

PATENTSCHRIFT 148 385

Wirtschaftspatent

Ertelt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

Int. Cl.³

(11) 148 385 (44) 20.05.81 3(51) G 01 N 21/31
G 01 J 3/42
(21) WP G 01 N / 218 094 (22) 27.12.79

-
- (71) siehe (72)
(72) Ersel, Wolf-Dieter, Dipl.-Phys., DD
(73) siehe (72)
(74) VEB Carl Zeiss Jena, Büro für Schutzrechte, 6900 Jena,
Carl-Zeiss-Straße 1
-

(54) Optische Anordnung für Atomabsorptionsspektrometer

(57) Eine optische Anordnung zur Atomabsorptionsspektrometrie ist so auszubilden, daß sie frei ist vom Einfluß der Untergrundstrahlung. Unter Zugrundelegung des Zweistrahlprinzips sowie eines linienemittierenden und eines kontinuierlich emittierenden Strahlers werden genau gleiche Meß- und Vergleichsstrahlengänge gebildet. Eine Scheibe ohne Ausnehmungen ist auf der gleichen Seite mit reflektierenden und nicht reflektierenden Sektoren gleicher Form und Größe versehen und zwischen zwei gleichen Blendscheiben mit kreisringförmigen Schlitzten auf einer gemeinsamen Welle fest angeordnet. Jede Blendscheibe ist das Negativ der anderen. Die Sektorenscheibe und ein Vereinigungselement sind aus demselben Material hergestellt, haben dieselbe Dicke und Neigung und weisen eine Verspiegelung auf entgegengesetzten Flächen auf. - Fig.1 -

16 Seiten





PATENTSCHRIFT 148 385

Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

Int. Cl.³

(11) 148 385 (44) 20.05.81 3(51) G 01 N 21/31
G 01 J 3/42

(21) WP G 01 N / 218 094 (22) 27.12.79

Zur PS Nr. 148.385...

ist eine Zweitschrift erschienen.

(Teilweise bestätigt gem. § 18 Abs. 1 d. Änd.Ges. z. Pat.Ges.)

(71) siehe (72)

(72) Ersel, Wolf-Dieter, Dipl.-Phys., DD

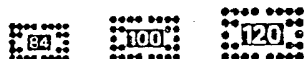
(73) siehe (72)

(74) VEB Carl Zeiss Jena, Büro für Schutzrechte, 6900 Jena,
Carl-Zeiss-Straße 1

(54) Optische Anordnung für Atomabsorptionsspektrometer

(57) Eine optische Anordnung zur Atomabsorptionsspektrometrie ist so auszubilden, daß sie frei ist vom Einfluß der Untergrundstrahlung. Unter Zugrundelegung des Zweistrahlprinzips sowie eines linienemittierenden und eines kontinuierlich emittierenden Strahlers werden genau gleiche Meß- und Vergleichsstrahlengänge gebildet. Eine Scheibe ohne Ausnehmungen ist auf der gleichen Seite mit reflektierenden und nicht reflektierenden Sektoren gleicher Form und Größe versehen und zwischen zwei gleichen Blendscheiben mit kreisringförmigen Schlitzten auf einer gemeinsamen Welle fest angeordnet. Jede Blendscheibe ist das Negativ der anderen. Die Sektorenscheibe und ein Vereinigungselement sind aus demselben Material hergestellt, haben dieselbe Dicke und Neigung und weisen eine Verspiegelung auf entgegengesetzten Flächen auf. - Fig.1 -

16 Seiten



Titel: Optische Anordnung für Atomabsorptionsspektrometer

Anwendungsgebiet der Erfindung:

Die Erfindung betrifft eine optische Anordnung für Atomabsorptionsspektrometer, die nach dem Zweistrahlprinzip arbeiten, mit einem linienemittierenden Strahler und einem
5 ein Kontinuum emittierenden Strahler, deren Strahlungen über einen Unterbrecher abwechselnd über beide Strahlengänge zu einem Vereinigungselement mit einem Reflexionsbelag für einen der beiden Strahlengänge gesendet werden,
10 wobei der Unterbrecher aus einer rotierenden Sektorenscheibe mit abwechselnd lichtdurchlässigen und reflektierenden Sektoren und mindestens einer Abdeckblende besteht.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen:

Bei der Atomabsorptionsspektrometrie wird die Probensubstanz in einen atomaren Zustand gebracht und in ein Probenlichtbündel geleitet. Dieses Probenlichtbündel geht von
15 einer linienemittierenden ersten Lichtquelle aus und enthält die Resonanzlinie des aus der Probe zu bestimmenden Elementes. Die Atome des zu bestimmenden Elementes absorbieren die Strahlung der Resonanzlinie in Abhängigkeit von
20 ihrer Konzentration. Nach dem Passieren des Absorptionsvolumens durchläuft die Strahlung einen Monochromator, in dem die Resonanzlinie spektral von den Nebenlinien getrennt wird, und fällt auf einen Strahlungsdetektor, mit dem zeitlich nacheinander die ungeschwächte und die durch Absorption durch die zu bestimmenden Atome geschwächte Strahlung
25 gemessen wird.

