



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 18 Absatz 2 Patentgesetz

(19) **DD** (11) **250 242 A3**

4(51) G 01 J 3/18

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

(21) WP G 01 J / 267 821 2

(22) 01.10.84

(45) 08.10.87

(71) VEB Carl Zeiss JENA, 6900 Jena, Carl-Zeiss-Straße 1, DD

(72) Ersel, Wolf-Dieter, Dipl.-Phys.; Schebesta, Wilhelm, Dipl.-Ing., DD

(54) Verfahren zur Erhöhung der Wellenlängengenauigkeit

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Erhöhung der Wellenlängengenauigkeit, insbesondere zur Anwendung in UV-VIS-Spektrometern. Ziel ist es, bei geringem Fertigungs-, Montage- und Justieraufwand, die Genauigkeit der Fehlerkorrektur zu verbessern. Die Aufgabe, unter Ausnutzung vorhandener gerätespezifischer Voraussetzungen den Wellenlängenfehler in seiner Gesamtheit rechentechnisch verwertbar zu erfassen und in die Meßergebnisse einzubeziehen, wird dadurch gelöst, daß für eine Fehlerfunktionsbestimmung auf der Basis dreier Prüflinien als dritte Prüflinie die spektral unzerlegte, geschwächte Strahlung der nullten Ordnung einer geräteinternen Strahlungsquelle verwendet wird. Der Wellenlängenwert wird Null gesetzt. Die Fehlerkorrektur erfolgt entweder durch korrigierte Wellenlängeneinstellung für Messungen mit konstanter Wellenlänge oder durch Umrechnung der ermittelten unkorrigierten Wellenlängenwerte bei Messungen mit veränderlicher Wellenlänge.

Patentanspruch:

Verfahren zur Erhöhung der Wellenlängengenauigkeit, bei dem auf der Basis dreier in ihrer spektralen Lage bestimmter Prüflinien, die aus einem Soll-Ist-Vergleich ermittelten Ablagen zur Bestimmung einer Fehlerfunktion verwendet und in das Meßergebnis einbezogen werden, wobei zwei der Prüflinien die zwei Emissionsmaxima einer geräteinternen Strahlungsquelle darstellen, **gekennzeichnet dadurch**, daß als dritte Prüflinie die spektral unzerlegte, geschwächte Strahlung der nullten Ordnung der Strahlungsquelle verwendet und deren Wellenlängenwert Null gesetzt wird, daß bei Messungen mit konstanter Wellenlänge eine nach der Fehlerfunktion korrigierte Wellenlängeneinstellung erfolgt und daß bei Messungen mit veränderlicher Wellenlänge wellenlängenskalamäßig unkorrigierte Wellenlängenwert eingestellt werden und erst bei der Meßwertauswertung eine Umrechnung der ermittelten Wellenlängen in korrigierte Wellenlängen erfolgt.

Hierzu 2 Seiten Zeichnungen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Erhöhung der Wellenlängengenauigkeit, bei dem auf der Basis dreier in ihrer spektralen Lage bestimmter Prüflinien die aus einem Soll-Ist-Vergleich ermittelten Ablagen zur Bestimmung einer Fehlerfunktion verwendet und in das Meßergebnis einbezogen werden, wobei zwei der Prüflinien die zwei Emissionsmaxima einer geräteinternen Strahlungsquelle darstellen. Die Erfindung ist in Spektrometern, insbesondere UV-VIS-Spektrometern anwendbar.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

UV-VIS-Spektrometer arbeiten üblicherweise mit einer wellenlängenlinearen Abszissendarstellung. Bekannterweise wird die Wellenlängenlinearität mit einem Sinusgetriebe realisiert, das im Prinzip die Gittergleichung

$$\sin \alpha = m \cdot G \cdot \lambda / 2 \cdot \cos \varepsilon \quad (1)$$

mechanisch nachbildet, wobei

- α den Gitterwinkel,
- m die spektrale Ordnung,
- G die Gitterstrichzahl,
- λ die Wellenlänge und
- ε den halben Winkel zwischen einfallendem und ausfallendem Hauptstrahl am Monochromatorgitter darstellen.

