

УДК 621.375.8

АВТОМАТИЗИРОВАННЫЙ ДВУХЛУЧЕВОЙ СПЕКТРОФОТОМЕТР С ИСТОЧНИКОМ СВЕТА В ВИДЕ МОДЕРНИЗИРОВАННОГО ТВЕРДОТЕЛЬНОГО ЛАЗЕРА НА КРАСИТЕЛЯХ ЛКИ-301

Деулин Б. И.

*БОУ ОО СПО «Орловский технологический техникум», Орел, Россия
E-mail: boris1967or@qip.ru*

В настоящей статье предлагается автоматизированный двухлучевой спектрофотометр с источником света в виде модернизированного твердотельного лазера на красителях ЛКИ-301, в котором используются активные лазерные элементы на эпоксиполимерах или пористых стеклах, выполненных в виде дисков, позволяющие проводить накачку «в одну точку» и установленные в автоматизированную стойку-радиатор. Изменение диапазона излучения происходит за счет смены активного лазерного элемента. Настройка излучения на требуемую длину волны внутри диапазона осуществляется с помощью перестраиваемого интерферометра. Установка рабочего диапазона оптических плотностей обеспечивается поляризационным ослабителем. Общее управление работой прибора и обработка результатов измерений выполняются компьютером по заданной программе.

Ключевые слова: оптическая плотность, автоматизация, красители, лазер, диапазон, спектрофотометр.

ВВЕДЕНИЕ

Физико-химические методы анализа веществ получили широкое распространение. Эти методы основаны на изменении физических свойств веществ, проявляющихся в результате химических реакций. К ним относится группа оптических методов анализа, для реализации которых отечественной промышленностью был освоен серийный выпуск приборов: фотоколориметров и спектрофотометров. Однако фотоколориметры и спектрофотометры, выпускаемые отечественной промышленностью до недавнего времени, например, ФЭК101, ФЭК54М, ФЭК60, ФЭК56, имели ламповые источники света, обладающие малой спектральной яркостью. Поэтому предел измеряемой оптической плотности, как правило, не превышал значение «2». Данным значением оптической плотности ограничивался верхний предел обнаружения исследуемых ингредиентов пробы и, кроме того, возникали определенные трудности при контроле мутных сред. Так, при определении меди фотоколориметрическим методом на перечисленных выше приборах с использованием пикрамина эpsilon исследуемый раствор должен содержать 0,5–40 мкг меди, с неокупраином – 2–200 мкг [1]. Если указанный раствор содержит большее количество меди, его необходимо разбавлять, на что требуются определенные временные затраты. Для преодоления этих трудностей необходимы приборы с большим значением измеряемой оптической плотности за счет применения более ярких источников света.

Повышение спектральной яркости спектрофотометров развивается по двум направлениям: создание более ярких ламп и применение лазерных источников света. В настоящее время отечественной промышленностью освоен выпуск спектрофотометров с ламповыми источниками света, которые измеряют оптическую плотность до значения «4», например СФ-56 [2, 3]. Ознакомиться с характеристиками современных спектрофотометров можно на электронных ресурсах [2, 3].

При создании спектрофотометров с лазерными источниками света определенный интерес представляют твердотельные перестраиваемые лазеры на красителях, т. к. широкий набор красителей позволяет охватить всю видимую область спектра от ближнего ультрафиолета, до ближней инфракрасной.

В конце прошлого века отечественная промышленность освоила выпуск твердотельного лазера на красителях ЛКИ-301 с матрицей из полиметилметакрилата в виде диска, оптическая схема которого приведена на рис. 1 [4, 5]. Матрицы из полиметилметакрилата обладают рядом недостатков: низкой теплопроводностью, тепло- и фото стойкостью, невысокой твердостью; они сильно поглощают излучение в ближней УФ-области, что вызывает трудности при накачке от азотного лазера и ксеноновых ламп. Перечисленные недостатки вызывают необходимость сканирования при накачке пучком света по поверхности лазерного элемента [4, 5], что увеличивает нестабильность излучения лазера. Для обеспечения большей стабильности излучения накачка должна производиться «в одну точку».