Um Änderungen der Helligkeit der linienemittierenden Licht-

quelle sowie Empfindlichkeitsänderungen des Detektors zu kompensieren, wird auch in der Atomabsorptionsspektrometrie häufig ein Zweistrahilverfahren benutzt. Im möglichst schnellen zeitlichen Wechsel wird durch Verwendung z. B. rotierender Sektorspiegel die Strahlung der linienemittierenden ersten Lichtquelle abwechselnd durch das Absorptionsvolumen hindurch und am Absorptionsvolumen vorbei geleitet und vor dem Eintritt in den Monochromator durch ein in der Regel ortsfestes Element wieder vereinigt. Die Detektorsignale werden demoduliert, und es wird ein Ausgangssignal erzeugt, welches eine Funktion des Verhältnisses der von Proben- und Vergleichslichtbündel herrührenden Signalanteile ist. Zusätzlich zur spezifischen Absorption der Resonanzlinie durch die Atome des gesuchten Elementes tritt in der Praxis sehr häufig eine sogenannte Untergrundabsorption auf, welche durch Molekularabsorption, Lösungsmittelabsorption, Streuung an festen Partikeln und weitere Effekte hervorgerufen wird, die unabhängig von der Konzentration der Atome des gesuchten Elementes sind.

Zur Kompensation dieser Untergrundkompensation benutzt man nach einem bekannten Verfahren (DT-OS 1 911 048) eine zweite, ein Kontinuum emittierende Lichtquelle.

Während die Resonanzlinie der ersten Lichtquelle sowohl durch spezifische als auch durch Untergrundabsorption geschwächt wird, wird die kontinuierliche Strahlung der zweiten Lichtquelle in erster Näherung nur durch die Untergrundkompensation, und zwar in gleichem Maße wie die Resonanzlinie der ersten Lichtquelle geschwächt. Das gilt unter den beiden in der Praxis fast immer zutreffenden Voraussetzungen, daß die spektrale Bandbreite des Monochromators sehr groß ist gegenüber der Bandbreite der schmalen Resonanzabsorption und daß innerhalb der spektralen Bandbreite des Monochromators die Untergrundabsorption praktisch konstant ist.

Bei einer bekannten Anordnung mit einem rotierenden Sektorspiegel (DT-OS 2 207 298) wird der Zweistrahlbetrieb auch

5 bei der Kompensation der Untergrundabsorption aufrechterhalten, indem der rotierende Sektorspiegel zwar die Strahlung der beiden Lichtquellen vereinigt, die räumliche Aufspaltung in einen Proben- und einen Vergleichsstrahlengang aber einen zusätzlichen Strahlteiler erfordert. Diese Lösung hat ca. 50 % Energieverlust am Strahlteiler und erfordert darüber hinaus eine weitere Vorrichtung, die abwechselnd den Proben- und Vergleichsstrahlengang abdeckt bzw. freigibt.

10 Bei einer weiteren bekannten Anordnung (DT-OS 2 303 533) vereinigt der rotierende Sektorspiegel die Strahlung der linienemittierenden ersten Lichtquelle und der ein Kontinuum emittierenden zweiten Lichtquelle und bewirkt außerdem die räumliche Aufspaltung in einen Proben- und einen
15 Vergleichsstrahlengang. Durch eine zur Rotation des Drehspiegels synchrone elektrische Modulation der Lichtquellen werden am Empfänger pro Zyklus vier getrennte Signale erzeugt. Durch die Verwendung einer gleichachsig mit dem Sektorspiegel umlaufenden Abdeckblende werden die vier getrennten
20 Signale auch dann erzeugt, wenn eine elektrische Modulation der zweiten, ein Kontinuum emittierenden Lichtquelle, z. B. bei Verwendung einer Halogenlampe zur Kompensation der Untergrundkompensation im sichtbaren Spektralbereich, nicht möglich ist.

25 Der Nachteil dieser Anordnung besteht darin, daß bei Verwendung eines Sektorspiegels mit zwei auf verschiedenen Seiten desselben angeordneten Reflexionssektoren infolge der endlichen Dicke des Sektorspiegels keine vollständige Äquivalenz der Lichtbündel beider Lichtquellen sowohl im
30 Proben- als auch im Vergleichsstrahlengang erreicht werden kann.

Ein weiterer Nachteil dieser Anordnung besteht darin, daß bei Verwendung einer nicht synchron zur Rotation des Sektorspiegels elektrisch modulierten ersten Lichtquelle
35 störende Signalüberlagerungen mit der zweiten Lichtquelle zustande kommen.

Ziel der Erfindung:

Durch die Erfindung sollen die aufgezeigten Nachteile beseitigt und ein Zweistrahls-Atomabsorptionsspektrometer geschaffen werden, bei dem die Untergrundstrahlung auf die Messung keinen Einfluß ausübt.

Darlegung des Wesens der Erfindung:

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Zweistrahls-Atomabsorptionsspektrometer so auszubilden, daß jederzeit die geometrische Äquivalenz von Proben- und Vergleichsstrahlengang gewährleistet ist und unabhängig von der elektrischen Modulation der beiden Strahler am Empfänger je Meßzyklus eine bestimmte Anzahl von exakt getrennten und zuordenbaren Signalen erzeugt wird.

