

(12) Wirtschaftspatent

Teilweise bestätigt gemäß § 18 Absatz 1
Patentgesetz

(19) **DD** (11) **148 385 B1**

4(51) **G 01 N 21/31**
G 01 J 3/42

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

(21)	WP G 01 N / 218 094	(22)	27.12.79	(45)	09.01.85
				(44)	20.05.81

(71)	VEB Carl Zeiss JENA, 6900 Jena, Carl-Zeiss-Straße 1, DD
(72)	Ersel, Wolf-Dieter, Dipl.-Phys., DD

(54)	Optische Anordnung für Atomabsorptionsspektrometer
------	--

Titel der Erfindung:

Optische Anordnung für Atomabsorptionsspektrometer

Anwendungsgebiet der Erfindung:

Die Erfindung betrifft eine optische Anordnung für Atom-
5 absorptionsspektrometer, die nach dem Zweistrahlprinzip ar-
beiten, mit einem linienemittierenden Strahler und einem
ein Kontinuum emittierenden Strahler, deren Strahlungen
über einen Unterbrecher abwechselnd über beide Strahlen-
10 gänge zu einem Vereinigungselement mit einem Reflexions-
belag für einen der beiden Strahlengänge gesendet werden,
wobei der Unterbrecher aus einer rotierenden Sektoren-
scheibe mit abwechselnd lichtdurchlässigen und reflektie-
renden Sektoren und mindestens einer Abdeckblende besteht.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen:

15 Bei der Atomabsorptionsspektrometrie wird die Probensubs-
tanz in einen atomaren Zustand gebracht und in ein Proben-
lichtbündel geleitet. Dieses Probenlichtbündel geht von
einer linienemittierenden ersten Lichtquelle aus und ent-
hält die Resonanzlinie des aus der Probe zu bestimmenden
20 Elementes. Die Atome des zu bestimmenden Elementes absor-
bieren die Strahlung der Resonanzlinie in Abhängigkeit von
ihrer Konzentration. Nach dem Passieren des Absorptionsvo-
lumens durchläuft die Strahlung einen Monochromator, in dem
die Resonanzlinie spektral von den Nebenlinien getrennt
25 wird, und fällt auf einen Strahlungsdetektor, mit dem zeit-

lich nacheinander die ungeschwächte und die durch Absorption durch die zu bestimmenden Atome geschwächte Strahlung gemessen wird.

5 Um Änderungen der Helligkeit der linienemittierenden Lichtquelle sowie Empfindlichkeitsänderungen des Detektors zu kompensieren, wird auch in der Atomabsorptionsspektrometrie häufig ein Zweistrahlverfahren 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.

10

15

20

25 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

30

35

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 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.

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 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 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.

Der Nachteil der 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 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 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, und daß die Sektorenscheibe auf derselben Seite mit Reflexionsbelegen für beide Strahlengänge versehen ist. Der Reflexionsbelag der Sektorenscheibe ist dem einen der beiden Strahlengänge und der Reflexionsbelag des Vereinigungselementes dem anderen der beiden Strahlengänge zugewandt. Gleichachsig mit der Sektorenscheibe sind zwei Abdeckblenden angeordnet, von denen jede das Negativ der anderen ist, sich auf einer Seite der Sektorenscheibe befindet und mit in verschiedenen Abständen von der Drehachse liegenden kreisbogenförmigen Schlitzern versehen ist, von denen die in einem gemeinsamen Abstand von der Drehachse liegenden Schlitzern alternierend die emittierten Strahlungen und die in einem anderen gemeinsamen Abstand von der

Drehachse liegenden Schlitze alternierend jeweils einen der beiden Strahlengänge ausblenden.

Vorteilhafterweise sind die im größeren Abstand von der Drehachse angeordneten Schlitze um definierte Beträge verkürzt. Die Sektorenscheibe weist vier gleichgroße und gleichgestaltete Sektoren auf, wobei abwechselnd ein reflektierender und ein durchlässiger Sektor aufeinanderfolgen. Die Abdeckblenden sind identisch und um die Drehachse um 180° gegeneinander verdreht.

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 anhand der schematischen Zeichnungen näher erläutert. Es zeigen:

- Fig. 1 eine erfindungsgemäße optische Anordnung,
Fig. 2 die gleiche Anordnung mit vergrößerten Darstellungen für die Sektorenscheibe 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 $2n$, vorzugsweise 4 gleichgeformte

Sektoren, von denen zwei reflektierend sind, zwischen denen zwei durchlässige Sektoren liegen. Die reflektierenden Sektoren befinden sich auf der am Strahler 1 und dem Probenstrahlengang 9 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 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. 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 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 spektrale Trennung einer Resonanzlinie 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 12 besteht aus demselben Material und hat dieselbe Dicke wie die Sektorenscheibe 5, 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.

