

直讀式光譜分析儀的電路設計*

沈 光 銘

提 要

本文介绍了一个直讀式光譜分析儀，并对它的電路設計作了比較詳細的报导。本儀器具有穩定、準確、快速等優點，適合于合金分析和單色光測定等的应用。波長範圍是2000 Å 到6000 Å。光學系統的特點在于所接收的同一單色光上可以放置2个(一级)或4个(二级)測量綫。光源激发系統采用和電源頻率相同的高壓高能火花放电，具有良好的靈敏度。自光电倍增管而下測量系統由脈冲放大、整流、积分和計數器等組成。除裝卸样品和記錄讀數外控制系統的操作全部自動化，同時有高度的保安裝置。最后介紹了几个典型的測試數據。

一、導 言

物質成分的分析是研究物質結構基本方法之一。近代科學技術要求對物質成分進行準確、快速、定性和定量的分析；光譜分析提供了這樣一條途徑。1859年本生(Bunsen)首先利用這個有效工具發現幾種元素：鈷、鎳、氮、銦、銻和鉍等。1930年前后用光譜分析作定量分析的嘗試已廣泛進行。由于內標法的建立、光源激发器的改進、密度計和測微光度計的發明，以及光柵工藝的完善，光譜分析的工具逐漸完善而形成現代化的儀器——攝譜儀。

近年來，利用光电倍增管、放大器、積分器、自動控制和其他電子學新成就作為探測系統來代替攝譜儀中的感光乳膠片，从而使光譜分析更為迅速，達到样品分析自動化的目的。這種儀器稱為直讀式光譜分析儀。定性分析一般能鑒別約七十種以上的元素；定量分析能測出千萬分之一的物質成分。因此光譜分析儀是基本理論研究中重要的分析工具。

在工業生產中，光譜分析儀也有重要的經濟價值。煉鋼爐里的生鐵要它及時地停止在最佳組合情況。有些構成合金鋼的貴重元素是非常容易揮發的，因此常在冶煉的最后階段才加到熔爐中去。化學分析方法通常需數小時，而直讀式光譜分析儀在幾分鐘或更短時間內就可以得出熔爐內合金組成情況；這樣大大縮短了冶煉時間，節省了昂貴的熔爐維持費用。利用光譜分析可以鑒別“不需要”的元素的存。金屬因熱處理、冷卻或其他工程操作而引起的特性畸變，也可用光譜分析而得出更準確和快速的結論。

本文介紹一個火花激發光源的直讀式光譜分析儀，對它的電路設計情況作比較詳細的报导。

* 1964年1月8日收到。

二、直读式光谱分析仪总述

图 1 给出本文所介绍的直读式光谱分析仪的外形。右边方柜分上下二部分，上柜装光学系统，下柜装光源激发系统和电源等。左边写字台上装有测量和控制系统。台上右端小方室是样品架和火花室，室盖根据需要会自动开关。

这架仪器的设计方框图如图 2 所示。样品与光谱纯石墨作为电极形成一个火花隙，由脉冲形成电路所控制的高压高能电源使火花隙放电。这样，被激发的样品按它所组成的元素而发出不同波长的光谱；又按各元素的相对浓度，不同波长的光谱便有强有弱。经过光栅的分光作用，波长不同的谱线就在罗伦圈（Rowland circle）上不同的位置上出现。根据光学系统的设计，光栅左右二边的罗伦圈上可以得出二条对称的谱线。光栅凹面的曲率半径是 2.2 米，每厘米刻线 12,000 条，刻线面积为 3.8×7.6 平方厘米。一级和二级谱线的波长范围各为 2000—6000 和 2000—3000 Å。一级可见光、一级紫外光和二级谱线的色散分别为每毫米 2.6, 3.0 和 1.5 Å。在罗伦圈出射狭缝的上下各装有一条平行轨道，光电倍增管架可按装在任何一条轨道上来调收需要的谱线。这种设计大大增加了相邻谱线间的接收分辨率：同边同轨、同边异轨和位于光栅左右二边的谱线的分辨率分别是 150, 15 和 0 Å。因此在一级和二级光谱范围内同一个单色光上各可以安装二个和四个光电倍增管。

