

УДК 543.422: 665.6

© С. И. Максимов, Е. П. Чиж, А. В. Кренина, Л. Н. Галль, В. Л. Суханов

МАЛОГАБАРИТНЫЕ ДВУЛУЧЕВЫЕ ПРЕОБРАЗОВАТЕЛИ ДЛЯ СПЕЦИАЛИЗИРОВАННЫХ СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИХ ПРИБОРОВ

В статье представлено описание нескольких схем двухлучевых преобразователей упрощенной конструкции для специализированных спектрофотометров, применяемых в заводских нефтехимических, экологических и других лабораториях, а также для аналитических спектрофотометров поточного исполнения, нашедших применение на технологических потоках в нефтехимии и других производствах.

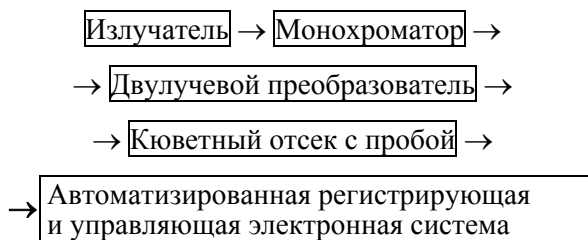
Кл. сл.: спектрофотометрия, нефтехимия, двухлучевой преобразователь

ВВЕДЕНИЕ

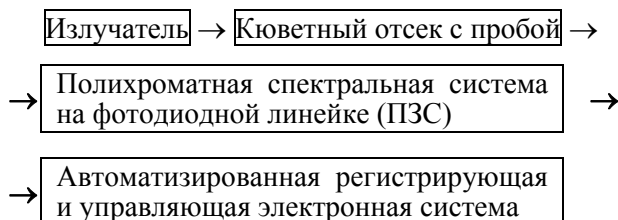
При разработке нового варианта простого двухлучевого двухволнового автоматизированного спектрофотометра СФМ-3, ориентированного в первую очередь на решение задач нефтехимии, важнейшей проблемой является выбор оптимальной схемы двухлучевого преобразователя, отвечающего всем современным требованиям как по чувствительности, так и по надежности, допускающего автоматизацию проводимого анализа и вместе с тем достаточно простого и конструктивного. Для решения этой задачи был рассмотрен весь круг современных решений для двухлучевых преобразователей и проведено определение их характеристик. В процессе этой работы были предложены принципиально новые решения, сконструированы и экспериментально проверены преобразователи нескольких типов, что позволило провести их сравнение в одинаковых экспериментальных условиях. Это позволило применить в новом спектрофотометре малогабаритный преобразователь, позволяющий реализовать двухлучевой двухволновой режим, необходимый во многих случаях спектрофотометрирования.

В настоящее время в спектрофотометрических приборах используются в основном две принципиальные оптические схемы для прохождения излучения.

1. "Классическая" схема.



2. "Полихроматная" схема (упрощенно).



Спектрофотометры второго типа (с полихроматной спектральной системой), в которых пробы облучаются неразложенным (белым) светом излучателя, менее универсальны, чем классические, т. к. их нельзя использовать для спектрофотометрирования проб (образцов), содержащих люминесцирующие составляющие. Из-за этого недостатка полихроматных систем специализированные аналитические спектрофотометры строятся, как правило, по классической схеме, т. е. на основе монохроматической оптико-механической системы, в которой проба (анализируемый образец) устанавливается после монохроматора.

Для аналитических целей в заводских лабораториях обычно применяются однолучевые спектрофотометры упрощенной конструкции. Параметры таких спектрофотометров могут быть существенно улучшены, если в их оптико-механическую систему ввести один из двух представленных в настоящей статье малогабаритных двухлучевых преобразователей.

ПРИНЦИПИАЛЬНЫЕ СХЕМЫ МАЛОГАБАРИТНЫХ ДВУЛУЧЕВЫХ ПРЕОБРАЗОВАТЕЛЕЙ ДЛЯ СПЕКТРОФОТОМЕТРОВ

Рассмотрим принципиальные схемы малогабаритных двухлучевых преобразователей двух типов.