Gemäß der Erfindung wird diese Aufgabe dadurch gelöst, daß die Sektorenscheibe und das Vereinigungselement aus dem gleichen transparenten Material bestehen, dieselbe Dicke aufweisen und unter dem gleichen Winkel zur optischen Achse geneigt sind, daß die Sektorenscheibe auf derselben Seite mit einem Reflexionsbelag für beide Strahlengänge versehen ist und daß der Reflexionsbelag der Sektorenscheibe dem einen der beiden Strahlengänge und der Reflexionsbelag des Vereinigungselements dem anderen der beiden Strahlengänge zugewandt ist. Vorteilhaft sind mit der Sektorenscheibe gleichachsig zwei identisch ausgebildete, um 180° gegeneinander um die Rotationsachse der Sektorenscheibe versetzte Abdeckblenden vorgesehen, von denen jede auf einer Seite der Sektorenscheibe liegt. Die Abdeckblenden sind mit in verschiedenen Abständen von der Drehachse liegenden kreisbogenförmigen Schlitten versehen, von denen die in einem gemeinsamen Abstand von der Drehachse liegenden Schlitten alternierend die emittierten Strahlungen und die in einem anderen gemeinsamen Abstand von der Drehachse liegenden Schlitten alternierend jeweils einen der beiden Strahlengänge ausblenden. Die in einem gemeinsamen Abstand von der Drehachse befindlichen kreisbogenförmigen Schlitten sind gegeneinander versetzt.

Verlängerung des Strahlenganges 3 geht vom Punkt P_A ein Vergleichsstrahlengang 13 aus, der nach Reflexion an einem Spiegel 14 zum Vereinigungselement 12 gelangt und im Punkt P_a mit dem Probenstrahlengang 9 zusammentrifft.

5 Vom Punkt P_a führt ein gemeinsamer Strahlengang 15 zu einem Monochromator 16 und einer Empfangs- und Auswerteeinrichtung 17. In Abhängigkeit von der jeweiligen Stellung der Sektorenscheibe 5 und der Abdeckblenden 6; 7 gelangt Strahlung des Strahlers 1 in den Probenstrahlengang 9 oder
10 vom Strahler 2 in den Probenstrahlengang 9 oder vom Strahler 2 in den Vergleichsstrahlengang 13 oder vom Strahler 1 in den Vergleichsstrahlengang 13. Danach wiederholt sich die Einsteuerung der Strahlung in der gleichen Weise nach dem gleichen Zeitregime. Im Monochromator 16 erfolgt eine
15 spektrale Trennung einer Resonanzlinien von den Nebenlinien und in der Empfangs- und Auswerteeinrichtung die Signalumformung und Meßwertverarbeitung.

In Fig. 2 ist zur weiteren Erläuterung die Umgebung der Punkte P_A und P_a vergrößert dargestellt. Die Sektorenscheibe 5 ist nur an der den Strahlengängen 3 und 9 zugewendeten Fläche 18 verspiegelt und besitzt keine Durchbrüche. Das Vereinigungselement 15 besteht aus demselben Material und hat dieselbe Dicke wie die Sektorenscheibe 5,
20 ist zu ihr und den Reflektoren 10 und 14 parallel und ist nur an ihrer den Strahlengängen 13 und 15 zugewendeten Fläche 19 verspiegelt. Auf diese Weise ist der optische Weg des Vergleichsstrahlenganges 13 zwischen den Flächen 18 und 19 genau so lang wie der optische Weg des Meßstrahlenganges 9, ohne Probe 11, zwischen denselben Flächen.

30 In Fig. 3 sind die Sektorenscheibe 5 und die Abdeckblenden 6; 7 auf einer gemeinsamen Welle 20 befestigt und mit dieser um die Achse 8 drehbar gelagert. Mit P_B ; P_C ; P_D ; P_E sind die Auftreffpunkte der Achsstrahlen 3; 9; 4; 13 auf den Abdeckblenden 6 und 7 bezeichnet.

35 In Fig. 4 sind die Sektorenscheibe 5 und die Abdeckblenden

Damit ist durch die Erfindung eine völlige Gleichheit von Proben- und Vergleichsstrahlengang für die von beiden Strahlern ausgehenden Strahlungen und die Erzeugung gleicher Signalfolgen hinter dem Vereinigungselement unabhängig von der elektrischen Modulation der verwendeten Strahler gewährleistet.

Ausführungsbeispiel:

Die Erfindung wird nachstehend an Hand der schematischen Zeichnungen näher erläutert. Es zeigen:

- Fig. 1 eine erfindungsgemäße optische Anordnung,
- Fig. 2 die gleiche Anordnung mit vergrößerten Darstellungen für die Sektorscheibe und das Vereinigungselement,
- Fig. 3 die Umgebung des Punktes P_A in Fig. 1 unter Berücksichtigung endlicher Querschnitte für die Strahlungsbündel,
- Fig. 4 einen aus einer Sektorenscheibe und zwei Abdeckblenden bestehenden Unterbrecher und
- Fig. 5 a bis f die Zustände des Unterbrechers hinsichtlich Reflexion und Transmission und die daraus abgeleitete Signalfolge.

