

УДК 621.373

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СРЕДНЕКВАДРАТИЧНОГО УРОВНЯ ШУМОВ В ОПТИКО-ЭЛЕКТРОННОМ КАНАЛЕ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОГО СПЕКТРОМЕТРА

К.П. КУРЕЙЧИК, В.И. ХАРИТОНЧИК, М.М. МАВЛЮТОВ, А.З. ИБРАГИМ

*Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники
П. Бровка, 6, Минск, 220013, Беларусь*

Поступила в редакцию 9 января 2003

Работа посвящена исследованию шумовых характеристик оптикоэлектронного тракта импульсного атомно-абсорбционного спектрометра, рассчитанного на работу с двумя электротермическими атомизаторами — спиральным и графитовым. Исследования проводились в течение времени развития тлеющего разряда в ЛПК при длительности импульса тока 50, 500 мкс и скважности 2–20. Было получено, что с увеличением длительности импульсов тока ЛПК среднеквадратическое значение шума оптикоэлектронного тракта снижается. С целью сравнения приведены среднеквадратические значения шума оптикоэлектронного тракта в непрерывном режиме питания ЛПК. Показано, что в зависимости от элемента катода ЛПК и времени измерения относительно начала импульса тока, вклад шума в относительную ошибку измерений может достигать 5–10 %. Полученные результаты могут быть использованы в атомно-абсорбционных спектрометрах с импульсным или непрерывным режимом возбуждения ЛПК.

Ключевые слова: лампы с полым катодом, импульс, спектрометр, шум.

Введение

Данные исследования продолжают серию работ, описанных в [1, 2], и посвящены задаче определения среднеквадратического уровня шумов в оптикоэлектронном тракте атомно-абсорбционного спектрометра (ААС) при импульсном питании ламп с полым катодом (ЛПК).

При проектировании ААС со спиральным и графитовым атомизаторами появляется задача минимизации относительной ошибки измерений. Предварительные исследования, проведенные на ААС "Гелиос" [3], показали, что длительность импульса напряжения, питающего спиральный атомизатор в режиме измерения оптической плотности по методу "пика" или "площади", примерно составляет 40–60 мс, при этом длительность абсорбционного пика по уровню 0,1 зависит от концентрации исследуемого элемента и может составлять ≥ 50 мс. Поскольку для обеспечения погрешности измерения площади в 1 % требуется измерить информационный сигнал не менее 100 раз [4], то частота модуляции ЛПК с учетом длительности абсорбционного пика 2–5 мс на уровне 0,9 должна составлять 5 кГц. Длительность питающего импульса тока ЛПК при скважности 4 при этом не должна превышать 50 мкс.

Значение абсорбционного пика в ААС с графитовым атомизатором (использовался стандартный блок типа ГРАФИТ-2) не менее чем на порядок выше, чем для спирального атомизатора, поэтому длительность питающего импульса тока ЛПК также должна быть выбрана порядка 500 мкс при скважности 4–6.

Еще одна причина выбора импульсов питания связана с конечным временем развития тлеющего разряда в ЛПК [2]. Время развития тлеющего разряда зависит от элемента катода, напряжения питания ЛПК и может достигать 300–400 мкс [2]. Именно в течение данного времени чувствительность атомно-абсорбционных измерений, равно как и форма светового импульса лампы, достаточно резко изменяется, что положено в основу метода модуляции ширины резонансной линии [1]. В нашем случае проводить измерения после 500 мкс было признано нецелесообразным.

Методика исследований

Исследования проводились на установке, аналогичной описанной в [1], при этом в качестве монохроматора использовался прибор типа МУМ-2, а в качестве фотоприемника — ФЭУ 130. Среднеквадратический уровень шумов импульсов тока, питающих ЛПК, измерялся стробоскопическим (длительность измерения — 5 мкс, шаг сканирования — 5 мкс) и интегральными методами (длительность интегрирования совпадала с длительностью импульса). Было выяснено, что эти шумы пренебрежимо малы и не могут оказывать существенного влияния (отношение С/Ш было значительно больше 200) на шум излучения ЛПК и, соответственно, на шум оптикоэлектронного тракта ААС.