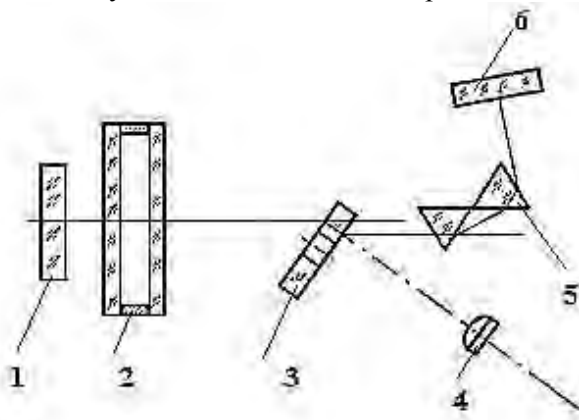


Рис. 1. Оптическая схема твердотельного лазера на красителях ЛКИ-301: 1 – зеркало оптического резонатора; 2 – интерферометр; 3 – активный лазерный элемент; 4 – линза; 5 – призма; 6 – выходное зеркало оптического резонатора.

С этой целью красители были внедрены в ряд других материалов, например в эпоксиполимеры и пористые стекла [4, 5].

Выходное излучение лазера ЛКИ-301 зависит от многих факторов: типа красителя, лазера накачки, материала матрицы, ее рабочей температуры и т. п.

В работах [4, 5] были представлены результаты испытаний эпоксиполимерных матриц. Лазерные элементы на эпоксиполимерах, активированные красителями с

концентрацией порядка 10^{-4} г/г, выполненные в форме параллелепипеда размерами $3 \times 10 \times 25$ мм, вводились в лазер с недисперсионным резонатором. Накачка производилась второй гармоникой лазера ИАГ: Nd^{+3} . Матрица с родамином Ж показала следующие результаты: КПД достигал 15–20 %, пороговая мощность накачки оставляла $0,15$ мВт/см², спектр широкополосной генерации лежал в области 580–596 нм с максимумом в районе 587 нм. Расходимость излучения генерации в режиме одиночных импульсов при небольшом превышении над порогом составляла 1,5 мрад. При частоте повторения импульсов накачки 12,5 Гц расходимость выросла вдвое. Матрица с внедренным в нее красителем родамин С показала следующие результаты: КПД – 25 %, пороговая плотность мощности – $0,13$ мВт/см², спектр широкополосной генерации лежал в диапазоне 612–640 нм с максимумом в районе 626 нм.

В работе [1] рассматривался двухлучевой спектрофотометр с источником света на твердотельном РОС-лазере на красителях, внедренных в эпоксиполимеры. Лазеры на основе генерации РОС отличаются миниатюрностью, т. к. миниатюрны сами активные лазерные элементы, и они не требуют перестраиваемых интерферометров.

Использовались опытные образцы из эпоксиполимера, активированного органическими красителями – родамином Ж, родамином С и оксазином 17, с размерами блоков $10 \times 15 \times 3$ мм и концентрацией красителя 10^{-3} г/г при накачке от лазера ИАГ: Nd^{3+} с частотой повторения импульсов от 1 Гц до 25 Гц. При ширине спектральной линии накачки 0,001 нм была получена генерация на основе РОС с частотой следования импульсов, повторяющих накачку. Ширина спектральной линии генерации составляла 0,04 нм. Диапазон перестройки РОС-лазера на основе родамина Ж – 554–601 нм. Максимальный КПД на длине волны генерации 584 нм – 10 %. Для родамина С диапазон перестройки составил 605–667 нм, максимальный КПД на длине волны 628 нм – 12 %. Лазер на основе оксазина 17 перестраивался в пределах 635–672 нм. [1].

