대상에 따라 측정 방식과 측정 시스템의 구조가 달라지게 된다. 일반적으로 반사율의 분광 분포를 측정하는 방식으로 흔히 사용되는 것은 전반반사(total reflectance) 분광 분포 측정과 겨울면 반사를 제거한 확산 반사 분광 분포 측정으로 이들 측정은 모두 적분구 이론에 근거를 두고 있으며 측정량에 따라 적분구의 구조 및 측정 방식이 서로 다르다. 이러한 요구 조건을 만족하여면 적분구 내벽에 코팅할 물질의 선택, 적분구의 크기 및 모양 등을 세심히 고려하여 적분구를 제작하여야 하며 이러한 사항을 고려하여 얻어진 측정값은 정확히 분석되어야 한다. 일반적으로 국제조명위원회에서는 광속을 샘플에 수직 방향으로 입사시켜 적분구에서 확산된 광속을 측정하는 normal/diffuse 방식을 권고하고 있다. 또한 샘플에 입사되는 광의 입사각은 샘플의 수직인 면에서 10° 를 넘어서면 안되고 적분구의 모든 포트의 면적의 합은 적분구 전체 면적의 10%를 초과해서는 안 된다고 권고하고 있다. 그러나 그 외의 자세한 적분구 관련 연구 논문은 문헌상으로 극히 적은 상태이다.

본 연구에서는 이들 적분구를 사용한 이중광 형태의 분광광도계를 제작하였으며, 특히 적분구 이론에 근거하여 적분구 효율을 증가시키고 이에 따라 측정 정확도를 향상시킬 수 있음을 제시하였다.

2. 적분구의 기본 이론

적분구는 내부면이 램버트 표면 특성을 가진 구면으로 정의된다. 램버트 표면이란 확산 반사도가 $1/\pi$ 이며 반사한 빛의 광도가 반사면의 수직 방향과 ϕ 를 이루는 각도에서 $\cos\phi$ 에 비례하는 광도 분포를 갖는 표면이다. 적분구안에 위치한 광원에서 방출된 빛은 구의 내면에서 반사할 때 그 입사각에 관계없이 $\cos\phi$ 에 비례하여 반사하므로 구 전면에 거의 골고루 반사되고 이것이 다시 반사할 때 또 $\cos\phi$ 에

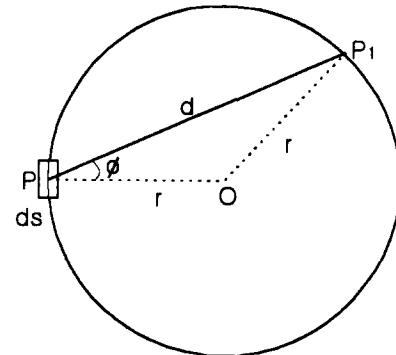


그림 1. 적분구의 내부도

Fig. 1. Pictorial diagram of integrating sphere

비례하여 반사되는 과정에서 적분구의 내면 어느 곳에서나 같게 된다. 이때 적분구의 구면 한 곳에 작은 구멍을 뚫고 광검출기를 장치하고 입사하는 빛의 광조도를 측정하면 이 광조도로부터 광원의 광속을 계산할 수 있다.

그림 1에 나타난 바와 같이 구면 상의 임의의 점 P를 중심으로한 작은 면적 ds 에서 반사한 빛을 생각할 수 있다. ds 면에서 반사한 빛의 광휘도를 L , 이것이 구면 상의 다른 임의의 점 P_1 에 만드는 광조도를 E_1 , 점 P에서 P_1 방향으로 향하는 광도를 I 로 하면 광도 I 와 광조도 E_1 은 각각 식 (1)과 식 (2)로 나타낼 수 있다.

$$I = L ds \cos \phi \quad (1)$$

이 것이 다시 P_1 에 만드는 광조도 E_1 은

$$E_1 = \frac{I}{d^2} \cos \phi \quad (2)$$

이제 식 (1)을 식 (2)에 대입하고 $d=2r \cos \phi$ 인 관계를 이용하면 광조도 E_1 은 식 (3)과 같이 나타낼 수 있다.