1. Преобразователи, в которых световой монохроматический поток после выхода из монохроматора (Φ_m) делится на два примерно равных световых потока: аналитический световой поток ($\Phi_{ан}$) и опорный (холостой, сравнительный) световой поток ($\Phi_{ср}$). При этом в идеальном случае, при отсутствии пробы в аналитическом канале, должно выполняться равенство $\Phi_{ан} = \Phi_{ср}$, т. е. интенсивность монохроматического потока для каждого канала уменьшается в два раза по сравнению с исходным потоком Φ_m .

2. Преобразователи, в которых исходный световой монохроматический поток (Φ_m) периодически направляется мимо анализируемой пробы, образуя опорный (холостой) монохроматический световой поток той же интенсивности ($\Phi_{ср}$). В двухлучевых преобразователях такого типа практически нет потерь интенсивности в аналитическом и холостом монохроматических потоках, однако в них используется механическая система переключения светового потока.

При аналитическом спектрофотометрировании "холостой" поток в канале сравнения $\Phi_{ср}$ используется в качестве опорного светового потока в расчетных формулах

$$A_{ан} = \lg \frac{\Phi_0}{\Phi_x},$$

где $A_{ан}$ — поглощение анализируемой пробы; Φ_0 — величина светового потока в канале сравнения (т. е. величина светового потока до пробы, $\Phi_0 = \Phi_{ср}$); Φ_x — величина светового потока, прошедшего сквозь пробу. При отсутствии пробы в аналитическом канале $A_{ан} = 0$, т. к. в этом случае $\Phi_0 = \Phi_x$.

Если при отсутствии пробы интенсивность излучения в канале сравнения отличается от интенсивности излучения в аналитическом канале, то их легко уравнять изменением коэффициентов усиления соответствующих усилителей. Могут использоваться два фотоприемных устройства (ФПУ) с идентичными спектральными характеристиками при дополнительной подстройке электронных каналов.

Поскольку как первый, так и второй типы двухлучевых преобразователей имеют и достоинства, и недостатки, а габариты преобразователей обоих типов таковы, что каждый из них может устанавливаться в кюветный отсек практически любого существующего спектрофотометра, нами были разработаны конструкции малогабаритных двухлучевых преобразователей обоих типов — как с делением светового потока, так и без него. Преобразователи каждого типа были разработаны в нескольких модификациях.

Две модификации двухлучевых преобразователей с разделением потока.

1.1 — преобразователи, построенные на тонкой плоскопараллельной прозрачной пластинке, с по-

воротным плоским зеркалом для отраженной от этой пластинки части исходного луча. Пластина изготовлена, в зависимости от спектрального диапазона, из стекла, кварца (КУ или КИ), CaF_2 или MgF_2 и установлена под углом 45° к исходному (аналитическому) лучу.

1.2 — преобразователи, построенные на отрезном и поворотном плоских зеркалах. Существуют три разновидности такого преобразователя в зависимости от типа отрезного зеркала, установленного в аналитическом канале: с фасеточным, продольным, поперечным отрезным зеркалами.

Две модификации преобразователей с полным световым потоком с двумя поворотными зеркалами.

2.1 — модификация, в которой одно из зеркал перемещается в аналитическом канале и позволяет периодически направлять монохроматический луч на другое зеркало и далее, мимо кюветы с анализируемой пробой, образуя "холостой" (сравнительный) луч.

2.2 — модификация, в которой первое поворотное зеркало представляет собой конический зеркальный обтюратор, вращающийся с частотой порядка нескольких десятков герц. При этом другое (неподвижное) поворотное зеркало, направляющее "холостой луч" мимо кюветы с пробой, имеет цилиндрический профиль с радиусом кривизны, равным среднему радиусу конического обтюратора, что позволяет корректировать расхождение этого луча при его отражении от конической поверхности зеркального обтюратора.