- 5 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.
- 10 In Fig. 4 sind die Sektorenscheibe 5 und die Abdeckblenden 6, 7 zur 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 zwei ineinander übergehende Schlitz
- 15 21, 22 auf, die beide im gleichen Abstand von der Drehachse 8 liegen. Außerdem befinden sich zwei kreisringförmige Schlitz
- 20 23, 24 untereinander in einem gleichen jedoch größeren Abstand von der Achse 8 als die Schlitz
- 25 21, 22. Damit in der Empfangseinrichtung 17 getrennte Signale empfangen werden können, erstrecken sich die Schlitz
- 30 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
- 35 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.
- 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 (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.

5 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

10 gelangt der Strahlengang 4 durch die Schlitze 27 und 21 und den Sektor 31 in den Probenstrahlengang 9. In der 3. Viertelperiode trifft der Strahlengang 4 durch den Schlitz 28 auf den Sektor 30 und wird von diesem durch den Schlitz 26 der Abdeckblende 7 in den

15 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

20 läßt sich ganz allgemein sagen, daß die eine Abdeckblende 6 immer das Negativ der Abdeckblende 7 ist.

Patentansprüche

1. Optische Anordnung für Atomabsorptionsspektrometer, die nach dem Zweistrahlprinzip arbeiten, mit einem linienemittierenden Strahler und einem im 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, und daß mit der Sektorenscheibe gleichachsig 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 Schlitzern versehen ist, von denen die in einem gemeinsamen Abstand von der Drehachse liegenden Schlitzern alternierend die emittierten Strahlungen und die in einem anderen gemeinsamen Abstand von der Drehachse liegenden Schlitzern alternierend jeweils einen der beiden Strahlengänge ausblenden.

2. Optische Anordnung nach Anspruch 1, gekennzeichnet dadurch, daß die im größeren Abstand von der Drehachse angeordneten Schlitzern um definierte Beträge verkürzt sind.

3. Optische Anordnung nach Anspruch 2, gekennzeichnet dadurch, daß die Sektorenscheibe vier gleichgroße und gleich gestaltete Sektoren aufweist, daß abwechselnd ein reflektierender und ein durchlässiger Sektor aufeinanderfolgen und daß die Abdeckscheiben identisch und um die Drehachse um 180° gegeneinander verdreht sind.