$$E_1 = L \frac{ds}{4r^2} \cos \phi \quad (3)$$

E_1 에 관한 식을 잘 살펴보면 적분구의 임의의 점

P 에서 반사된 빛이 임의의 다른 점 P_1 에 만드는 광조도는 P_1 의 위치에 관계없이 같다는 것을 알 수 있다. 이제 적분구 속으로 광원이 입사되었을 때, 이 광원이 적분구 표면 ds 에서 직접 반사해 온 광조도를 E_d 라고 빛이 적분구 표면에서 여러 번 반사한 광조도를 E_m 이라고 하면 적분구의 임의의 점에서 측정한 광조도 E 는

$$E = E_d + E_m \quad (4)$$

이 되며, 이 때 E_m 은 적분구에서 광조도가 E_d 인 빛이 한 번 반사한 빛 E_1 , 두 번 반사해 온 빛 E_2 , n 번 반사해 온 빛 E_n 등으로 이루어지므로 $E_m = E_1 + E_2 + E_3 + \dots + E_n + \dots$ 이다. 여기서 광이 적분구 속으로 입사되었을 때 적분구 표면 ds 에 주는 광속을 Φ_0 라고 적분구 표면의 확산 반사도를 ρ 라 하면 E_n 과 E_d 는 각각 식 (5) 및 식 (6)처럼 쓸 수 있다.

$$E_n = \rho^n E_d \quad (5)$$

$$E_d = \rho \frac{\Phi_0}{4\pi r^2} \quad (6)$$

따라서 E 는 식 (7)과 같이 표현되며

$$\begin{aligned} E &= E_d + E_d(\rho + \rho^2 + \dots + \rho^n + \dots) \\ &= E_d \frac{1}{1-\rho} \end{aligned} \quad (7)$$

따라서

$$E = E_d \frac{1}{1-\rho} = \frac{\Phi_0}{4\pi r^2} \frac{\rho}{1-\rho} \quad (8)$$

로 표현된다. 이렇게 표현된 식은 이상적인 적분구인 경우에만 적용되며 만약 ρ 가 1에 가까워지면 E 는 무한대가 되어 마치 적분구가 빛을 증폭시키는 것처럼 되므로 적합하지 않다. 실제의 경우에 있어 적분구가 비어 있지 않고 광원이 들어 있는 경우가 많고 또한 광원으로부터 직접 들어오는 빛을 차단하기 위한 baffle 역시 이상적인 조건에 위배된다. 가장 큰 결함은 적분구의 포트로부터 나오는 광속을 측정할 때 포트에 의한 손실을 고려하지 않은 점이다.

적분구 내부에 코팅된 반사 물질의 반사율 ρ 가 모든 적분구 내부의 점에서 균일하다고 가정하면, 적분구에 입사된 광속 Φ_i 에 대한 적분구의 어떤 면적 a_i 로부터 나오는 광속 Φ_i 와의 비를 적분구의 효율이라 하며 적분구 효율 η 는 식 (9)와 같이 표현된다.

$$\eta = f_e \frac{\rho}{1-\rho} \quad (9)$$

이때 f_e 는 적분구 전체의 면적 A 에 대한 적분구 면적 a_i 의 비이다. 결국 a_i 를 출구로 가정한다면 f_e 는 적분구 전체 면적에 대한 출구 면적의 비를 뜻한다. 좀더 일반적으로 생각하면 적분구에는 광이 들어오는 입구 및 샘플과 표준판을 부착하는 포트 등 많은 구멍이 있는데 이러한 여러 개의 포트에 의한 손실을 고려하면 적분구의 효율 η 는 식(10)과 같이 쓸 수 있다^[4].

$$\eta = f_e \frac{\rho}{1-\rho(1 - \sum_{j=1}^n f_j)} \quad (10)$$

이때 f_j 는 적분구 전체 면적에 대한 각각의 포트의 면적의 비를 뜻한다.

3. 분광광도계의 제작 및 효율 측정

가. 적분구의 제작

Fiber glass를 사용하여 적분구를 제작하였으며

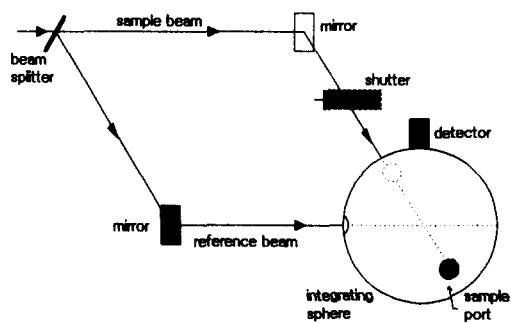


그림 2. 적분구 효율 측정을 위한 광학계

Fig. 2. Optical system for the measurement of integrating sphere efficiency

이중광 적분구형 분광광도계의 제작 및 성능 평가

표 1. 적분구 샘플포트의 직경 변화에 따른 적분구 효율값

Table 1. Integrating sphere efficiency with the variation of diameter of sample port