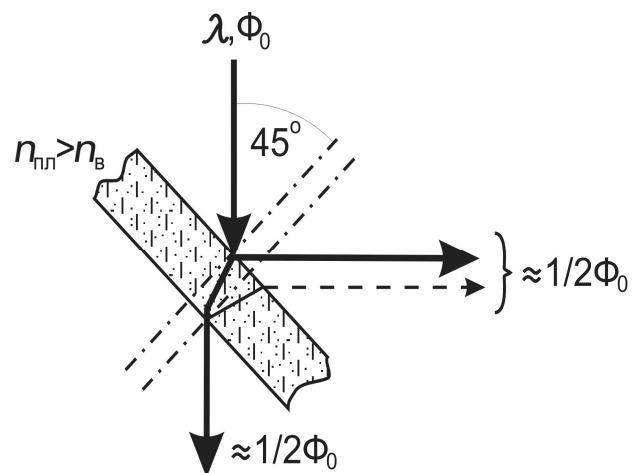


Рис. 1. Оптическая схема двухлучевых преобразователей типа 1.1, построенных на тонкой прозрачной плоскопараллельной пластинке

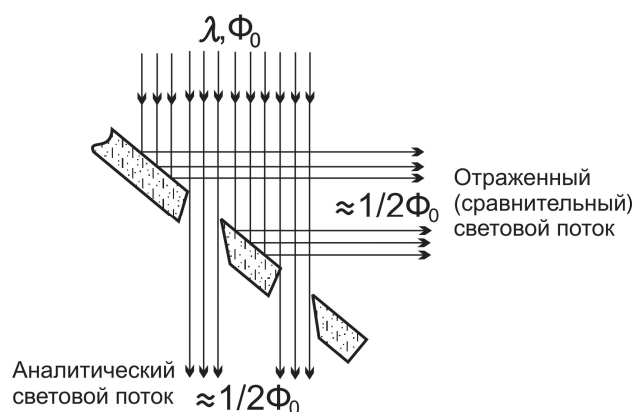


Рис. 2. Оптическая схема двухлучевых преобразователей типа 1.2, построенных на фасеточном зеркале

КРАТКОЕ ОПИСАНИЕ РАЗРАБОТАННЫХ ДВУЛУЧЕВЫХ ПРЕОБРАЗОВАТЕЛЕЙ

Двулучевые преобразователи с разделением потока типа 1.1 и 1.2

В двухлучевом преобразователе типа 1.1 тонкая прозрачная плоскопараллельная пластинка установлена под углом порядка 45° к выходному монохроматическому лучу (рис. 1). При этом интенсивность излучения в аналитическом и сравнительном каналах может различаться из-за спектральной характеристики пропускания пластинки. Уравнивание интенсивностей проводится за счет изменения коэффициентов усиления фотоприемной электронной схемы в аналитическом и сравнительном ("холостом") каналах. Неустраняемым недостатком этого двухлучевого преобразователя, обусловленным спектральными характеристиками материала плоскопараллельной пластинки, является зависимость его характеристик от длины волны. Преобразователь такого типа рационально применять в спектрофотометрах со сменными светофильтрами.

На рис. 2 представлена принципиальная схема варианта 1.2 двухлучевого преобразователя, в котором вместо плоскопараллельной прозрачной пластинки применено плоское отрезное зеркало "фасеточного" типа. "Фасеточное" зеркало представляет собой зеркальную пластинку с сеточными сверлениями под углом 45° в верхней части. Его описание и процесс изготовления детально изложены в работах авторов [1, 2]. В двухлучевом преобразователе с "фасеточным" зеркалом нет зависимости его оптических характеристик от длины волны, но его недостатком является заметное ослабление световых потоков в обоих каналах. Тем не менее такой двухлучевой преобразователь может применяться в спектрофотометрах с монохроматором общепринятого исполнения в широком спектральном диапазоне.

Оба рассмотренных варианта преобразователя могут быть смонтированы на металлическом основании.

Двулучевые преобразователи типа 1.2 с разделительными отрезными зеркалами для исходного светового потока разработаны в двух вариантах: с продольным и с поперечным разделением. Эти двухлучевые преобразователи построены по аналогии с преобразователем на "фасеточном" зеркале, но с тем отличием, что в аналитическом канале установлено поворотное зеркало под регулируемым углом порядка 45° к выходящему из монохроматора лучу. Оно называется отрезным, т. к. отрезает и отражает половину светового потока этого луча, направляя эту половину на другое поворотное зеркало и далее, мимо кюветы с пробой (анализируемым образцом). Две конструктивные схемы отличаются отрезными поворотными зеркалами, установленными в аналитическом канале двухлучевого преобразователя, а именно — схема с продольным отрезным зеркалом и схема с поперечным отрезным зеркалом. В обоих вариантах конструктивных схем предусмотрены установочные регулировки, которые обеспечивают начальное разделение интенсивности исходного луча (Φ_0) на две равные составляющие. Установка начального разделения исходного луча должна производиться при отсутствии пробы в аналитическом (или в опорном) канале. Обычно этот установочный процесс проводится при общей настройке спектрофотометра при его изготовлении.