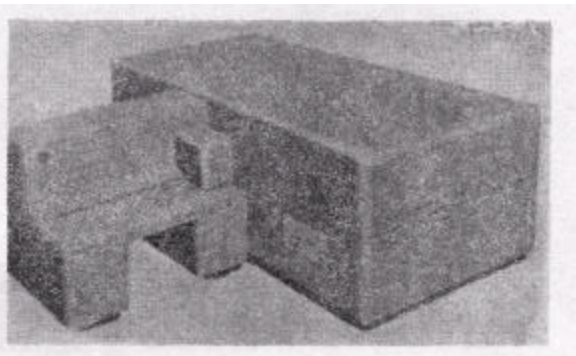


图 1 一个直读式光谱分析仪的外形

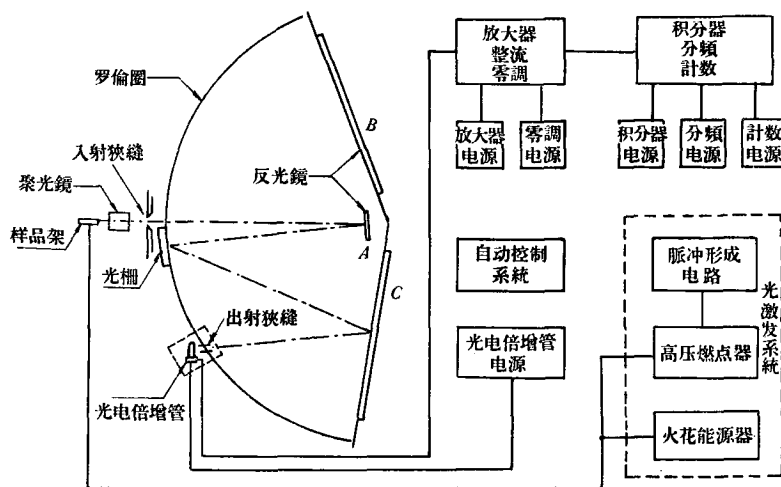


图 2 直读式光谱分析仪方框图

反光镜 B 和 C 使罗伦圈削减一半，从而缩小了仪器体积。为便于获得良好的光学稳定性，所有光学系统装在一个完整铸件上如图 3 所示。

光电倍增管的输出信号经放大、积分和计数,在某一段时间内所积蓄的脉冲总数便和进入光电倍增管的单色光的平均强度成比例,即是和样品成分内某一元素的浓度成比例。

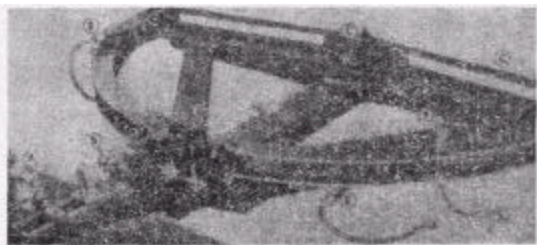


图3 光学系统的机械结构

本机共装有放大器 65 个,积分器和计数器各 13 个。一次调整后可分析五种特殊样品。每次分析有 13 个通道,其中一个通道是内标线,其他 12 个通道分别测量样品内其他 12 种元素的浓度。内标线通道调测最强的单色光(相当于样品中的主要成分),它的脉冲积数是预先指定的,在本机中为 10^3 。因此其他 12 个通道的脉冲积数

分别代表它们对主元素的相对浓度。内标法自动地补偿由于激发、光调、机械振荡等所引起的误差。

三、光源激发系统

获得最有效谱线的最佳光源的产生是光谱分析中最关键性的问题。光源激发器的特性要求随不同样品、分析条件、测量系统的差异而不同,已有不少文献^[1-3]探讨过有关问题。今将几种不同激发源的相对优值列于表 1 中。总的说来,高压火花激发的光源具有很好的重复性,但是灵敏度较差;直流电弧所激发的光源则反之,灵敏度高而重复性差。其它几种表 1 所列出的激发源的特性则介于它们二者之间。

表 1 几种光源激发系统的相对优值(10 分为最佳值)