Die häufigsten Restfehler, die bei dieser mechanischen Nachbildung auftreten, sind Abweichungen zwischen dem Gitterwinkel und dem eingestellten Winkel des Sinusgetriebes, sind weiterhin Abweichungen im Übersetzungsverhältnis (falsche Hebellänge des Sinusgetriebes) und translatorische Abweichungen der Wellenlänge infolge fehlerhafter Zuordnung des Wellenlängennullpunktes.

Das Ergebnis dieser systematischen Fehler sind Wellenlängenfehler, deren Abhängigkeit von der Wellenlänge sich hinreichend gut mit folgender Gleichung beschreiben läßt:

$$\Delta \lambda = A \lambda^2 + B \lambda + C \quad (2)$$

A, B und C sind Konstanten.

Weitere systematische Fehler des Sinusgetriebes, wie z. B. Steigungsfehler und Winkel bzw. Durchbiegung der Querrführung, liefern Beträge zum Wellenlängenfehler, die in der Summe mit dem quadratischen Ansatz gemäß Gleichung (2) hinreichend gut beschrieben werden.

Neben einem hohen Fertigungs- und Montageaufwand ist für die Reduzierung der Restfehler ein erheblicher Justieraufwand notwendig. Das geschieht dadurch, daß anstelle der normalen, als Kontinuumstrahler ausgebildeten Spektrometerlichtquellen ein geeigneter Linienstrahler (z. B. eine Hg-Lampe) verwendet wird, von dem drei möglichst gleichmäßig über den Spektralbereich verteilte Prüflinien mit vorgegebenen Soll-Wellenlängen λ_{soll} ($i = 1, 2, 3$) ausgewählt werden.

In einem Justierdurchlauf werden die Ist-Wellenlänge λ_{ist} der Prüflinien und daraus die Ablagen $\Delta\lambda_i = \lambda_{\text{ist}} - \lambda_{\text{isoli}}$ ($i = 1, 2, 3$) ermittelt.

Aus diesen drei Ablagen werden die Koeffizienten A, B, C von (2) berechnet und je nach der Spezifik des anschließenden Justierablaufes Einstellwerte für die drei Prüflinien abgeleitet, wobei die Justierung in drei Schritten an drei Justierplatten erfolgt, mit denen der Winkelfehler zwischen Gitter und Sinusgetriebe, das Übersetzungsverhältnis und der translatorische Fehler der Wellenlängenskala beseitigt bzw. minimiert werden.

Die Justierung ist deshalb so aufwendig, weil an den Justierstellen sehr kleine Verstellungen vorzunehmen und anschließend eine Arretierung notwendig ist. Außerdem besteht eine Justierung in der Regel aus wenigstens 2 bis 3 Durchläufen.

Trotz dieses hohen Aufwandes beim Hersteller der Geräte gibt es in der Regel Probleme mit der Wellenlängengenauigkeit beim Anwender. Ein erneutes Justieren ist meist unumgänglich.

Es ist weiterhin bekannt, den Monochromator in einem rechnergesteuerten Kalibrierungsverfahren auf eine korrigierte Lage der Wellenlänge einzustellen. Dazu wird über den Monochromatorantrieb eines der zwei scharfen Bandenmaxima der geräteinternen Deuteriumlampe eingestellt und die Wellenlängenskala danach ausgerichtet. Ein anderes Verfahren verwendet zur Wellenlängenkorrektur ebenfalls ein Bandenmaximum und ein zweites zur Kontrolle.