Diameter of sample port(mm)	Case Pattern of sample port	Sphere efficiency(%)
$\Phi = 15$	open	4.79
	attached with BaSO ₄ Standard	5.57
	attached with Black Standard(NBS 2021-89)	4.85
$\Phi = 10$	open	5.21
	attached with BaSO ₄ Standard	5.57
	attached with Black Standard(NBS 2021-89)	5.26
$\Phi = 5$	open	5.46
	attached with BaSO ₄ Standard	5.57
	attached with Black Standard(NBS 2021-89)	5.46

적분구 직경은 90mm, 입구 및 검출구의 직경은 15mm로 하였다. 샘플과 표준판의 부착 포트는 적분구 효율을 측정하기 위하여 직경을 변화시킬 수 있도록 하였다. 적분구 내벽에는 진공증착기용으로 쓰이는 실리콘 오일을 균일하게 바른 후, 그 위에 BaSO₄를 두께 1mm 정도로 압축하여 코팅하였다. 이중광형의 적분구 효율을 측정하기 위하여 그림 2와 같이 광학 시스템을 설치하였다. 기준포트에 표준판 BaSO₄를 부착하였으며 검출기 포트에는 실리콘 광다이오드를 장치하였다. 샘플포트는 여러 상황에 따라 변화시켰으며 이때 샘플포트에 입사되는 샘플광은 차단하고 적분구 효율을 측정하였다. 표 1에 샘플포트의 직경 및 포트 상황에 따른 적분구 효율값을 나타내었다.

표 1에 나타난 결과를 분석해 볼 때 직경이 각각 15mm, 10mm, 5mm인 경우 적분구 샘플포트에 부착된

샘플의 반사율이 변함에 따라 적분구 효율은 0.72%, 0.31%, 0.11% 정도의 변화가 있음을 알 수 있다. 따라서 적분구의 샘플포트의 직경이 작아질수록 적분구 효율값의 변화가 작아짐을 알 수 있다. 또한 적분구의 샘플포트의 직경이 5mm인 경우 샘플포트에 임의의 반사율을 가지는 물체를 부착하여도 적분구 효율에는 거의 영향을 미치지 않음을 알 수 있다. 적분구형 분광광도계에서 적분구 샘플포트의 직경에 따른 적분구 효율이 분광광도계의 측정 정확도에 어느 정도 영향을 미치는지를 조사하기 위하여 그림 3과 같은 분광광도계를 구성하였다. 텅스텐 램프에서 나온 빛은 집광렌즈로 빛을 모은 다음 입력 슬릿 S₁을 통과한 후 렌즈 L₁에 의해 평행광으로 만들어진다. 평행광은 회절격자에 입사된 후 회절되어 렌즈 L₂에 의해 집속되어 출력 슬릿 S₂를 통하여 단색광이 얻어지게 하였다. 본 연구에서는 1200 lines/mm의 공간주파수를 가지는 홀로그래픽 회절격자를 분광소자로 사용하였다[5]. 분광부를 통하여 얻어진 단색광은 렌즈 L₃에 의해 집속되며 이때 렌즈 L₃를 통과한 단색광은 광속절환경(광속분할기)에 의해 순차적으로 기준광과 샘플광으로 분할되어 각각 거울 M₁과 M₂에 입사되며 따라서 적분구의 기준 포트와 샘플포트에 입사되게 하였다. 이를 신호는 각각 실리콘 광다이오드로 측정할 수 있게 하였다.

그림 4는 실리콘 광다이오드에서 나온 광전류를 전압 신호로 바꾸는 전류-전압 변환기의 회로도를 나타낸다. Q1은 입력단의 바이어스 전류가 10pA 인 Burr Brown사의 3527 연산증폭기이며 Q2는 LF356으로 구성한 전압증폭기, Q3 역시 LF356으로 구성한

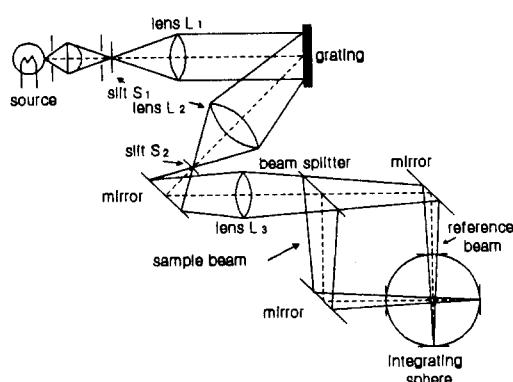


그림 3. 이중광 형태의 적분구형 분광광도계 구조
Fig. 3. Schematic diagram of two-beam type integrating sphere spectrophotometer