特 性	高压交流火花	直流电弧	高压交流电弧	低压交流电弧
灵 敏 度	1	10	5	5
重 复 性	10	1	5	7
挥发比值	1	10	5	3
背 境 线	1	10	4	5

对于不同的火花激发源,凯瑟^[3]认为:只要火花的持续时间与能量相同,不论波形和控制方法如何,总可以得出相同的谱线特性。

本机的光源激发系统采用高压高能量的电火花,具有稳定、灵敏、简单等特点。图 4 给出这个激发系统的电路设计。

图 4 中电子管 V1 和 V2 构成高压脉冲燃点器。在交流电源的某一半周内, V1 通而使电容器 C1 充电;另一半周期内,充氩闸流管 V2 因受形成电路过来的脉冲的触发而突然导电,使燃点变压器 T10 的次级端产生 25,000 伏的高压脉冲,火花隙顷刻击穿和离化。这时储存在电容器 C8 中的能量随着离化电路的形成也在火花隙间放电,激发样品内部机构而产生光谱。电子管 V3 和 V4 组成脉冲形成电路。V3 和 V1 在同一电源半周内导电;而在另一半周期内, V4 给出脉冲去触发 V2。可变电阻 R3 调位相, R2 调灵敏度。电子管 V5、V6 和 V7 构成火花能源器;其中 V6、V7 和 V1 在同一半周内导电,使电容器 C8 充电到 V_0 ($V_0 \approx 3000$ 伏)。

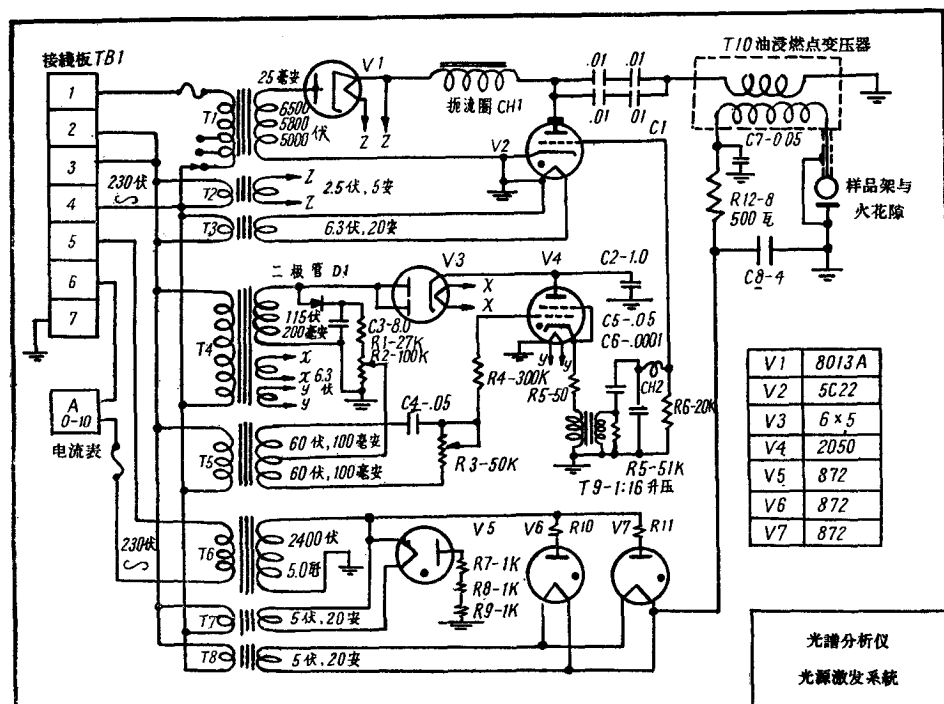


图4 光源激发系统电路设计

假定在放电过程中火花隙间有一恒定电压,即火花隙相当于一个电阻,则放电电路可以视为一个具有始压为 V_0 的 RLC 串联回路。因此流经火花隙的激发电流的波形,若 $\left(\frac{R}{2}\right)^2 > \frac{L}{C}$, 为

$$i_{ex} = \frac{V_0}{\sqrt{\left(\frac{R}{2}\right)^2 - \frac{L}{C}}} e^{-\left(\frac{R}{2L}\right)t} \sinh \sqrt{\left(\frac{R}{2L}\right)^2 - \frac{1}{LC}} t \quad 0 < t < \frac{T}{2} \quad (1)$$