Hierzu 5 Seiten Zeichnungen

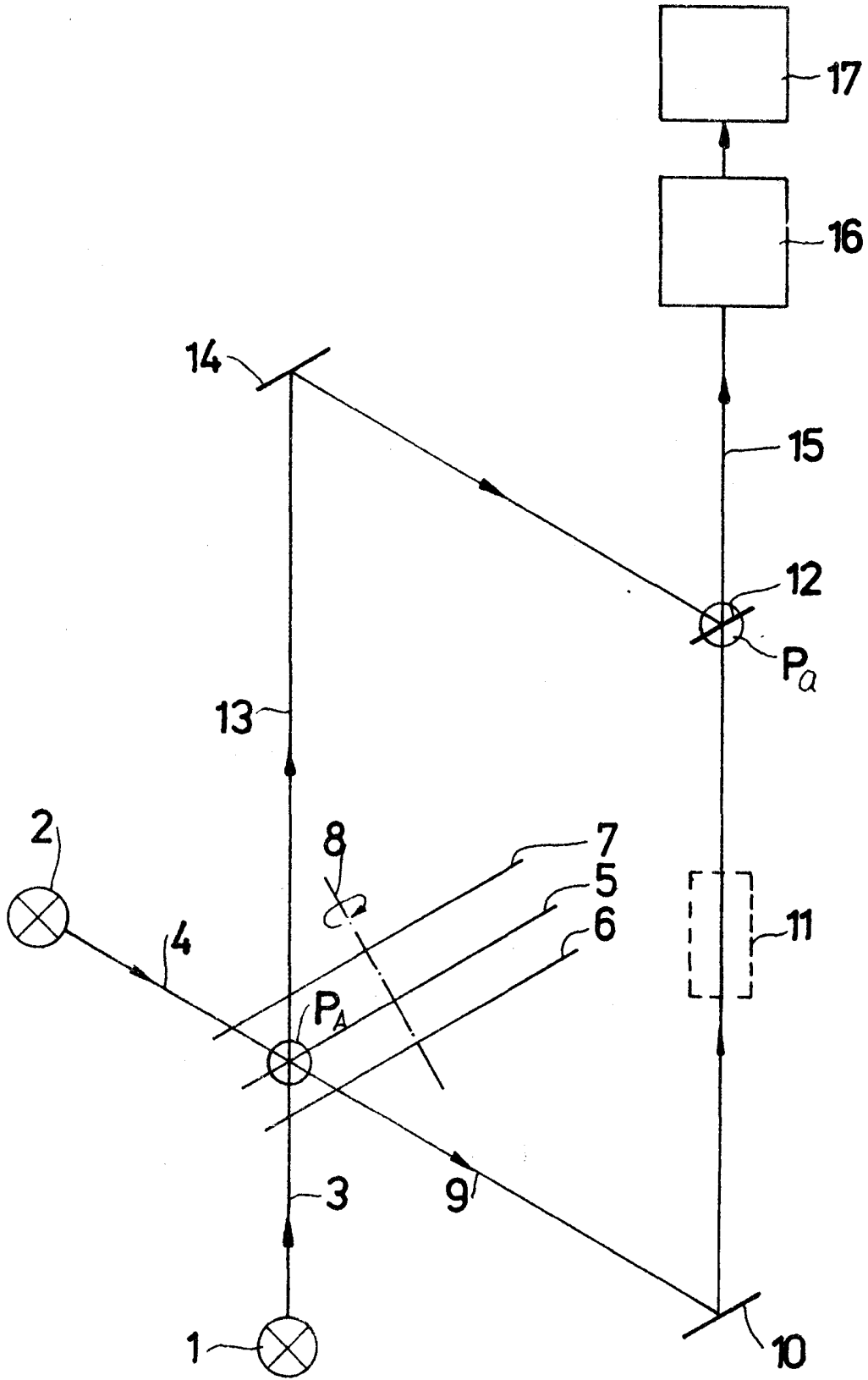


Fig. 1

