

В. И. МАЛЫШЕВ, М. Н. МАРКОВ и А. А. ШУБИН

## АВТОМАТИЧЕСКИЙ ИНФРАКРАСНЫЙ СПЕКТРОФОТОМЕТР

(Представлено академиком Г. С. Ландсбергом 16 VI 1952)

Трудности быстрых и точных измерений коэффициента поглощения в инфракрасной области общеизвестны. Исходя из закона Бугера  $I = I_0 e^{-ckd}$ , мы должны определить отношение  $I_0/I$  для разных длин волн. Раздельное определение хода кривых  $I(\lambda)$  и  $I_0(\lambda)$  предъявляет очень высокие и трудно осуществимые требования к стабильности установки. Наиболее перспективным поэтому является метод непосредственного определения отношения  $I_0/I$ , исключая ошибки, связанные с колебаниями интенсивности источника и чувствительности приемного устройства.

Успешное решение этой задачи было получено с помощью автоматического инфракрасного спектрофотометра<sup>(1)</sup>, принцип действия которого состоит в следующем. Пучок света, идущий от источника инфракрасного излучения, с помощью оптической системы разделяется на два пучка, которые вначале идут по различным направлениям, а затем с помощью вращающегося зеркального прерывателя сводятся вместе и попеременно направляются на входную щель монохроматора. В один из этих пучков ставится кювета с исследуемым веществом, а в другой пустая кювета сравнения и фотометрический клин. Поток, выходящий из монохроматора, фокусируется на малоинерционный тепловой приемник, который включен на вход усилителя переменного напряжения. В тех областях длин волн, где исследуемое вещество имеет поглощение, на приемник будут падать пучки неодинаковой интенсивности, в результате чего на нем появится переменный сигнал, частота которого равна частоте вращения прерывателя. Этот сигнал после усиления и соответствующих преобразований, поступает в обмотку сервомотора, который при своем вращении приводит в движение фотометрический клин, вводя или выводя его из пучка сравнения, стремясь свести к нулю возникшую разность в интенсивности пучков. Таким образом эта система является следящей системой, где движение фотометрического клина связано с изменением поглощения в зависимости от длины волны.

Если фотометрический клин линеен, т. е. если его перемещение линейно связано с коэффициентом ослабления пучка  $\alpha(l) = \alpha_0 l$ , то при нормальной работе этой следящей системы перемещение клина будет пропорционально отношению  $I/I_0$ . Действительно, интенсивности пучков, прошедших через кювету с веществом и через фотометрический клин, соответственно, равны:  $I_1 = I_0 e^{-D}$  и  $I_2 = I_0 \alpha(l) = I_0 \alpha_0 l$ , где  $D = ckD$ , а при равенстве их  $I_1 = I_2$   $\alpha_0 l = e^{-D} = I_1/I_0$ , т. е.  $I_1/I_0 \sim l$ .

Фотометрический клин механически связан с пером самописца, которое регистрирует на движущейся бумажной ленте перемещение клина, т. е. величину, пропорциональную  $I/I_0$ .

Основная трудность при осуществлении такого автоматического спектрофотометра заключается в необходимости использовать усили-

тель с большим коэффициентом усиления, который смог бы усилить сигнал от уровня  $\sim 10^{-9}$  в (уровень шумов приемника) до 5—7 в (напряжение трогания сервомотора). В известных из литературы конструкциях (<sup>2-4</sup>) это усиление осуществляется с помощью узкополосных электронных усилителей, настроенных на частоту прерываний светового пучка, т. е. на частоту порядка 5—15 гц. Однако известно, что такие усилители весьма нестабильны и подвержены наводкам сетевой частоты.