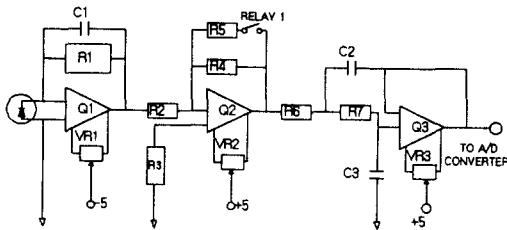


그림 4. 전류/전압 변환기의 회로도
Fig. 4. Circuit diagram of current to voltage converter

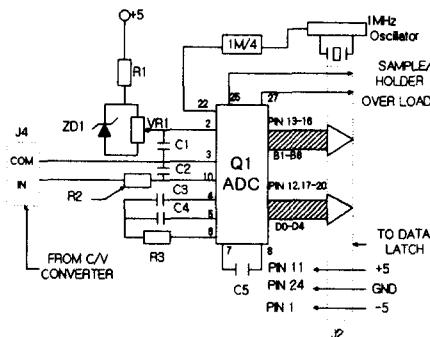


그림 5. A/D 변환기의 회로도
Fig. 5. Circuit diagram of analog to digital converter

Butterworth 2nd order 필터이다. Q2의 피드백 저항은 컴퓨터에서 제어하는 릴레이 1에 의해 선택되어 전기 신호의 종목 비율을 선택하는 역할을 한다. 그림 5는 A/D 변환기로 전압으로 변환된 광신호를 컴퓨터에 입력시키기 위해 디지털 신호로 바꾸는 회로이다. 사용된 A/D 변환기의 IC인 Q1은 ICL 7135로 4 1/2 디지트의 출력을 갖는다. 이를 디지털 신호는 data latch로 가며 이는 A/D 변환기와 컴퓨터간의 인터페이스 역할을 하며 또한 A/D 변환기에서 나온 신호를 저장했다가 컴퓨터로 보낸다.

분광광도계의 측정 정확도를 평가하기 위하여 확산 반사율을 측정하였으며, 적분구의 샘플포트의 직경은 각각 15mm, 10mm, 5mm로 변화시켰으며 샘플에 입사되는 빛의 직경은 5mm로 하였다. 측정에 사용된 표준판은 BaSO₄로 하였으며 샘플은 미국 표준기술원의 백색표준판인 2019b-141과 흑색표준판인 2021-89를 사용하였다. 적분구의 샘플포트 직경이 각각 15mm, 10mm, 그리고 5mm인 경우의 파장별 확산 반사율 측정

값을 표 2, 표 3, 표 4에 나타내었다.

표 2. 측정 샘플의 파장별 확산 반사율
(샘플포트 직경 $\Phi=15\text{mm}$)
Table 2. Diffuse reflectance of samples
(Sample port diameter $\Phi=15\text{ mm}$)

Wave-length (nm)	NBS SRM 2019b-141			NBS SRM 2021-89		
	Cary 17-D	Ours	Error	Cary 17-D	Ours	Error
400	0.717	0.713	-0.004	0.070	0.078	+0.008
450	0.764	0.765	+0.001	0.069	0.075	+0.006
500	0.791	0.781	-0.010	0.068	0.073	+0.005
550	0.819	0.811	-0.008	0.066	0.072	+0.006
600	0.837	0.829	-0.008	0.064	0.070	+0.006
650	0.843	0.835	-0.008	0.063	0.068	+0.005
700	0.857	0.848	-0.009	0.065	0.066	+0.001
750	0.861	0.853	-0.008	0.065	0.066	+0.001

표 3. 측정 샘플의 파장별 확산 반사율
(샘플포트 직경 $\Phi=10\text{mm}$)
Table 3. Diffuse reflectance of samples
(Sample port diameter $\Phi=10\text{mm}$)

Wave-length (nm)	NBS SRM 2019b-141			NBS SRM 2021-89		
	Cary 17-D	Ours	Error	Cary 17-D	Ours	Error
400	0.717	0.724	+0.007	0.070	0.076	+0.006
450	0.764	0.771	+0.007	0.069	0.075	+0.006
500	0.791	0.792	+0.001	0.068	0.072	+0.004
550	0.819	0.823	+0.004	0.066	0.072	+0.006
600	0.837	0.840	+0.003	0.064	0.069	+0.005
650	0.843	0.847	+0.004	0.063	0.068	+0.005
700	0.857	0.853	-0.004	0.065	0.066	+0.001
750	0.861	0.858	-0.003	0.065	0.067	+0.002