Nachteilig an beiden Lösungsvorschlägen ist es, daß der Wellenlängenfehler auf Grund der Nichtlinearität des Verlaufs der Fehlerkurve nicht vollständig erfaßt werden kann.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, unter Vermeidung eines hohen Fertigungs-, Montage- und Justieraufwandes die Genauigkeit der Fehlerkorrektur gegenüber dem Stand der Technik zu verbessern.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Die Aufgabe der Erfindung, unter Ausnutzung vorhandener gerätespezifischer Voraussetzungen den Wellenlängenfehler in seiner Gesamtheit rechentechnisch verwertbar zu erfassen und in die Meßergebnisse einzubeziehen, wird durch ein Verfahren zur Erhöhung der Wellenlängengenauigkeit, bei dem auf der Basis dreier in ihrer spektralen Lage bestimmter Prüflinien, die aus einem Soll-Ist-Vergleich ermittelten Ablagen zur Bestimmung einer Fehlerfunktion verwendet und in das Meßergebnis einbezogen werden, wobei zwei der Prüflinien die zwei Emissionsmaxima einer geräteinternen Strahlungsquelle darstellen, erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß als dritte Prüflinie die spektral unzerlegte, geschwächte Strahlung der nullten Ordnung der Strahlungsquelle verwendet und deren Wellenlängenwert Null gesetzt wird, daß bei Messungen mit konstanter Wellenlänge eine nach der Fehlerfunktion korrigierte Wellenlängeneinstellung erfolgt und daß bei Messungen mit veränderlicher Wellenlänge wellenlängenskalamäßig unkorrigierte Wellenlängenwerte eingestellt werden und erst bei der Meßwertauswertung eine Umrechnung der ermittelten Wellenlängen in korrigierte Wellenlängen erfolgt.

Durch das erfindungsgemäße Verfahren wird die quadratische Fehlerfunktion der Wellenlänge mit hoher Genauigkeit bestimmt ohne die Verwendung einer zusätzlichen externen Justierlampe.

Die Spektrometeranordnung ist gegenüber dem Gebrauch zur Probenanalyse so zu modifizieren, daß sich mit dem Monochromator die nullte Ordnung einstellen läßt. Dazu ist die Wellenlängenspindel des Sinusgetriebes in entsprechender Weise zu verlängern.

Weiterhin ist es notwendig, die Strahlung der nullten Ordnung durch ein im ohnehin vorhandenen Filterwechsler zusätzlich vorgesehenes Schwächungsfilter so zu verringern, daß am Empfänger des Spektrometers ein mit der Nachweiselektronik aussteuerbarer Signalpegel erreicht wird.

Die Bestimmung der aktuellen Lage der drei Prüflinien erfolgt derart, daß im Einstrahlbetrieb für jede der drei Prüflinien eine typische Empfängerspannung eingestellt und bei einer hinreichend kleinen Spaltbreite zunächst in einem ersten Durchlauf in einem größeren Suchbereich mit einer größeren Schrittweite und anschließend in einem weiteren Durchlauf in einem kleineren Suchbereich und mit kleinerer Schrittweite Meßwerte ermittelt werden, die in einem vorgegebenen Schwellwertbereich liegen müssen.

Der größte dieser ermittelten Werte und sein zugehöriger Wellenlängenwert werden zur weiteren Programmabarbeitung verwendet, entweder direkt oder nachdem nach einer Ausgleichsrechnung (Methode der kleinsten Quadrate) der Maximalwert und der zugehörige Wellenlängenwert ermittelt wurden.

Sind die vorgegebenen Bedingungen nicht erfüllt, erfolgen weitere Durchläufe mit geänderter Empfängerspannung, wobei die Zahl der Durchläufe als begrenzt vorgegeben ist.

Aus den drei bestimmten Wellenlängen der Prüflinien werden die Ablagen $\Delta\lambda_i$ und daraus nach (2) die Koeffizienten A, B und C ermittelt, in einen Korrekturspeicher abgelegt und bei den verschiedenen Meßverfahren in der beschriebenen Weise benutzt.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung wird nachstehend anhand der schematischen Zeichnungen näher erläutert. Fig. 1 zeigt den Aufbau eines Spektrometers, mit dem das erfindungsgemäße Verfahren realisiert werden kann.