或若 $\left(\frac{R}{2}\right)^2 < \frac{L}{C}$, 则

$$i'_{ex} = \frac{V_0}{\sqrt{\frac{L}{C} - \left(\frac{R}{2}\right)^2}} e^{-\left(\frac{R}{2L}\right)t} \sin \sqrt{\frac{1}{LC} - \left(\frac{R}{2L}\right)^2} t \quad 0 < t < \frac{T}{2} \quad (2)$$

这里 T 是交流电源频率的周期。式(1)和式(2)各为阻尼放电和振荡放电。不同样品可试用不同放电形式。因此 R_{12} 和 C_8 不一定限于图4中所给出的数值,可以根据式(1)或(2)作适当的调试。

四、测量系统

测量系统将谱线的强弱成比例地转化为十进位数,各通道间数字比例经标定后代表各谱线间的相对强度。测量系统自光电倍增管以下包括脉冲放大、整流、积分、分频和计数

常数太大了就失去平均值的意义,太小了又会降低测量系统的灵敏度。一般可选取 10—50T,本机选取的时间常数为 0.5 秒。

由于光电倍增管和放大器的噪声,在没有光源激发情况下也有一定量直流输出,因此引入一负电压作为零点调整,使输出端电压在静态时为零。

图 6 中 V1 是积分器,基本上是一个栅极控制的多谐振荡电路;振荡频率在工作范围内(每秒 10—300 周)线性地和控制端的直流电压成正比。V4 是一个十进位充氖计数管, V3 是 V4 的前置放大器。在本机中 V3 和 V4 构成一分频器,每 10 个输入于 V1 的脉冲导致 1 个 V4 的输出脉冲。因此计数器的频率在每秒 1—30 周之间,这正符合机械计数器的的工作范围。L1 是计数器的计数线圈。L2 是零位线圈,当 L2 激发时,计数器各位数字恢复到零。V5 是功率放大器,它能使 L1 获得约 20 毫安的脉冲电流。静态时 V5 的栅极接地,排除任何不规则脉冲通过功率放大器打乱计数器的零位数字。在分析过程中,微型继电器, SM5LS, 通电而接通 V5 的门路使计数器正常工作。

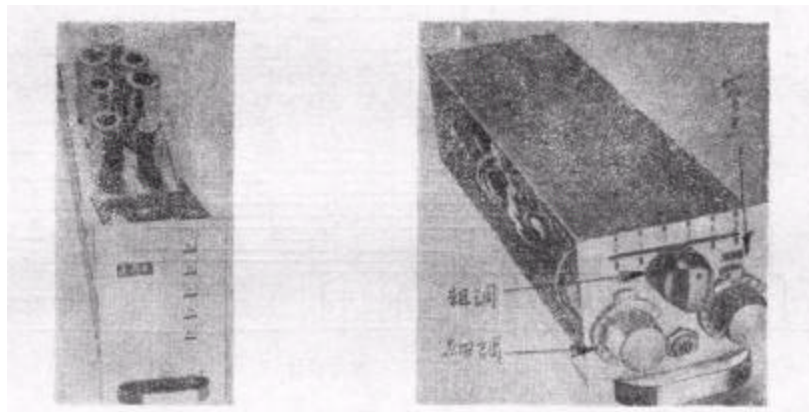


图 7 插入式放大器(右)和积分器(左)

图 7 给出放大器(右)和积分器(左)的实体照相;二者都是插入式,同类插件间可以相互交换。在本仪器中有 13 个积分器和 65(13 × 5) 个放大器。放大器共分五组,每次分析时用多路开关任选一组和积分器接通。因此一次调整可以分析五种完全不同种类的样品,满足工业生产中快速分析的要求。