표 4. 측정 샘플의 파장별 확산 반사율
(샘플포트 직경 $\Phi=5\text{mm}$)
Table 4. Diffuse reflectance of samples
(Sample port diameter $\Phi=5\text{ mm}$)

Wave-length (nm)	NBS SRM 2019b-141			NBS SRM 2021-89		
	Cary 17-D	Ours	Error	Cary 17-D	Ours	Error
400	0.717	0.704	-0.013	0.070	0.058	-0.012
450	0.764	0.752	-0.012	0.069	0.057	-0.012
500	0.791	0.780	-0.011	0.068	0.055	-0.013
550	0.819	0.809	-0.010	0.066	0.054	-0.012
600	0.837	0.818	-0.019	0.064	0.054	-0.010
650	0.843	0.829	-0.014	0.063	0.052	-0.011
700	0.857	0.846	-0.011	0.065	0.052	-0.013
750	0.861	0.850	-0.011	0.065	0.053	-0.012

각각의 경우 미국 Varian사의 Cary 17D 분광광도계로 측정한 값과 비교하여 측정 오차를 구하였다. 이를 측정 결과를 토대로 하여 분석해 볼 때 모든 경우에 있어서 측정 오차는 약 +1% 이내였으며, 또한 전체적으로 볼 때 샘플포트의 직경이 10mm인 경우 약 +0.5%로 가장 측정 오차가 작고 오히려 샘플포트의 직경이 5mm인 경우에 측정 오차가 가장 크게 나타났다. 이러한 사실은 앞서 적분구 효율을 측정시 샘플포트의 직경이 작아질수록 샘플포트에 부착된 샘플의 반사율 변화에 따른 적분구 효율값의 변화가 작게 나타난 결과와 고려해 볼 때 다소 상이한 결과라고 할 수 있다. 이러한 결과들을 종합적으로 판단해 볼 때 적분구의 효율값이 크고 샘플의 종류에 따른 효율값의 변화가 작다고 적분구형 분광광도계의 측정정확도가 높아진다고 할 수 없으며 적분구와 적분구 샘플포트 사이의 면적비 혹은 샘플에 입사되는 빔의 직경에도 영향을 받는다는 사실을 알 수 있다.

4. 결 론

Two-beam 형 적분구, 전자 구동장치 및 회절격자로 구성된 two-beam 형 분광광도계를 구성하였으며 미국립표준기술원의 표준기준물 2019b-141과 2021-89를 사용하여 성능을 평가하였다. 특히 샘플포트의 직경을 변화시킴에 따른 적분구의 효율과 확산반사율 측정 오차를 분석하였으며 분석 결과 샘플포트의 직경에 따라 다소 다르나 직경이 10mm일 때 Varian 사의 Cary 17D의 측정 결과와 비교해 +0.5% 이내에서 일치하였다. 본 연구 결과를 토대로 보다 측정 정확도가 높은 분석용 기기 및 광측정장비 개발에 응용할 수 있을 것으로 판단된다.

참 고 문 헌

- [1] Franc Grum and R. J. Becherer, "Optical Radiation Measurements", Vol. 1. Academic Press, New York, 1979.
- [2] W. H. Venable, J. J. Hsia, and V. R. Weidner, "Development of an NBS reference spectrophotometer for diffuse transmittance and reflectance", NBS Tech. Note, No. 594-11, 1976.
- [3] J. W. T. Walsh, "Photometry", Constable and Company, London, 1958.
- [4] G. A. Zerlaut and T. E. Anderson, "The analysis of the efficiency of integrating sphere", Applied Optics, Vol. 20, pp3797, 1981.
- [5] 정만호, "실리콘 광다이오드 어레이를 이용한 초고속 분광분석기 제작", 한국조명·전기설비학회 논문지, 제 11권 제 4호 pp51-58, 1997.

◆ 저자 소개 ◆

정만호(鄭滿鎬)

1957년 2월 27일 생. 1979년 한국항공대학교 정보통신공학과 졸(공학사). 1981년 연세대학교 대학원 전자공학과 졸(공학석사). 1989년 연세대학교 대학원 전자공학과 졸(공학박사). 1984-1995년 한국표준과학연구원 광학연구실 선임연구원. 1995-1998년 현재 청주대학교 광학공학과 조교수.

김용완(金容完)

1950년 2월 1일 생. 1979년 고려대학교 물리학과 졸(이학사). 1979-1998년 현재 한국표준과학연구원 양자연구부 광학그룹 책임연구원.