Von der Strahlung zweier Strahlungsquellen 1, 2, die mit Versorgungsgeräten 3, 4 gekoppelt sind, gelangt jeweils eine mittels eines Schwenkspiegels 5, durch ein Filter 6 eines Filterwechslers 7 beeinflusst, auf einen Monochromator 8, der Teil des optischen Systems des Spektrometers ist.

Während der Schwenkspiegel 5 und der Filterwechsler 7 durch Motoren 9, 10 angetrieben werden, steht zur Wellenlängeneinstellung für den Monochromator 8 ein motorantriebenes Sinusgetriebe 11 zur Verfügung.

Die den Monochromator 8 verlassende Strahlung 12 beaufschlagt einen als Photomultiplier ausgebildeten, mit einem Versorgungsgerät 13 verbundenen Empfänger 14, der mit einer Einheit zur Signalverarbeitung und Meßwertbildung 15 gekoppelt ist, an die ein Rechner 16 mit einem Speicher für Korrekturwerte 17 und einer Meßwertausgabe 18 angeschlossen ist.

Die Versorgungsgeräte 3, 4, 13, die Motoren 9, 10 und der Rechner 16 sind mit einer Steuerlogik 19 verknüpft, die die Zuordnungen zwischen der am Monochromator 8 eingestellten Wellenlänge, der verwendeten Lichtquelle 1 oder 2 und der Stellung des Filterwechslers 7 realisiert.

Für die Abarbeitung der für die Erfindung wesentlichen Arbeitsschritte ist es dazu notwendig, daß das Spektrometer im Einstrahlverfahren arbeitet und daß der Schwenkspiegel 5 aus dem Strahlengang der als Deuteriumlampe ausgebildeten Strahlungsquelle 1 ausgeschwenkt ist. Zur Wellenlängeneinstellung (s. Fig. 2), insbesondere der als Null gesetzten Wellenlänge, besitzt das Sinusgetriebe 11 eine durch Schraffur gekennzeichnete, verlängerte Antriebsspindel 20, so daß sich im Sinusgetriebe 11 ein Winkel $\delta = 0^\circ$ (bzw. ein kleiner negativer Winkel $-\Delta\delta$) und am Monochromatorgitter 21 ein Gitterwinkel $\alpha = 0^\circ$ (bzw. ein kleiner negativer Winkel) einstellen läßt.

Die erforderliche Verlängerung der Antriebsspindel 20 läßt sich aus der Gittergleichung (1) und der Gleichung des Sinusgetriebes

$$\sin \delta = \frac{x}{L} \quad (3)$$

ermitteln, wobei x der Lage eines Mitnehmers 22 für einen Gitterhebel 23 auf der Antriebsspindel 20, L der Länge des Gitterhebels 23 und der Winkel α dem Winkel δ entspricht.

Bei Verwendung der als $\lambda = 0$ gesetzten, unzerlegten Strahlung der nullten Ordnung des Gitters 21 ist es außerdem notwendig, daß die Strahlung der Strahlungsquelle 1 durch ein im Filterwechsler 7 vorgesehenes Schwächungsfilter so weit geschwächt wird, daß am Empfänger 14 ein mit der Einheit 15 aussteuerbarer Signalpegel erreicht wird.

Da die verwendeten Emissionsmaxima der Deuteriumlampe bei 486,0 nm und 651,1 nm liegen, ist die Verwendung dieser Strahlungsquelle für das erfindungsgemäße Verfahren natürlicher über den sonst zu Analysenzwecken üblichen Bereich hinaus erforderlich.

Die Einstellung einer korrigierten Wellenlänge bei Messungen mit konstanter Wellenlänge erfolgt über das Sinusgetriebe 11, angesteuert durch die mit dem Rechner 16 und dem Speicher 17 verbundene Steuerlogik 19.

Bei Messungen mit veränderlicher Wellenlänge erfolgt nicht über den gesamten Spektralbereich ständig eine korrigierte Wellenlängeneinstellung, sondern die ermittelten Meßwerte für die Wellenlänge werden durch die im Speicher 17 entsprechend der ermittelten Fehlerfunktion gespeicherten Fehlerwerte mittels des Rechners 16 korrigiert und über die Meßwertausgabe 18 ausgegeben.