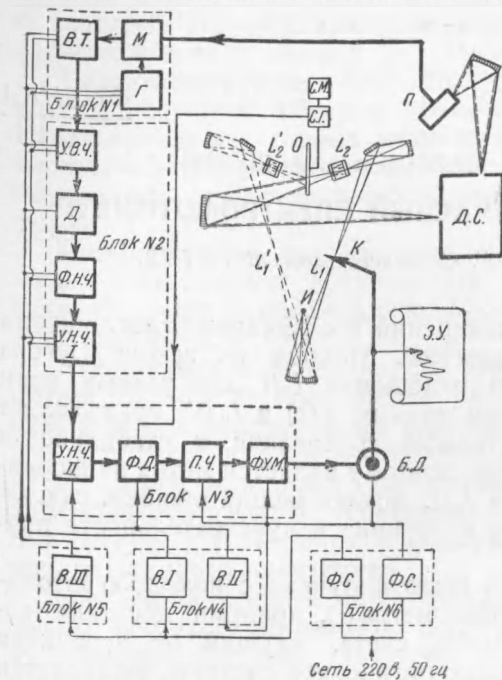


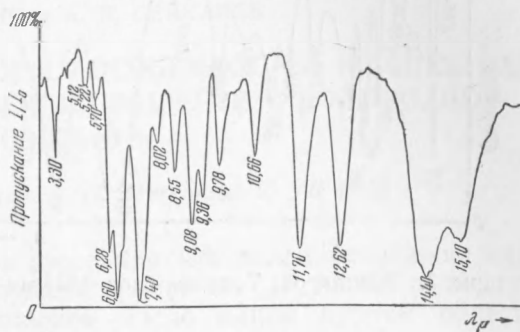
Рис. 1. Блок-схема автоматического инфракрасного спектрофотометра, И — источник инфракрасного излучения (силитовый стержень), О — зеркальный прерыватель, С. Г. — синхронизирующий генератор, С. М. — синхронный мотор, Д. С. — монохроматор, П — приемник радиации (термочувствительное сопротивление), М — мост болометра, Г — генератор для питания моста  $f = 4000$  гц, В. Т. — входной трансформатор и два каскада усиления по высокой частоте, У. В. Ч. — один каскад усиления по высокой частоте, Д — детектор, Ф. Н. Ч. — электронный фильтр низкой частоты (9 гц), У. Н. Ч. I, У. Н. Ч. II — усилители низкой частоты, Ф. Д. — фазочувствительный детектор с фильтрами, П. Ч. — преобразователь (частота  $f = 50$  гц), Ф. У. М. — фазочувствительный усилитель мощности, Б. Д. — балансирующий двигатель (сервомотор), К — фотометрический клин, З. У. — записывающее устройство, В. Ш. — выпрямитель для питания накала ламп блоков № 1 и 2, В. Т. — выпрямитель и электронный стабилизатор для питания анодно-экранной цепи ламп блока № 3, В. С. — выпрямитель и электронный стабилизатор для питания анодно-экранной цепи ламп блоков №№ 1 и 2, Ф. С. — феррорезонансный стабилизатор

С целью получения стабильного усиления при узкой полосе пропускания нами был использован принцип усиления низкой частоты на несущей высокой частоте. В построенном нами усилителе основное усиление ( $10^3$ ) ведется на несущей звуковой частоте (4000 гц\*) (с относительно широкой полосой пропускания) и затем на низкой частоте (9 гц) с помощью ускополосного усилителя ( $2 \cdot 10^3$ ). В предлагаемой нами схеме (см. рис. 1) в качестве приемника радиации используется малоинерционный болометр, т. е. мост Уитстона, в два плеча которого включаются термочувствительные сопротивления (обладающие малой инерционностью). На одно сопротивление фокусируется поток, а другое служит для компенсации нерегулярных тепловых и радиационных помех. В отличие от известных в литературе схем болометра, в которых используется мост постоянного тока, в нашем случае мост питается переменным напряжением с частотой 4000 гц. При освещении болометрической полоски светом, прерываемым с частотой 9 гц, на диагонали моста получается напряжение частоты 400 гц, промодулированное частотой 9 гц. В диагональ включен входной трансформатор

с большим коэффициентом усиления, который смог бы усилить сигнал от уровня  $\sim 10^{-9}$  в (уровень шумов приемника) до 5—7 в (напряжение трогания сервомотора). В известных из литературы конструкциях (<sup>2-4</sup>) это усиление осуществляется с помощью узкополосных электронных усилителей, настроенных на частоту прерываний светового пучка, т. е. на частоту порядка 5—15 гц. Однако известно, что такие усилители весьма нестабильны и подвержены наводкам сетевой частоты.

\* Несущая частота, равная 4000 гц, выбрана нами потому, что она достаточно высока для того, чтобы можно было легко подавить наводки сетевой частоты, и в то же время она достаточно низка, чтобы не могли существенно сказываться паразитные емкости элементов схемы (моста, входного трансформатора и т. п.).