In Fig. 1 sind ein linienemittierender Strahler 1 und ein Kontinuum emittierender Strahler 2, deren Strahlengänge 3; 4 in einem Punkt P_A auf eine Sektorenscheibe 5 treffen, mit der zwei Abdeckblenden 6; 7 starr verbunden um eine Achse 8 drehbar angeordnet sind. Die Sektorenscheibe 5 hat 2 n, vorzugsweise 4 gleichgeformte Sektoren, von denen zwei reflektierend sind, zwischen denen zwei durchlässige Sektoren liegen. Die reflektierenden Sektoren befinden sich auf der dem Strahler 1 und dem Probenstrahlengang 7 zugewendeten Fläche der Scheibe 5. Von Punkt P_A geht in Verlängerung des Strahlenganges 4 ein Proben- oder Meßstrahlengang 9 aus, der an einem Spiegel 10 durch eine Probe 11 zu einem fest angeordneten Vereinigungselement 12 reflektiert wird. In

6; 7 zu Erläuterung ihrer Funktion nebeneinander dargestellt. Die Sektorenscheibe 5 hat aufeinanderfolgend gleichgeformte und gleichgroße Sektoren zur Reflexion 29; 30 und Transmission 31; 32. Die Sektorenscheibe 6 weist
 5 zwei ineinander übergehende Schlitz 21; 22 auf, die beide im gleichen Abstand von der Drehachse 8 liegen. Außerdem befinden sich zwei kreisringförmige Schlitz 23; 24 untereinander in einem gleichen jedoch größeren Abstand von der Achse 8 als die Schlitz 21; 22. Damit in der Empfangseinrichtung 17 getrennte Signale empfangen werden können, erstrecken sich die Schlitz 23; 24 jeweils nur über einen Winkelbereich $90^\circ - 2\alpha$, wobei α sich aus dem sagittalen Strahlenbündelquerschnitt an den Punkten P_B und P_D , dem größeren Abstand dieser Schlitz 23; 24 von der Drehachse 8 und dem gewünschten Dunkelzeitraum zwischen den einzelnen Signalen ergibt. Die Sektorenscheibe 7 ist ebenso ausgebildet wie die Sektorenscheibe 6, jedoch gegenüber dieser um die Achse 8 um 180° verdreht angeordnet. In der Sektorenscheibe 7 sind dementsprechend kreisbogenförmige innere Schlitz 25; 26 und kreisbogenförmige äußere Schlitz 27; 28 vorgesehen.
 20 Bei Montierung der Sektorenscheibe 5 und der Abdeckblenden 6; 7 in der in Fig. 4 angegebenen Anordnung ergeben sich für die Reflexion und Transmission folgende Zustände
 25 (siehe auch Fig. 5) in Abhängigkeit von der Zeit (Periode T). In der Fig. 5 entsprechen a) dem Punkt P_B , b) dem Punkt P_C , c) dem Punkt P_D , d) dem Punkt P_E , e) dem Punkt P_A und f) der Signalfolge in der Empfangseinrichtung 17. In der ersten Viertelperiode trifft der Strahlengang 3 durch den Schlitz 24 auf den Sektor 29 und wird von diesem in den Probenstrahlengang 9 reflektiert. Die Abdeckblende 6 läßt kein Licht durch. In der zweiten Viertelperiode gelangt der Strahlengang 4 durch die Schlitz 27 und 21 und den Sektor 31 in den Probenstrahlengang 9.
 30 In der dritten Viertelperiode trifft der Strahlengang 4
 35

5 durch den Schlitz 28 auf den Sektor 30 und wird von diesem durch den Schlitz 26 der Abdeckblende 7 in den Vergleichsstrahlengang 13 reflektiert. In der vierten Viertelperiode gelangt der Strahlengang 3 durch den Schlitz 23, den unverspiegelten Sektor 32 und den Schlitz 25 in den Vergleichsstrahlengang.

Hat die Sektorenscheibe 5 mehr als vier Sektoren, so läßt sich ganz allgemein sagen, daß die eine Abdeckblende 6 immer das Negativ der anderen 7 ist.

Erfindungsanspruch:

- 5 1. Optische Anordnung für Atomabsorptionsspektrometer, die nach dem Zweistrahlprinzip arbeiten, mit einem linienemittierenden Strahler und einem ein Kontinuum emittierenden Strahler, deren Strahlungen über einen Unterbrecher abwechselnd über beide Strahlengänge zu einem Vereinigungselement mit einem Reflexionsbelag für einen der beiden Strahlengänge gesendet werden, wobei der Unterbrecher aus einer rotierenden Sektorenscheibe mit abwechselnd lichtdurchlässigen und reflektierenden Sektoren und mindestens einer Abdeckblende besteht, gekennzeichnet dadurch, daß die Sektorenscheibe und das Vereinigungselement aus dem gleichen transparenten Material bestehen, dieselbe Dicke aufweisen und unter demselben Winkel zur optischen Achse geneigt sind, daß die Sektorenscheibe auf derselben Seite mit Reflexionsbelägen für beide Strahlengänge versehen ist und daß der Reflexionsbelag der Sektorenscheibe dem einen der beiden Strahlengänge und der Reflexionsbelag des Vereinigungselements dem anderen der beiden Strahlengänge zugewandt ist.
- 10
- 15
- 20
- 25 2. Optische Anordnung nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß mit der Sektorenscheibe gleichachsige zwei Abdeckblenden angeordnet sind, daß jede Abdeckblende das Negativ der anderen ist, sich auf einer Seite der Sektorenscheibe befindet und mit in verschiedenen Abständen von der Drehachse liegenden kreisbogenförmigen Schlitten versehen ist, von denen die in einem gemeinsamen Abstand von der Drehachse liegenden Schlitten alternierend die emittierten Strahlungen und die in einem anderen gemeinsamen Abstand von der Drehachse liegenden Schlitten alternierend jeweils einen der beiden Strahlengänge ausblenden.
- 30