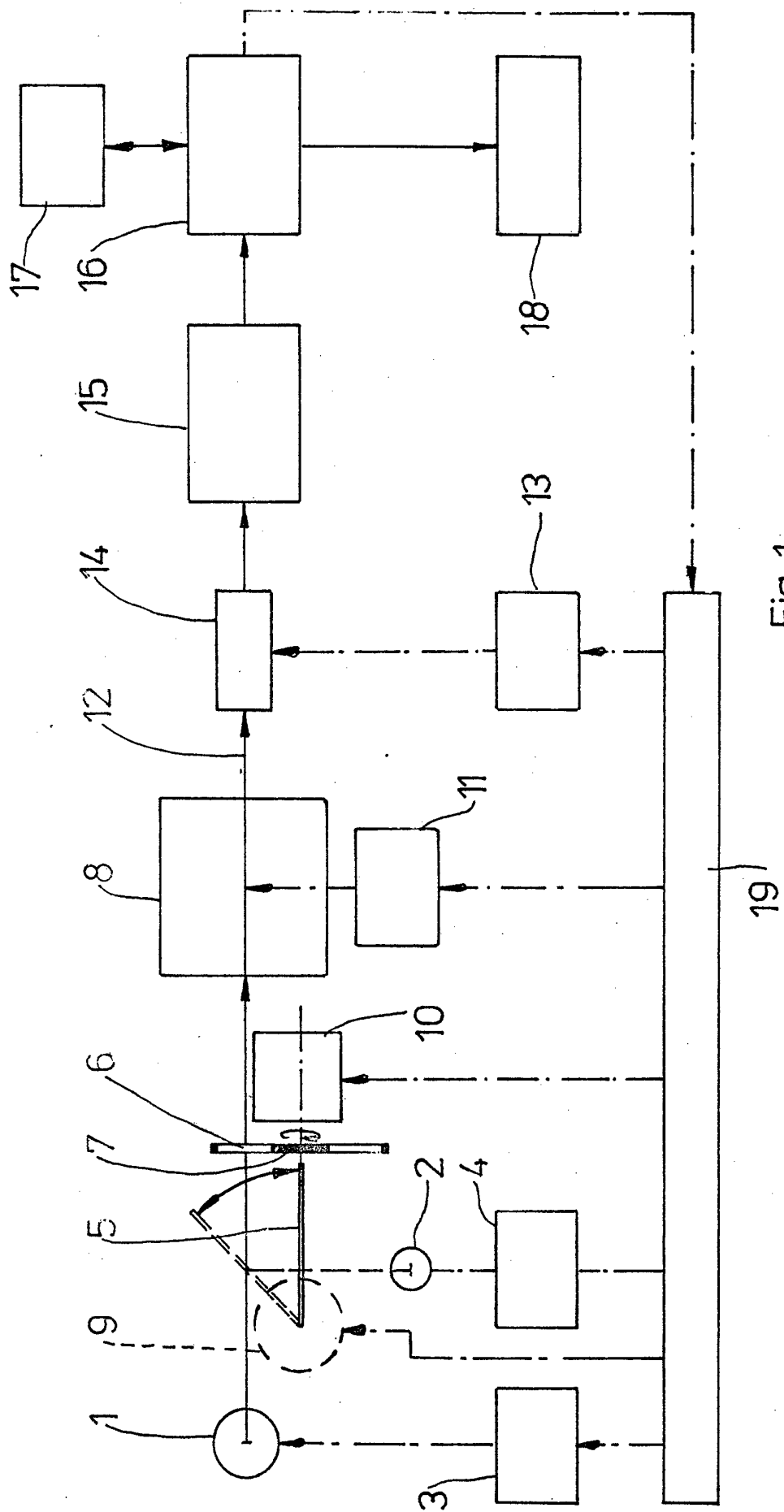


Fig.1