тор с коэффициентом трансформации 40. Трансформатор собран на пермалловом сердечнике и заключен в ряд толстостенных железных и медных цилиндров с крышками для экранировки его от внешних влияний. Напряжение со вторичной обмотки трансформатора поступает на сетку первой лампы трехкаскадного усилителя высокой частоты (4000 гц), в качестве которой используется металлическая лампа 6Ф5. Для устранения микрофонного эффекта эта лампа амортизируется. Первый блок, включающий в себя два каскада усиления, входной трансформатор, мост и генератор для питания моста, смонтирован в толстостенном железном цилиндре, а кабель, соединяющий болометрические полоски с мостом, экранируется железной трубкой. После усиления на частоте 4000 гц напряжение детектируется и осуществляется первое ограничение полосы пропускания усилителя с помощью электронного фильтра, имеющего добротность  $Q = 30$  при частоте 9 гц. Затем следует усиление на частоте 9 гц и выпрямление усиленного напряжения фазочувствительным детектором, в качестве которого использовано поляризованное реле, обмотка которого питается от генератора, сидящего на одном валу с прерывателем. С помощью фазочувствительного детектора с фильтрами RC производится дальнейшее уменьшение полосы пропускания, которая при использовании фильтра с постоянной времени  $\tau = 2$  сек. уменьшается до 0,08 гц. Полученное постоянное напряжение преобразуется в переменное (с учетом фазы) с частотой 50 гц, которое и поступает на сетки фазочувствительного усилителя мощности (коэффициент усиления по напряжению преобразователя и этого усилителя равен 50), питающего управляющую обмотку сервомотора\*.



лению и от всех точек высоты щели полностью заполняют коллиматорное зеркало. В точках  $L_1$  и  $L_1'$  получается увеличенное изображение центральной, наиболее раскаленной части источника, а в точках  $L_2$  и  $L_2'$  уменьшенное изображение. Все зеркала закреплены в специальных держателях, укрепленных на массивной металлической плите.

В построенном нами спектрофотометре использовался однопризмный монохроматор (схема Водсворта) с призмой из NaCl. Барабан длин волн монохроматора приводится во вращение от редуктора с синхронным мотором. В приборе

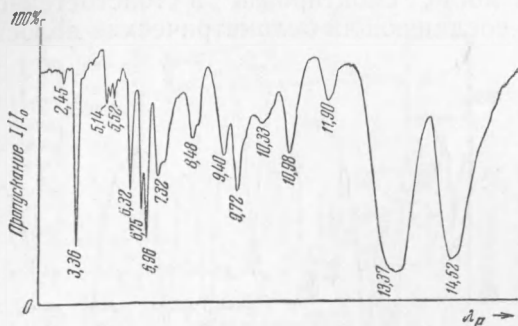


Рис. 3. Полистирол. Толщина слоя 0,045 мм

осуществлено три скорости прохождения спектра от 2,5 до 15  $\mu$  за 30, 60 и 120 мин. Фотометрический клин был сделан в виде заслонки, состоящей из ряда отдельных зубьев (для равномерного перекрытия пучка), изогнутых по окружности и имеющих такую форму, что ослабление пучка при повороте заслонки линейно связано с углом поворота ее. Вал, на котором закреплена заслонка, связан с червяком,двигающим обойму с пером записывающего устройства, через редуктор таким образом, что полному перемещению пера вдоль шкалы соответствует полный оборот заслонки. Щели монохроматора при переходе в длинноволновую область автоматически расширяются. Закон расширения щелей в функции от угла поворота призмы линейный. Начальная ширина щели при  $\lambda = 2,5 \mu$  0,05 мм ( $35 \text{ см}^{-1}$ ), конечная при  $\lambda = 15 \mu$  0,85 мм ( $8,8 \text{ см}^{-1}$ ).

Опыт нашей работы показал, что полосы поглощения паров воды и  $\text{CO}_2$  воздуха не регистрируются на спектре поглощения, но в местах расположения этих полос может снижаться точность воспроизведения полос поглощения исследуемого вещества. Однако нами был выбран такой режим работы установки, что при указанном выше законе изменения ширины щелей монохроматора точность воспроизведения кривых поглощения не снижается ниже 1% во всей области спектра от 2,5—15  $\mu$  (уровень шума при этом также составляет  $\sim 1\%$  от всей шкалы).

При указанных выше скоростях записи (30, 60, 120 мин.) и соответствующих постоянных времени фильтров фазочувствительного детектора (1, 2 и 4 сек.) практически не наблюдается сдвига максимумов полос поглощения и изменения их величин по сравнению с статическими измерениями.

Построенный инфракрасный спектрофотометр пригоден для проведения как качественного, так и количественного анализа с использованием градуировочной кривой, полученной по эталонным смесям. В качестве примера на рис. 2 и 3 приводятся спектр нитробензола и спектр полистирола (время записи 30 мин.).

Поступило  
23 V 1952

#### ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

- <sup>1</sup> E. Lehrer, Zs. f. techn. Phys., 23, 169 (1942). <sup>2</sup> N. Wright, L. W. Herscher, JOSA, 37, 211 (1947). <sup>3</sup> W. S. Baird, H. M. O'Bryan, ibid., 37, 754 (1947). <sup>4</sup> J. U. White, M. D. Liston, ibid., 40, 29 (1950). <sup>5</sup> M. Czerny, W. Kofink, W. Lippert, Ann. d. Phys., 8, 65 (1950).