Двулучевые преобразователи, построенные на отрезных поворотных зеркалах, привлекательны своей простотой и тем, что в них отсутствуют движущиеся детали типа обтюратора. Их единственный недостаток заключается в том, что первичный монохроматический световой поток после монохроматора делится на два равных световых потока, т. е. ослабляется в два раза, что влияет на чувствительность и точность количественного анализа спектрофотометрическим методом. Это ослабление может быть в какой-то мере скомпенсировано за счет увеличения ширины и высоты входной и выходной щелей в монохроматоре, что в свою очередь влияет на разрешающую способность спектрофотометра. Но в подавляющем большинстве случаев некоторое уменьшение разрешающей способности в специализированных спектрофотометрах не оказывает заметного влияния на точность при количественных анализах спектрофотометрическими методами.

Двулучевые преобразователи с полным световым потоком

Варианты 2.1 двухлучевых преобразователей с аналитической точки зрения реализуют ту же методику спектрофотометрирования, которая имеет

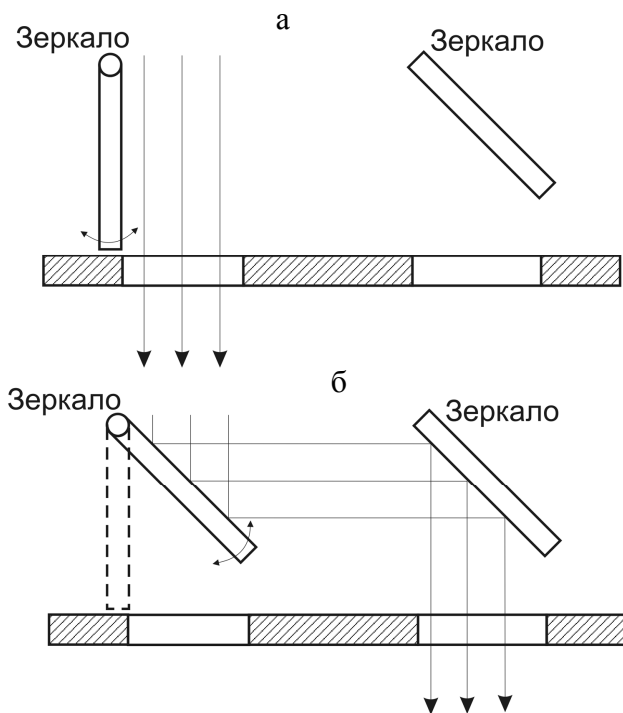


Рис. 3. Принципиальная схема построения двулучевого преобразователя с механическим переключением исходного монохроматического светового потока на выходе из монохроматора на анализ (а) и в "холостой" канал как опорный (б)

место при одноволновом методе с ручной перестановкой анализируемой пробы под монохроматический световой луч и обратно (рис. 3). Но их применение не только не уменьшает интенсивности аналитического и опорного ("холостого") монохроматического световых потоков, но и позволяет полностью автоматизировать весь процесс аналитического спектрофотометрирования. Более того, применение двулучевых преобразователей этого типа в специализированных спектрофотометрах позволяет устанавливать режимы их работы с разными интервалами выдержки по аналитическому и сравнительному каналам без уменьшения величины светового потока от излучателя. При этом они также могут использоваться не только при двулучевом, но и при двухволновом спектрофотометрировании как в лабораторных, так и в поточных вариантах исполнения спектрофотометров.

Особую группу двулучевых преобразователей с полным световым потоком составляют преобразователи с поворотным зеркалом, движение которого обеспечивается электромагнитным приводом (тип 2.1 и 2.2). Этот привод может осуществлять периодический поворот зеркала, направляющего излучение мимо кюветы с пробой на неподвижно установленное второе поворотное зеркало ("холостой луч").