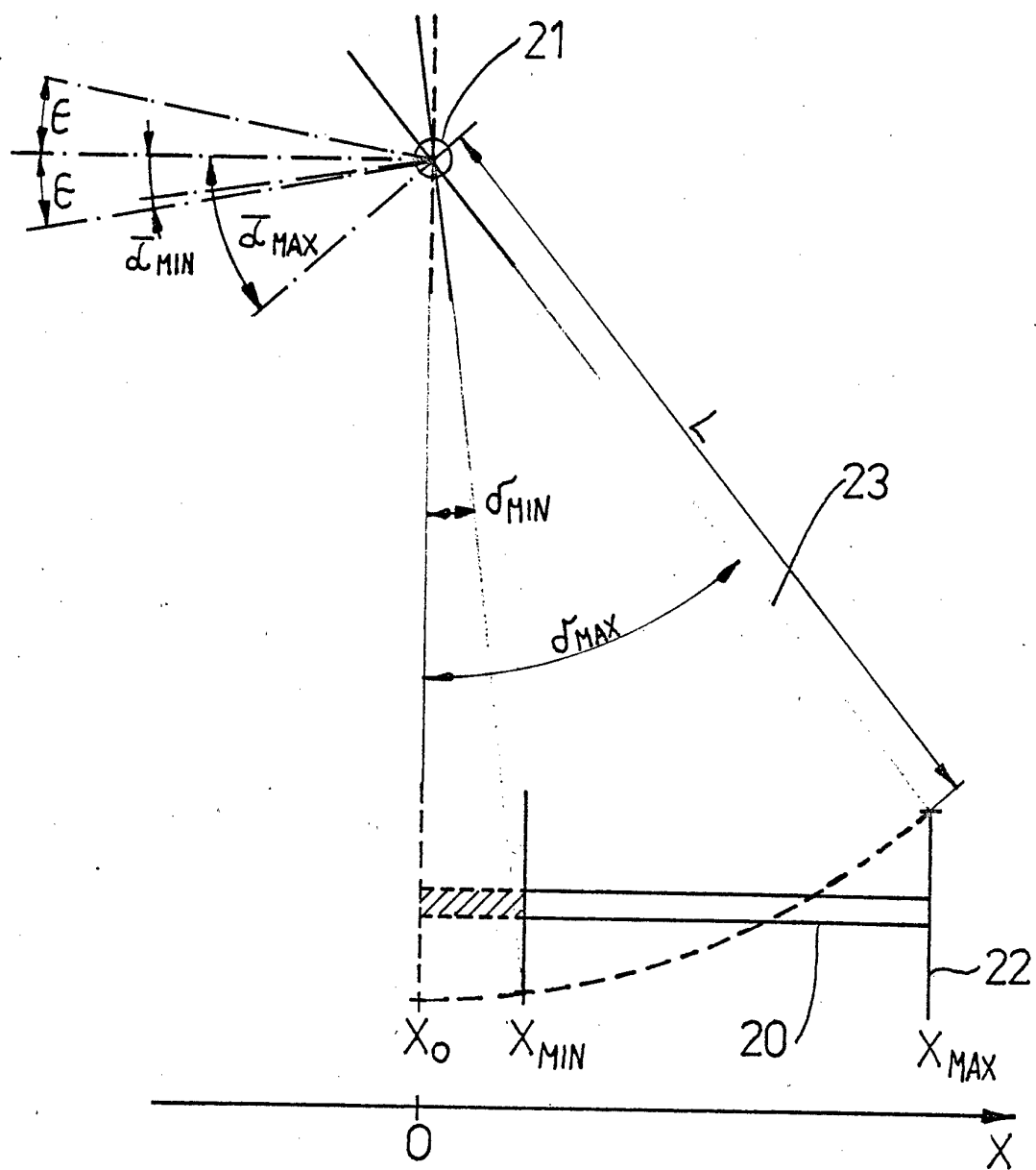


Fig. 2