3. Optische Anordnung nach Punkt 2, gekennzeichnet dadurch, daß die im größeren Abstand von der Drehachse angeordneten Schlitze um definierte Beträge verkürzt sind.
- 5 4. Optische Anordnung nach Punkt 3, gekennzeichnet dadurch, daß die Sektorenscheibe vier gleichgroße und gleich gestaltete Sektoren aufweist, daß abwechselnd ein reflektierender und ein durchlässiger Sektor aufeinander-folgen und daß die Abdeckscheiben identisch
- 0 und um die Drehachse um 180° gegeneinander verdreht sind.

19. 12. 1979
GB/Slz/Kl

Hierzu 5 Seiten Zeichnungen

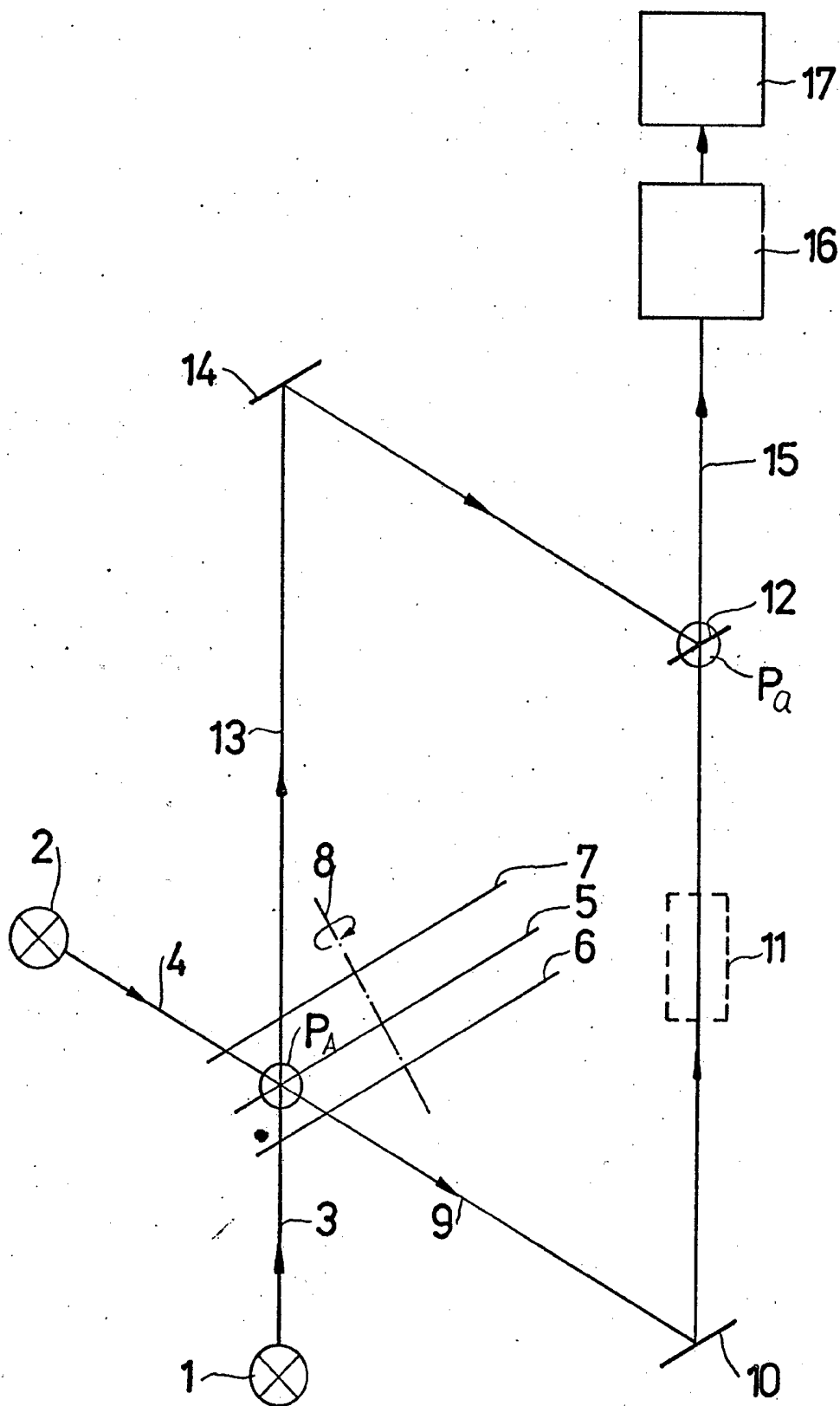


Fig.1