Выбор амплитуды импульсов тока ЛПК проводился на основе предварительных исследований чувствительности атомно-абсорбционных измерений для элементов Cu, Zn, Ni, Cd и Fe. В качестве атомизатора применялся спиральный атомизатор и графитовый атомизатор типа "ГРАФИТ-2". Среднее значение импульсного тока изменялось в пределах 0,5–1 от паспортного значения непрерывного режима. Например, для Cu было получено, что чувствительность измерений повышается при снижении тока, но одновременно растет и их дисперсия, что сказывается на воспроизводимости полученных данных. В этой связи было принято решение о выборе амплитуды импульсов тока ЛПК, не превышающей произведения значения паспортного режима и скважности. Несмотря на то что чувствительность в этом случае снижается достаточно заметно, примерно на 10...15 % и более, на практике этим можно пренебречь. Отметим, что при работе с графитовым атомизатором на приборах "Сатурн" и использовании программно-аппаратного комплекса "Система Гелиос" [5] пользователи обычно применяют половинное значение тока паспортного режима ЛПК, поскольку лампы питаются постоянным током и его величина в два раза меньше среднего тока в выбранном импульсном режиме. Это замечание особенно характерно для Zn и Cd, поскольку с ростом тока быстро снижается чувствительность измерений и срок службы ЛПК.

Выбор ламп типа ЛТ-2 обусловлен их широким распространением в физико-химических исследованиях и спектральными характеристиками.

Экспериментальная часть

Результаты исследований ряда ламп с полым катодом типа ЛТ-2 приведены в таблицах 1–6, где приняты следующие обозначения: $1/\rho$ — отношение шум/сигнал, %; U_{ϕ} — напряжение питания ФЭУ-130; E_n — отношение шум/сигнал для непрерывного режима; τ_0 — длительность импульса тока ЛПК; I_{pn} — ток питания ЛПК в непрерывном режиме; $\varepsilon_{н.ин}$ — нестабильность излучения в непрерывном режиме; $I_{g\cdot\phi}$ — ток ФЭУ.

Таблица 1. Зависимость $1/\rho$, % ламп ЛТ-2 Nb ($\lambda=405,9$ нм) от $\Delta\tau$. $U_{\phi}=1500$ В.
 $\varepsilon_n=1/\rho_n=12,13$ %, $\tau_0=50$ мкс, $I_{pn}=25$ мА, $\varepsilon_{n,nn}=8,56$ %, $I_{g,\phi}=2,7 \times 10^{-6}$ А

I_p , мА	Q					
	2	3	4	10	14	20
	$\Delta\tau$, мкс					
	50	76	102	254	383	508
10	—	12,9/370	10,1/439	4,0/1349	3,2/1302	3,0/1272
20	—	6,7/1357	5,3/1559	3,4/2150	2,4/2114	2,1/2120
30	—	5,7/1826	4,8/1912	3,5/2005	2,5/1914	2,3/1885
40	—	5,5/2032	4,5/2042	3,5/2009	2,4/2003	2,2/2009
Интегр.	—	2,8/2040	2,1/2023	1,0/2007	0,8/2008	0,7/2021
$I_{g,\phi}$, А	—	$4,2 \times 10^{-5}$	$2,3 \times 10^{-5}$	$1,6 \times 10^{-5}$	6×10^{-4}	6×10^{-4}

Таблица 2. Зависимость $1/\rho$, % ламп ЛТ-2 NB ($\lambda=405,9$ нм) от $\Delta\tau$. $U_{\phi}=1500$ В,
 $\varepsilon_n=1/\rho_n=12,13$ %, $\tau_0=500$ мкс, $I_{pn}=25$ мА, $\varepsilon_{n,nn}=8,56$ %, $I_{g,\phi}=2,7 \times 10^{-6}$ А

I_p , мА	Q					
	2	3	4	10	14	20
	$\Delta\tau$, мкс					
	50	76	102	254	383	508
10	44,4/21	17,8/122	11,6/238	4,3/629	3,3/710	2,9/700
110	6,1/1750	4,9/1870	4,1/1868	2,3/2045	1,8/2074	1,5/2036
210	5,6/1994	4,6/1997	3,9/2019	2,3/1986	1,9/1978	1,6/1995
310	5,7/2047	4,6/2029	3,9/2040	2,3/1996	1,9/1994	1,6/2013
Интегр.	0,9/2032	0,6/2020	0,5/2032	0,2/2016	0,2/2042	0,2/2028
$I_{g,\phi}$, А	1×10^{-6}	$2,3 \times 10^{-5}$	$2,3 \times 10^{-5}$	6×10^{-4}	6×10^{-4}	3×10^{-4}

Таблица 3. Зависимость $1/\rho$, % ламп ЛТ-2 Ду ($\lambda=421,2$ нм) от $\Delta\tau$. $U_{\phi}=1200$ В. $\varepsilon_n=1/\rho_n=6$ %, $\tau_0=50$ мкс, $I_{pn}=15$ мА, $\varepsilon_{n,nn}=4,2$ %, $I_{g,\phi}=2,7 \times 10^{-6}$ А