Как видно из вышеприведенных опытных данных, при одних и тех же красителях и при одном и том же лазере накачки КПД РОС-лазера примерно в два раза меньше, чем у лазера с недисперсионным резонатором. Поэтому можно сделать вывод, что мощность выходного излучения лазера ЛКИ-301 примерно в два раза выше, чем у РОС-лазера.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

Для уменьшения временных затрат на проведение анализов проб и увеличения диапазона рабочих оптических плотностей на Рис. 2 представлен автоматизированный спектрофотометр с лазерным источником света. В качестве источника света был взят модифицированный лазер на красителях на базе ЛКИ-301, представленный в работе [8].

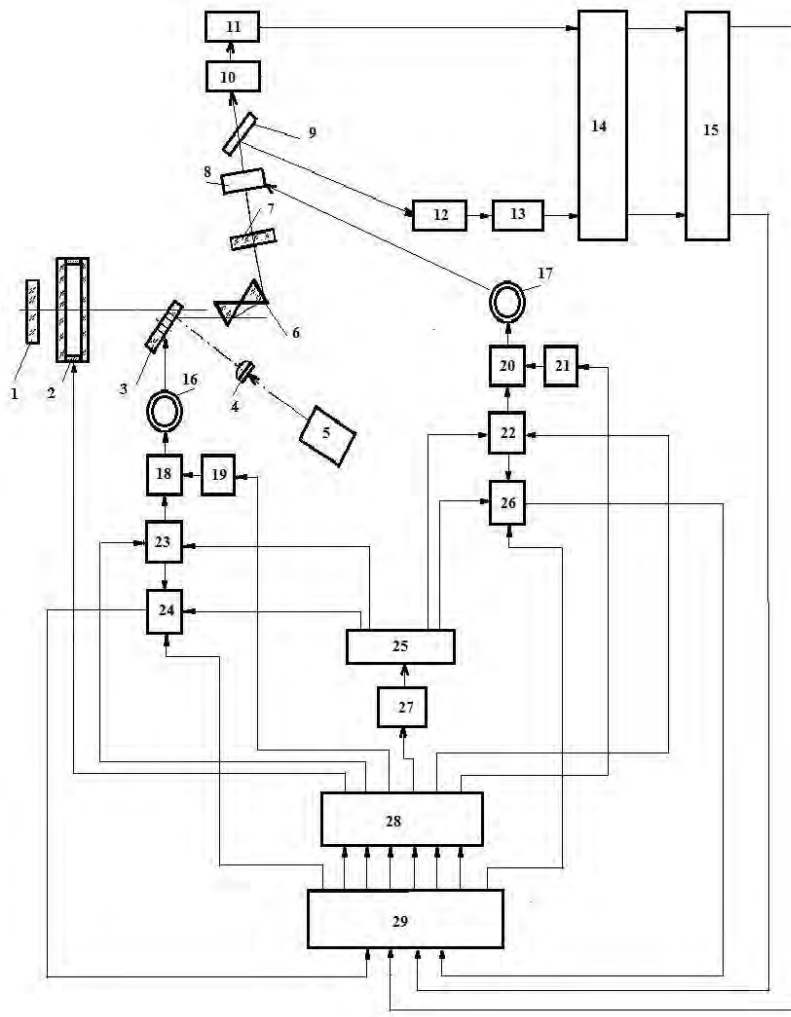


Рис. 2. Автоматизированный спектрофотометр на базе твердотельного лазера на красителях ЛКИ-301: 1 – зеркало; 2 – интерферометр; 3 – стойка-радиатор; 4 – линза; 5 – лазер накачки; 6 – призма; 7 – выходное зеркало; 8 – поляризационный ослабитель; 9 – светоделительное зеркало; 10 – кювета; 11 – фотопреобразователь; 12 – кювета; 13 – фотопреобразователь; 14 – двухканальный усилитель; 15 – двухканальный аналого-цифровой преобразователь (АЦП); 16 – шаговый двигатель; 17 – шаговый двигатель; 18 – электромагнитное реле; 19 – ключ; 20 – электромагнитное реле; 21 – ключ; 22 – ключ; 23 – ключ; 24 – счетчик импульсов; 25 – генератор импульсов; 26 – счетчик импульсов; 27 – ключ; 28 – цифро-аналоговый преобразователь (ЦАП); 29 – компьютер.