五、自动控制电路

图 8 给出这架光谱分析仪的自动控制系统电路。首先注意开关 S5 的两个位置:“定时”和“内标”。“定时”表示每次样品受火花激发的时期是预定的,例如为 30 分钟。当期满瞬间,计时器 J3 会自动地断开电路而停止激发。“内标”表示由内标线的强度积分来决定样品激发时期的长短。将最强谱线的信号送到一内标线计数器(图 9),当此计数器计到一预定读数时(本机为 10^3)会自动断开电路而停止光源的激发。图 9 中内标线计数器是由三级充氖计数管 GC10B 组成的;当计到第 1000 个输入脉冲时,输出端有一相应脉冲触发 V6 闸流管使继电器 R1 的接点断开。这一接点的两个线头经接线板 TB4-2 和 TB4-3 接到图 8 中开关 S5,从而完成内标法的控制作用。

当图 8 中总开关 S1 闭合时,变压器 T1 到 T4 开始供电。这时整机在预热中,预热阶

“操作开关” S_4 由三个按钮式瞬间开关组成：起动、停止和复原（零位）。按一下 S_4 中的起动按钮，若所有装在门盖各处起保安作用的联锁开关 I_3 , I_4 和 I_5 等均已接通，则火花隙间即发生强烈火花而激发样品。但是计数并不从这时开始，一直到计时器 J_5 将接点接通， R_{10} 作用而使图 6 中继电器 SM_{5LS} 打开计数器的门路，各通道的计数器方开始工作。这一段通常是几十秒钟的样品预激过程，其作用是使分析工作更加稳定和准确。

总之，若开关 S_5 是在“定时”位置上， J_3 在预定时期内自动断开电路；若在“内线”位置上则当内标线计数器计到 10^3 个脉冲时会自动断开电路。任何时候，按一下 S_4 中“停止”按钮也能断开电路。机器停止以后，一切计数会永远保留，一直到按一下“复原”按钮。“复原”按钮使继电器 R_7 通电，通过 TB_{4-6} 和 TB_{4-7} 使内标线计数器的读数回到零位（参见图 9）；同时通过 TB_{3-7} 使所有机械计数器中 L_2 受到 120 伏直流电压的激发，使它们也恢复到零位（参见图 6）。

继电器 R_4 到 R_7 的激发情况和“操作开关” S_4 的关系表附于图 8 中，其中“通-断”表示当按一下“复原”按钮时，继电器 R_6 接通一下即行断开。

单相可逆感应马达 M_1 用来带动样品室的室盖。当 S_2 在“关”或“开”的位置时，室盖相应地关闭或开启。又在“开”位置上时，室盖根据 S_4 的“起动”或“停止”会自动地关闭或开启。

M_2 是通风机， J_2 , J_4 和 J_6 计时器分别记录本机工作总时数、光源激发总时数和每次操作的积分时期。指示灯 L_1 到 L_4 分别指示供电、预备操作、联锁开关和高压供电等电路情况。此外尚有一些电路，如分析组的选择和直流电源的控制等，为了简明起见，本文从略。至于直流电源设计，仅将光电倍增管的电源设计给出于图 10 中，以供参考。

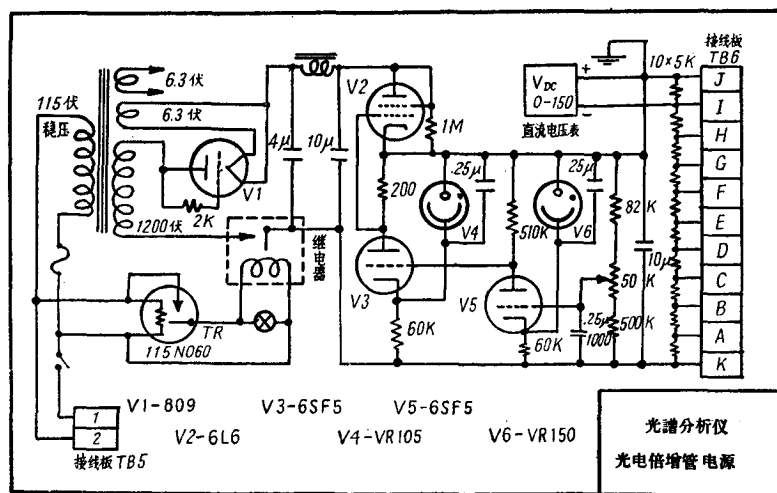


图 10 光电倍增管电源设计

六、特性测试范例

今将这架直读式光谱分析仪的工作情况作几个示范性说明：

(1) 测量系统特性(放大器和积分器)