I_p , мА	Q					
	2	3	4	10	14	20
	$\Delta\tau$, мкс					
	30	45	60	150	228	305
10	—	4,8/562	4,5/502	4,7/201	3,6/332	3,0/375
20	—	3,3/1397	3,1/969	1,9/1282	1,7/1590	1,5/1654
30	—	2,8/1670	2,7/1465	1,6/1804	1,6/1875	1,4/1868
40	—	2,7/1965	2,3/1978	1,5/2013	1,5/2021	1,4/2000
Интегр.	—	1,8/2019	1,4/2000	0,7/2037	0,5/2018	0,4/2040
$I_{g,\phi}$, А	—	$2,7 \times 10^{-6}$	1×10^{-6}	$2,3 \times 10^{-5}$	$1,6 \times 10^{-5}$	$1,6 \times 10^{-5}$

Таблица 4. Зависимость $1/\rho$, % ламп ЛТ-2 Ду ($\lambda=421,2$ нм) от $\Delta\tau$. $U_{\phi}=1200$ В. $\varepsilon_n=1/\rho_n=6$ %, $\tau_0=500$ мкс, $I_{pn}=15$ мА, $\varepsilon_{n,nn}=4,2$ %, $I_{g,\phi}=2,7 \times 10^{-6}$ А

I_p , мА	Q					
	2	3	4	10	14	20
	$\Delta\tau$, мкс					
	30	45	60	150	228	305
10	22,5/16	20,9/18	15,2/28	5,3/117	3,6/186	2,7/234
110	2,6/1486	2,4/1567	2,1/1637	1,4/1856	1,0/1855	0,9/1959
210	2,4/1825	2,3/1802	2,0/1818	1,4/1891	1,0/1912	0,9/1959
310	2,3/1970	2,2/1947	1,9/1956	1,4/1964	1,0/1975	0,9/2012
Интегр.	0,5/2068	0,3/2000	0,3/2026	0,1/1033	0,1/2020	0,1/2042
$I_{g,\phi}$, А	$2,7 \times 10^{-6}$	$4,2 \times 10^{-5}$	$2,3 \times 10^{-5}$	$1,6 \times 10^{-5}$	6×10^{-4}	6×10^{-4}

Таблица 5. Зависимость $1/\rho$, % ламп ЛТ-2 Si ($\lambda=251,6$ нм) от $\Delta\tau$. $U_{\phi}=1200$ В. $\epsilon_n=1/\rho_n=35,5$ %, $\tau_0=50$ мкс, $I_{pн}=20$ мА, $\epsilon_{н.нн}=20$ %, $I_{g,\phi}=2,7 \times 10^{-6}$ А

I_p , мА	Q					
	2	3	4	10	14	20
	$\Delta\tau$, мкс					
	40	60	80	203	304	405
10	—	43,5/166	40,7/173	14,0/497	9,5/497	7,3/600
20	—	23,8/674	20,0/720	8,0/1525	5,0/1707	4,0/1800
30	—	16,7/1328	13,9/1521	7,5/1837	4,9/1891	3,9/1903
40	—	13,5/2025	12,2/2000	7,3/2023	4,6/2030	3,8/2020
Интегр.	—	11,0/2022	6,5/2041	2,4/2000	1,6/2020	1,3/2052
$I_{g,\phi}$, А	—	$2,7 \times 10^{-6}$	$4,2 \times 10^{-5}$	$1,6 \times 10^{-5}$	6×10^{-4}	6×10^{-4}

Таблица 6. Зависимость $1/\rho$, % ламп ЛТ-2 Si ($\lambda=251,6$ нм) от $\Delta\tau$. $U_{\phi}=1200$ В. $\epsilon_n=1/\rho_n=35,5$ %, $\tau_0=500$ мкс, $I_{pн}=20$ мА, $\epsilon_{н.нн}=20$ %, $I_{g,\phi}=2,7 \times 10^{-6}$ А

I_p , мА	Q					
	2	3	4	10	14	20
	$\Delta\tau$, мкс					
	40	60	80	203	304	405
10	86,0/51	62,0/55	41,0/122	13,2/296	9,5/365	6,7/522
110	14,5/1900	12,2/2010	9,9/2037	5,2/2001	4,1/2026	3,1/2040
210	14,2/2025	11,8/2037	10,1/2040	5,3/2008	3,0/2030	2,2/2030
310	14,2/2022	11,2/2045	10,1/2050	5,2/2020	3,1/2039	2,2/2024
Интегр.	2,8/2050	1,7/2035	1,3/2040	0,5/2000	0,4/2048	0,3/2040
$I_{g,\phi}$, А	$2,7 \times 10^{-6}$	1×10^{-6}	$4,2 \times 10^{-5}$	6×10^{-4}	6×10^{-4}	3×10^{-4}