В этом случае возможно задавать времена выдержки прохождения излучения как в аналитическом канале, так и в сравнительном ("холостом") канале. Вариантом этого двулучевого преобразователя является преобразователь, построенный на зеркальном коническом обтюраторе с частотой вращения от 20 Гц до 200 Гц (и более) для периодического поворота исходного излучения и его направления мимо кюветы с пробой через неподвижно установленное второе поворотное зеркало с корректирующей кривизной расхождения луча по вертикали (рис. 4).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Применение малогабаритного двулучевого преобразователя с полным световым потоком и разделительными отрезными зеркалами [2] в спектрофотометре СФМ-3 позволило существенно упростить его оптико-механическую схему и практически полностью автоматизировать процесс спектрофотометрирования.

Все представленные в статье конструкторские разработки малогабаритных двулучевых преобразователей могут быть использованы как в лабораторных, так и в поточных специализированных спектрофотометрах достаточно простой конструкции. Их применение значительно упрощает не только построение оптико-механической системы специализированных спектрофотометров, но и их эксплуатацию как в лабораторных условиях, так и на технологических производственных потоках, например в специализированных спектрофотометрах для аналитического контроля в нефтехимии. При этом ощутимо облегчается автоматизация всего процесса аналитического спектрофотометрирования, а за счет исключения ряда операций, в настоящее время проводимых оператором-лаборантом, но в новом исполнении выполняемых автоматически, существенно повышается точность спектрофотометрического анализа, поскольку автоматизация позволяет многократно повторять одно и то же измерение без изменения установочных параметров спектрофотометрирования. Следует также отметить, что любой из приведенных вариантов двулучевых преобразователей может быть применен в специализированных лабораторных спектрофотометрах для поточного аналитического контроля ("на технологической трубе"), например на технологических установках нефтехимических производств. Это могут быть спектрофотометры как одноволнового, так и двухволнового исполнения с использованием однолучевого монохроматора [3].

При двухволновом исполнении поточного спектрофотометра в его конструкции может быть применен однолучевой двухволновой монохроматор, в котором переход от аналитической длины