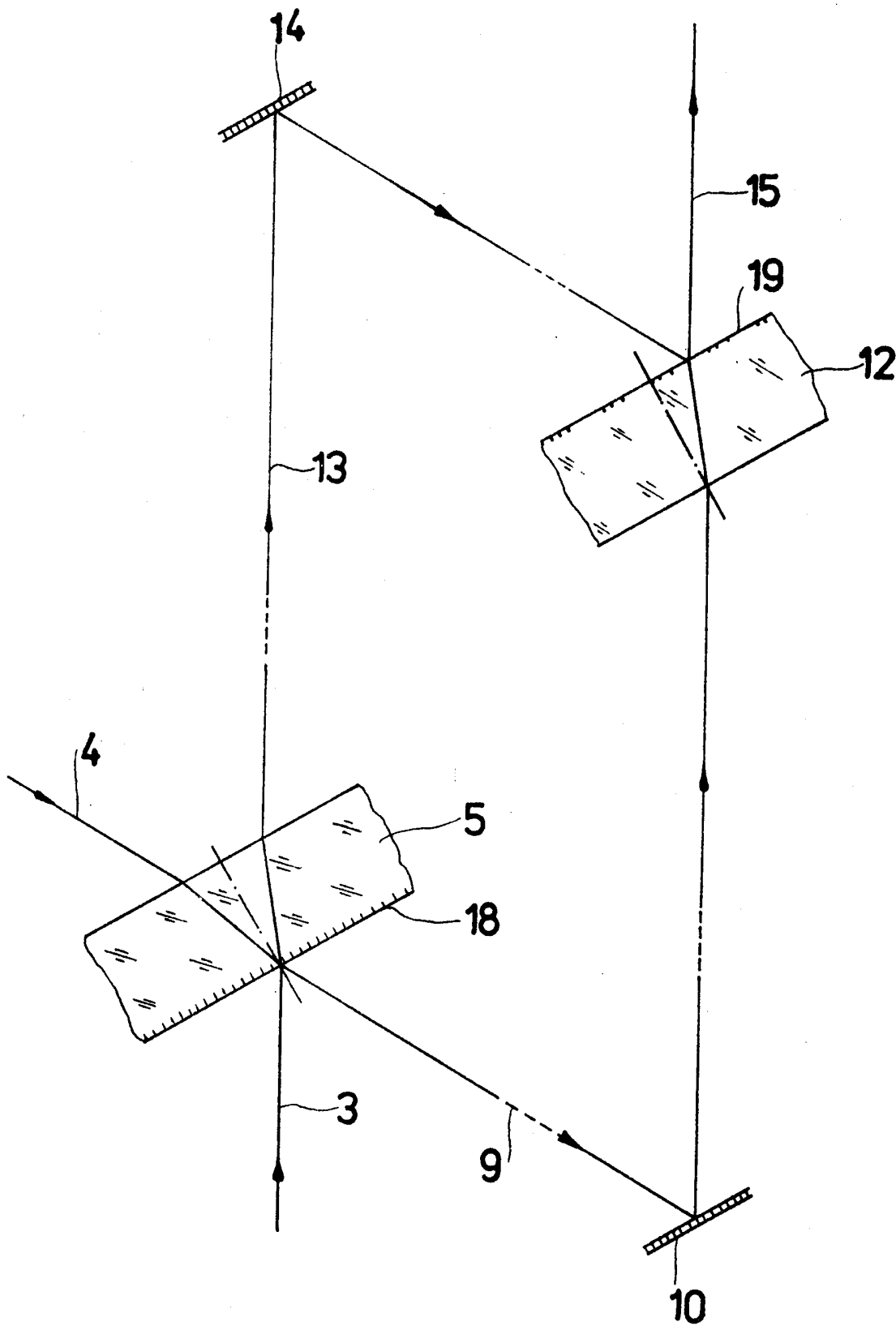


Fig. 2

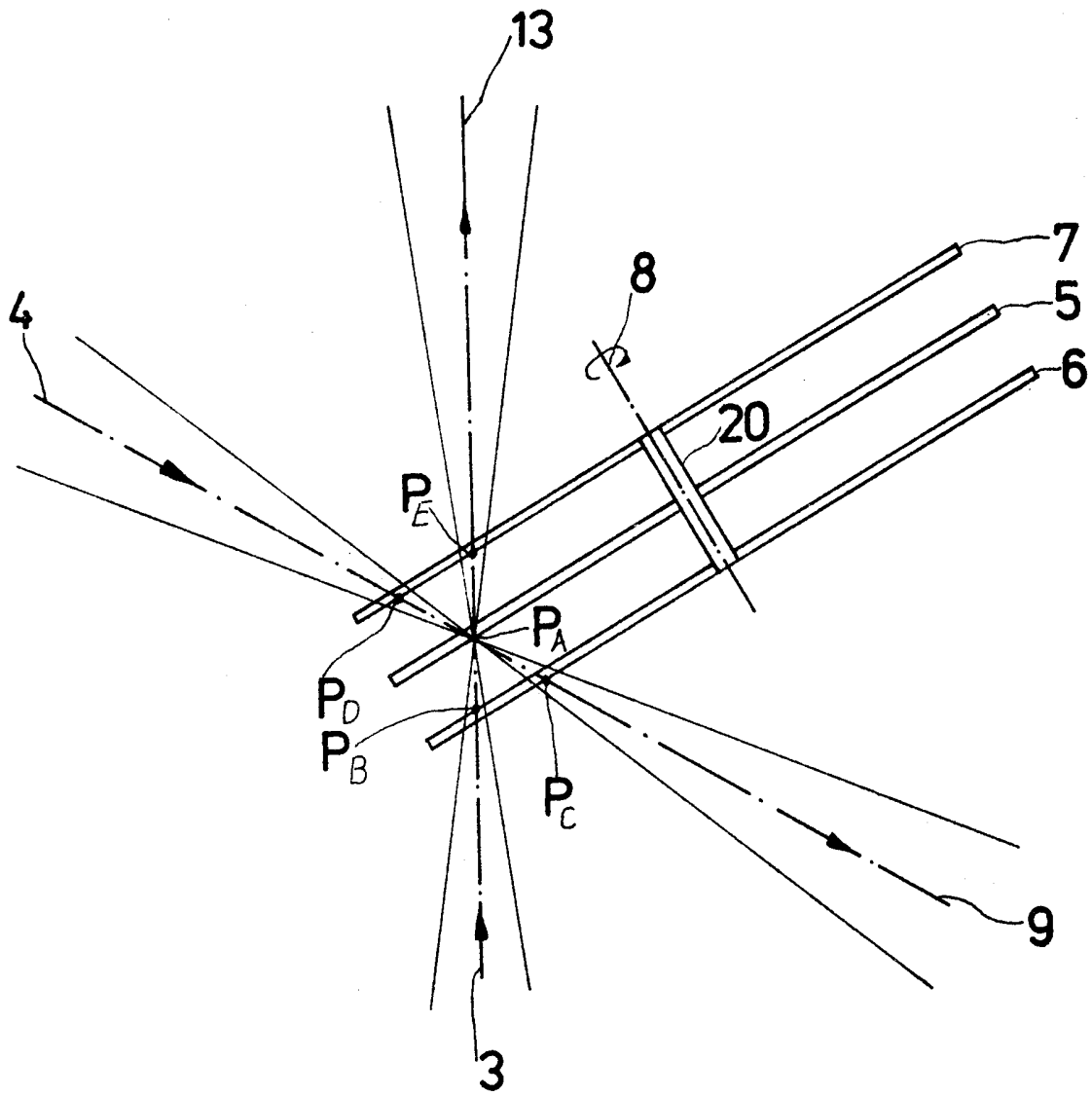