将 15 毫伏交流信号同时接到 8 路通道作 30 次内标线操作, 测定结果列于表 2 中。每一通道的变化系数都少于百分之一, 说明测量系统具有很好的重复性。

表 2 测量系统性能

通 道	1	2	3	4	5	6	7	8
放大器输出电压	30.5	16.5	20.0	30.0	25.0	20.0	25.0	30.0
平均脉冲积数	485	305	361	606	364	369	410	476
标准偏差	2.45	1.39	1.32	1.55	0.78	1.00	1.58	3.65
变化系数(%)	0.50	0.46	0.36	0.25	0.21	0.27	0.38	0.75

(2) 光电倍增管加测量系统的总性能

将一个氖气灯, 或 NE-32, 放于火花隙位置或光栅附近, 对 8 路通道作 30 次内标线操作。测试结果列于表 3 中, 变化系数仍然少于百分之一。

表 3 光倍增管加测量系统性能

通 道	1	2	3	4	5	6	7	8
平均脉冲积数	144	138	211	274	511	302	662	721
标准偏差	0.52	0.59	1.17	1.36	3.39	1.41	3.18	3.59
变化系数(%)	0.36	0.43	0.56	0.50	0.66	0.47	0.48	0.49

(3) 整机测试(实样分式)

用一炭钢作样品, 作 20 次内标线测试。光源激发系统的火花放电回路参数是: $C = 2$ 微法, $R = 6$ 欧, $L = 160$ 微亨。分析结果列于表 4 中。可见不同元素有不同重复性, 元素浓度越低的通道重复性越差。

表 4 碳钢分析测试(整机试验)

元 素	Mn	Si	Ni	Cu	Mo	Sn	Cr
波长(Å)	4783	2882	3414	3274	3170	3262	4254
浓度(%)	0.930	0.250	0.060	0.150	0.010	0.015	0.025
标准偏差(%)	0.019	0.004	0.007	0.005	0.002	0.006	0.003
变化系数(%)	2.06	1.60	11.60	3.30	20.0	40.0	12.0

后 言

本文的设计并不是唯一的。例如光源激发器可采用电源谐波频率^[4]以提高仪器的灵敏度; 测量系统可采用晶体管以缩小体积, 也可能提高仪器的可靠性; 计数器或可应用脉冲马达^[6]的设计等。

参 考 文 献

- [1] Pfeilsticker, K., *Z. Elektrochem.*, **43** 1937, 719; *Z. Metallkunde*, **30** 1938, 211.
- [2] Hasler, M., *J. Opt. Soc. Amer.*, **33** (1943), No. 4.
- [3] Kaiser, H., *Colloque International Spectrographie de strassburg*, 1950, 149—154.
- [4] Bardócz, Á., *Spectrochimica Acta*, **5** (1953), 397.

- [5] Sawyer, R., *Experimental Spectroscopy*, Prentice-Hall, Inc.
[6] 沈光铭, 科学记录, **3** (1959), 252.

THE CIRCUIT DESIGN OF A DIRECT-READING SPECTRO-ANALYSER

SHEN GUANG-MING

ABSTRACT

The design feature of a direct-reading spectro-analyser with emphasis on the electronic circuit design is presented in this paper. This instrument is stable, speedy, and accurate. The first and second order spectral ranges are respectively 2000—6000 and 2000—3000 Å. The mechanical construction of the optical system is so characterized that two (for first order) or four (for second order) pickups can be set exactly on the same spectral line. A line-frequency, high-voltage and high-energy spark source system is employed with adequate sensitivity. The measuring system consists of a pulse amplifier, a rectifier, an integrator, and a pulse counter. The operation of this instrument is completely automatic after the mounting of the sample. Finally, typical operational data are illustrated.