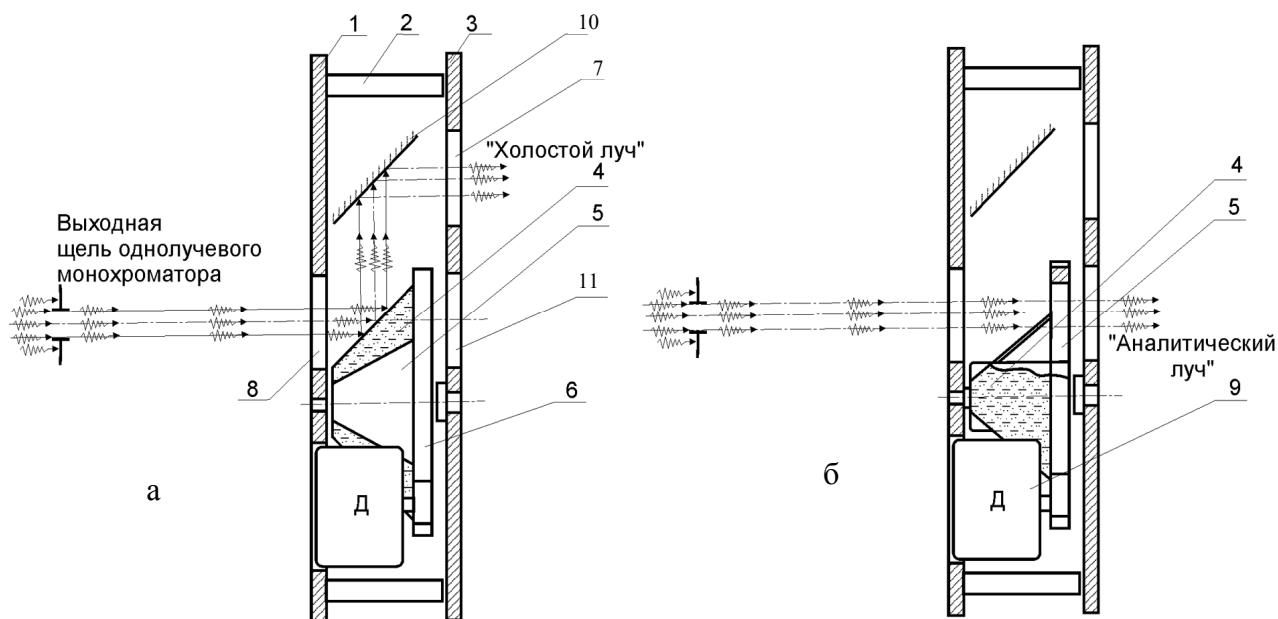


Рис. 4. Двухлучевой преобразователь, построенный на коническом зеркальном обтюраторе и втором поворотном зеркале для направления полученного луча сравнения мимо кюветы с пробой (анализируемого образца). а — схема опорного оптического канала; б — схема аналитического канала.

1 — входная плата с входным отверстием 8 для луча от монохроматора; 2 — крепежные стойки для выходной платы; 3 — выходная плата с двумя отверстиями 7, 11 для соответственно отраженного ("холостого") и аналитического (прямого) лучей; 4, 6 — конический зеркальный обтюратор; 5 — отверстие в коническом обтюраторе для аналитического луча; 9 — электродвигатель; 10 — поворотное зеркало

волны $\lambda_{ан}$ к длине волны сравнения $\lambda_{ср}$ реализуется поворотом фокусирующего зеркала на малый угол, как это было предложено делать в [3]. В этом случае при проведении спектрофотометрирования кроме установки рабочих длин волн (аналитической $\lambda_{ан}$ и волны сравнения $\lambda_{ср}$) должно быть проведено уравнивание интенсивностей исходных световых потоков на обеих длинах волн. Это упрощает вычисление концентрации C анализируемого вещества, которая теперь может быть найдена по формуле:

$$C \rightarrow (A_{\lambda_{ан,x}} - A_{\lambda_{ср,x}}) = F_{ан} \cdot \lg \frac{\Phi_{\lambda_{ср,x}}}{\Phi_{\lambda_{ан,x}}},$$

где $F_{ан}$ — размерный коэффициент, а $\Phi_{\lambda_{ср,x}}$ и $\Phi_{\lambda_{ан,x}}$ — интенсивности световых потоков, прошедших сквозь пробу на рабочих длинах волн $\lambda_{ср}$ и $\lambda_{ан}$ соответственно.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Галль Л.Н., Крестина А.В., Максимов С.И., Суханов В.Л. Малогабаритный двухлучевой преобразователь для спектрофотометрических приборов // 6-я Международная конференция "При-

кладная оптика" в рамках конгресса "Оптика XXI век". С.-Петербург, 18–21 октября 2004.

2. Галль Л.Н., Крестина А.В., Максимов С.И. Монохроматор для спектрофотометров. Патент на изобретение РФ № 2248536 от 20 ноября 2005.
3. Галль Л.Н., Крестина А.В., Максимов С.И. Оптико-механическое устройство для модернизации классического одноволнового монохроматора в его двухволновую модификацию // 6-я Международная конференция "Прикладная оптика" в рамках конгресса "Оптика XXI век". С.-Петербург, 18–21 октября 2004.

Институт аналитического приборостроения РАН, Санкт-Петербург (Максимов С.И., Чиж Е.П., Крестина А.В., Галль Л.Н.)

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург (Суханов В.Л.)

Контакты: Крестина Александра Владимировна, alexandrakr@mail.ru

Материал поступил в редакцию 29.10.2009.

SMALL-SIZE DOUBLEBEAM CONVERTERS FOR SPECIALIZED SPECTROPHOTOMETERS

S. I. Maximov¹, E. P. Chizh¹, A. V. Kretinina¹, L. N. Gall¹, V. L. Sukhanov²

¹*Institute for Analytical Instrumentation RAS, Saint-Petersburg*

²*Ioffe Physical Technical Institute RAS, Saint-Petersburg*

The article describes several design schemes of doublebeam converters with simplified design for a specialized spectrophotometer, used in the factory petrochemicals, environmental and other laboratories and also for analytical spectrophotometers with stream purpose, used for technology flows in the petrochemical and other industries.

Keywords: spectrophotometry, petrochemistry, doublebeam converter