Fig.3

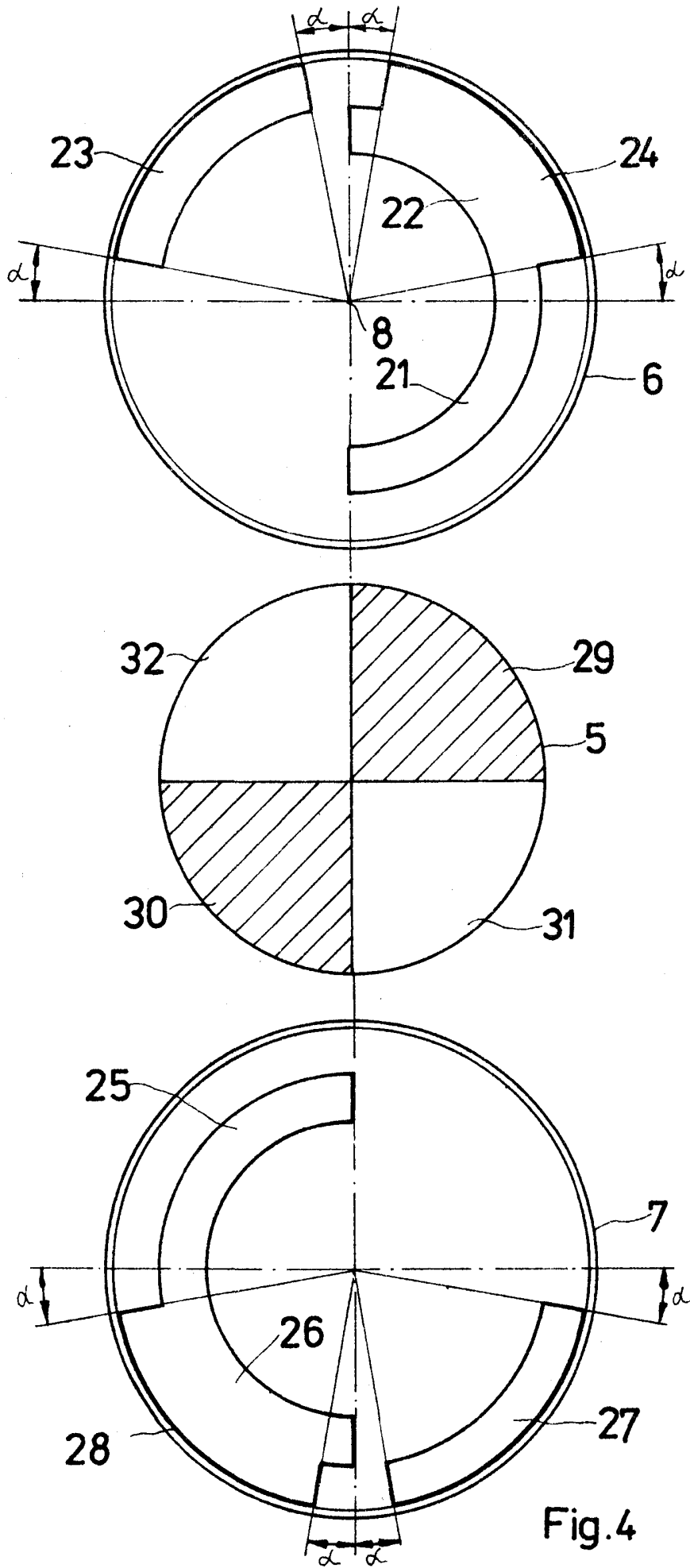


Fig.4