Выполненные исследования показывают, что наибольший уровень шумов оптикоэлектронного тракта ААС характерен для начальных периодов формирования светового сигнала ЛПК — первые 10–30 мкс развития тлеющего разряда. В интегральном режиме измерений уровень шумов значительно ниже — в среднем от 2 до 5 раз. Для сравнения были выполнены измерения среднеквадратического уровня шумов в непрерывном режиме питания ЛПК. Уровень шумов в данном режиме при одном и том же среднем токе возбуждения ЛПК сопоставим с уровнем шумов импульсного режима при длительности питающих импульсов тока, не превышающих 100 мкс. При большей длительности импульсов тока уровень шумов импульсного режима снижается, что еще раз показывает преимущество импульсной модуляции ЛПК перед непрерывным режимом.

Результаты и их обсуждение

Среднеквадратический уровень шумов наиболее высок в первые 10–40 мкс развития тлеющего разряда для исследованных ЛПК.

Среднеквадратический уровень шумов снижается после 100 мкс развития тлеющего разряда для исследованных ЛПК.

Относительная погрешность измерений светового потока при длительности выборки в 5–15 мкс может составлять до 10 % в зависимости от элемента катода ЛПК.

Данную погрешность можно снизить (до единиц процентов) в интегральном режиме измерений выбором длительности импульсов тока ЛПК; эта длительность должна быть не меньшей 50 мкс.

При длительности импульсов тока ЛПК, равной 500 мкс, относительная погрешность, вызванная шумами оптикоэлектронного тракта ААС, снижается до единиц процентов при дифференциальном или интегральном методах измерений.

Относительная ошибка, вызванная неконтролируемыми шумами оптикоэлектронного тракта ААС при длительности импульсов тока, равной 50 мкс, может достигать 5–10 %, данная ошибка при длительности импульсов тока ЛПК, большей 50 мкс, снижается до единиц процентов.

В связи с тем что использование современных зарубежных приборов обеспечивает суммарную относительную ошибку анализа с графитовой кюветой порядка 2–5 %, требуется снижать вклад шумов оптикоэлектронного тракта ААС до десятых долей процента (снижение шумов оптико-электронного тракта ААС требует дополнительной фильтрации данных).

Нестабильность светового излучения ЛПК в составляет несколько процентов в минуту, однако это мало значимо при использовании электротермических атомизаторов (время измерения редко превышает 5 для графитового и 0,2 с для спирального атомизаторов).

DEFINITION OF A ROOT-MEAN-SQUARE LEVEL OF NOISE IN OPTICS THE ELECTRONIC CHANNEL ATOMIC ABSORPTION A SPECTROMETER

K.P. KUREJCHIK, V.I. HARITONCHIK, M.M. MAVLJUTOV, A.Z. IBRAGIM

Abstract

The paper is devoted to research of noises of characteristics of the optic electronic path pulse atomic absorption spectrometer designed for operation with two electro thermal pulverizers — spiral and graphite. Researches were carried out during the time of development of the decaying category in LHC at duration of a pulse of a current 50, 500 μ s and porosity 2–20 has been received, that with increase in duration of pulses of a current LHC root-mean-square value of noise of the optics-electronic path is reduced. With the aim of comparison root-mean-square values of optic-electronics path noise in the continuous power supply of LHC are given. It is shown, that depending on an element of the cathode LHC and time of measurement with respect to the beginning of a pulse current, the contribution of noise to a relative error of measurements, can reach 5 up to 10 %. The received results can be used in atomic absorption spectrometers with pulse or continuous a mode of excitation LHC.

Литература

1. Курейчик К.П. Импульсная атомная спектрометрия. Методы измерений. Аппаратура. Мн., 1989.
2. Курейчик К.П., Безлепкин А.И., Хомяк А.С., Александров В.В. Газоразрядные источники света для спектральных измерений. Мн., 1987.
3. Курейчик К.П. Малогабаритный атомно-абсорбционный спектрометр "Гелиос" со спиральным атомизатором. Материалы 1-й Междунар. конф. по метрологии. Мн., 1997.
4. Макс Ж. Методы и техника обработки сигналов при физических измерениях. М., 1983.
5. Курейчик К.П., Пупкевич С.Н., Гранос В.Г., Храмченков И.С. Программно-аппаратный комплекс Гелиос-М — средство повышения метрологических и сервисных характеристик спектрометров ААС, С-115, Сатурн. Мн., 1998.