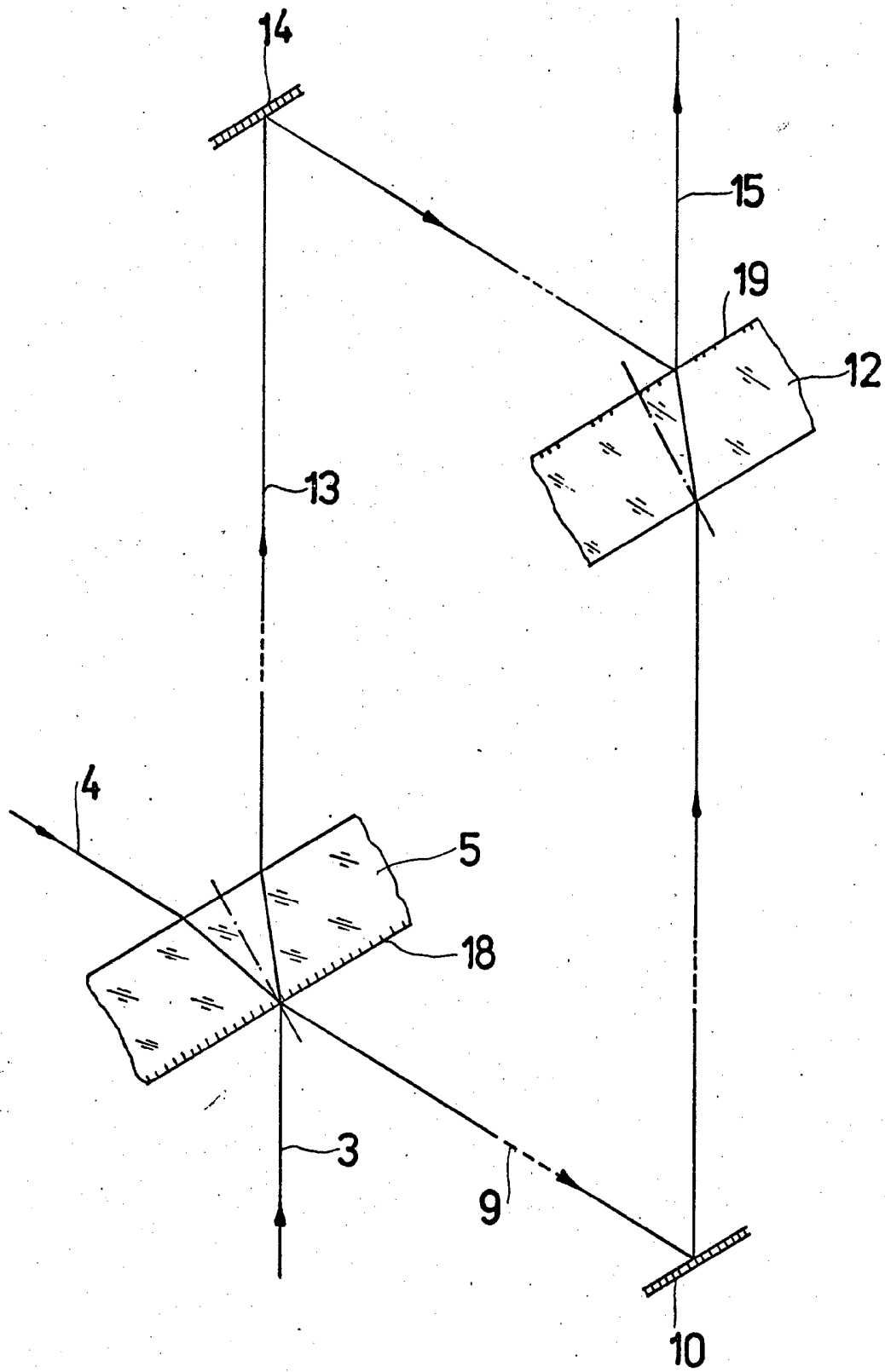


Fig. 2

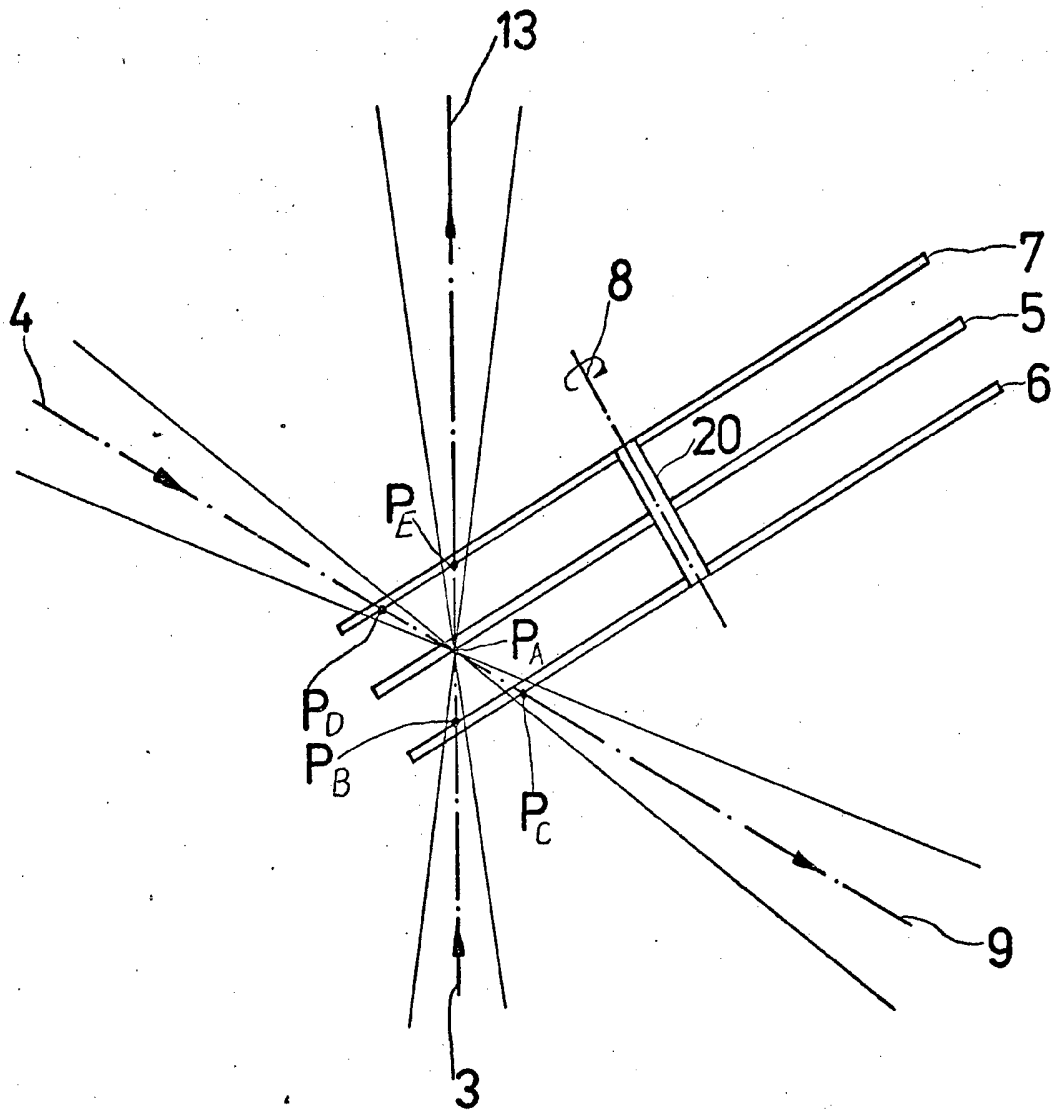


Fig.3

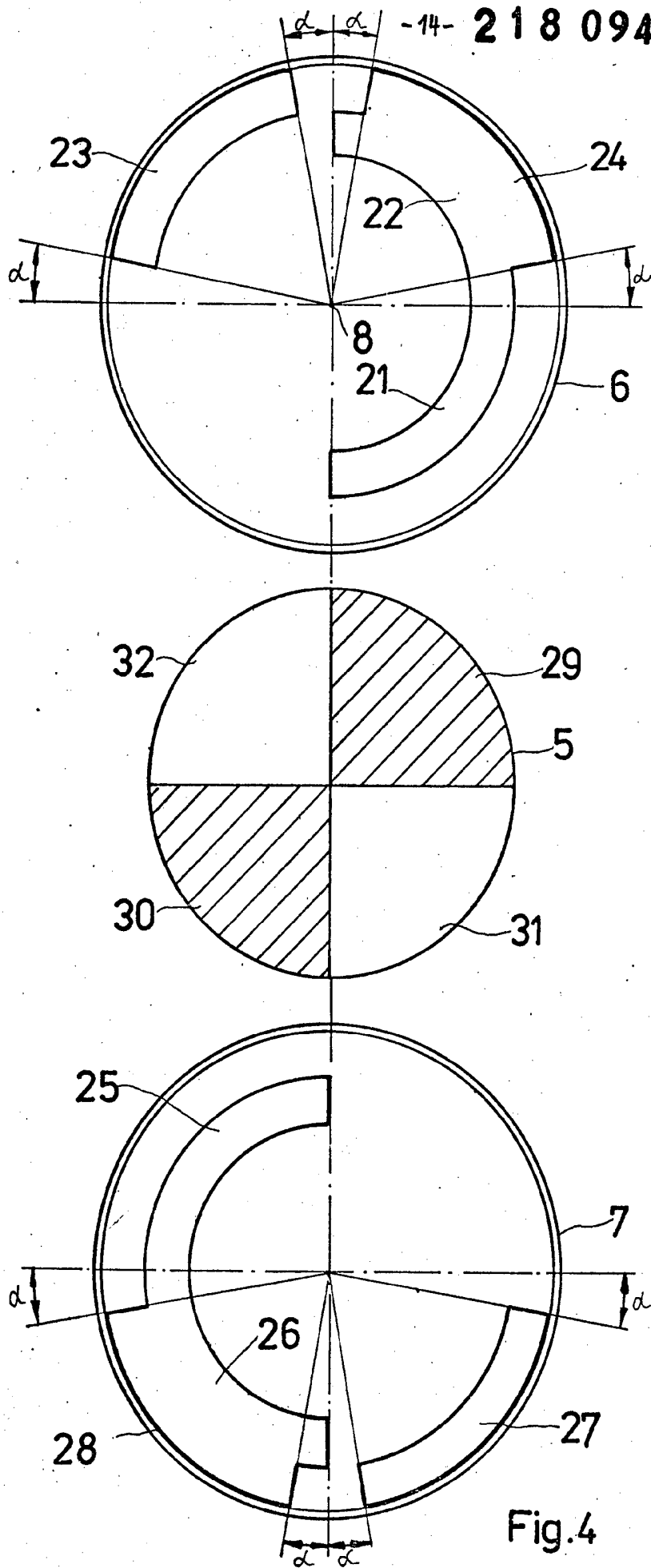


Fig.4

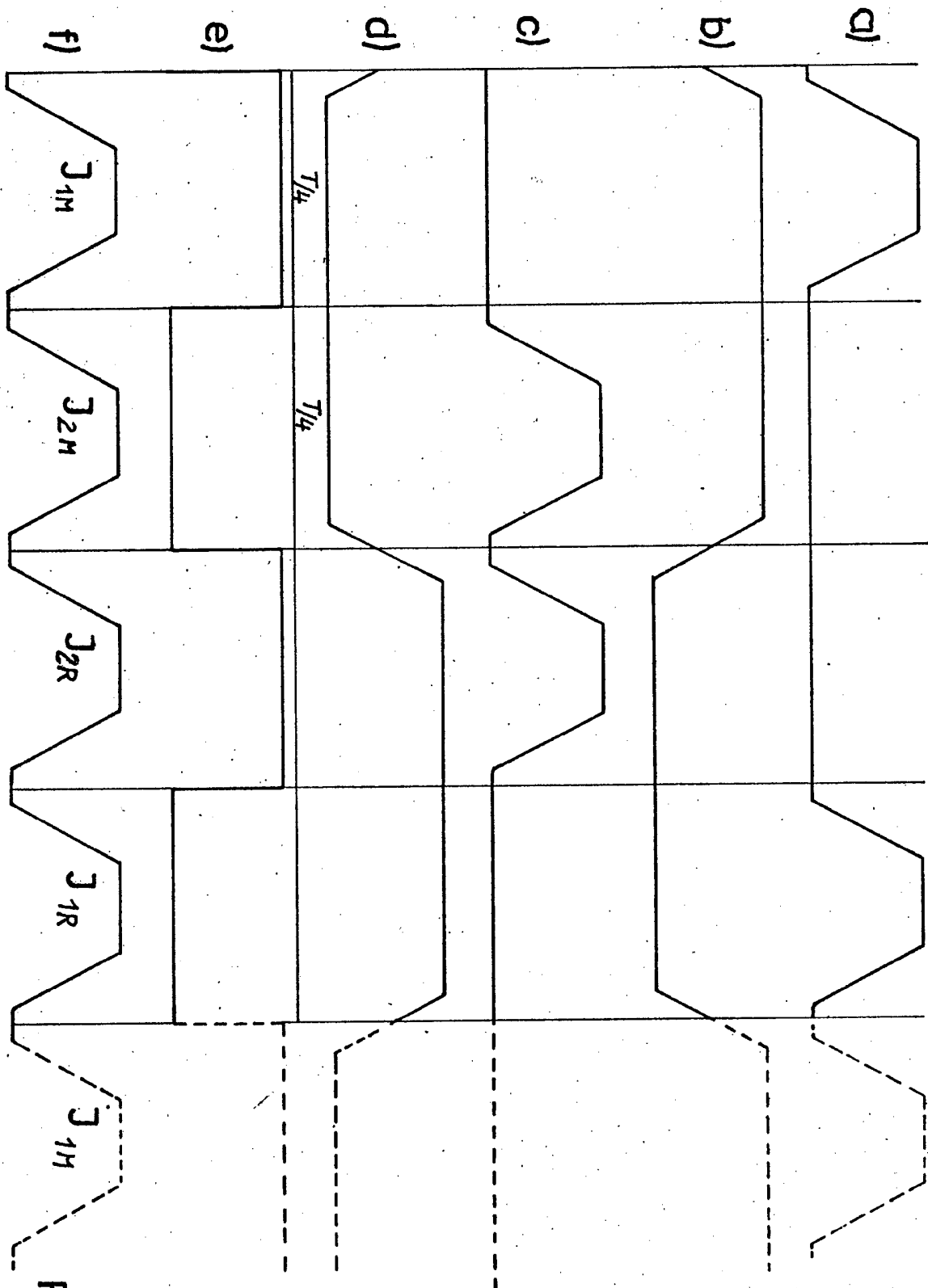


Fig. 5