Спектрофотометр, представленный на рис. 2, выполнен по двухлучевой схеме, как и спектрофотометр с источником света в виде РОС-лазера из работы [1]. Выше было показано, что КПД РОС-лазера примерно в два раза меньше КПД лазера ЛКИ-301. В работе [1] было показано, что представленный в ней двухлучевой спектрофотометр с источником света в виде РОС-лазера на красителях может измерять верхний предел оптической плотности до значения «4». Спектрофотометр, представленный на рис. 3, имеет источник света, интенсивность которого в два раза выше, чем у РОС-лазера, следовательно, он может работать с образцами, верхний предел оптической плотности которых достигает значения «4,3» (т. к. $\lg 2 = 0,3$).

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Устройство работает следующим образом. Излучение от лазера накачки 5 через линзу 4 падает на активный лазерный элемент, находящийся в стойке 3. Под действием излучения накачки краситель в активном лазерном элементе люминесцирует. Глухое зеркало 1 и выходное зеркало 7 составляют оптический резонатор. Внутри него находится перестраиваемый интерферометр 2, который служит для выделения из широкополосного излучения люминесценции красителя, узкой линии выходного излучения лазера. Необходимая длина волны выходного излучения лазера внутри диапазона устанавливается за счет подачи на перестраиваемый интерферометр 2 с компьютера 29 через цифро-аналоговый преобразователь 28 требуемого уровня напряжения. Призма 6 служит для поворота выходного излучения на требуемый угол.

За выходным зеркалом 7 установлен съемный поляризационный ослабитель 8, подавляющий лазерное излучение до требуемого уровня. Это решение делает прибор универсальным, то есть способным работать с образцами в широком диапазоне оптических плотностей.

Прибор выполнен по двухлучевой схеме, поэтому на выходе поляризационного ослабителя 8 установлено светоделительное зеркало, делящее выходное излучение лазера на два равных световых потока. Одна часть светового потока проходит через кювету 10 с исследуемой пробой или эталонным образцом и далее попадает на фотопреобразователь 11, где преобразуется в пропорциональное напряжение. Другая часть светового потока после прохождения светоделительного зеркала 9 поступает на кювету 12, в которой может находиться исследуемая проба либо эталонный образец, и затем поступает на фотопреобразователь 13, который преобразует ее в напряжение. Для увеличения чувствительности прибора напряжение с фотопреобразователей 11 и 13 поступает на двухканальный усилитель 14, с выхода которого оно поступает на двухканальное АЦП 15, где аналоговый сигнал преобразуется в цифровой код и далее поступает на компьютер 29 для дальнейшей обработки сигнала по соответствующей программе.

Смена диапазона длин волн излучения, на которых работает прибор, происходит путем смены активных лазерных элементов. Это выполняется за счет поворота барабана стойки 3 с лазерными элементами. Стойка 3 изготавливается из материала с высокой теплопроводностью, поэтому она также выполняет функции радиатора охлаждения активных лазерных элементов. С ее устройством можно

ознакомиться в работах [6, 7]. Поворот барабана стойки 3 осуществляется за счет вращения шагового двигателя 16. Для вращения шагового двигателя 16 с компьютера 29 через цифро-аналоговый преобразователь (ЦАП) 28 подается сигнал на ключ 27 с целью включения генератора импульсов 25. Одновременно компьютер 29 подает сигнал через ЦАП 28 на ключ 23, который замыкает цепь, и сигнал с генератора импульсов 25 может поступать на контакты электромагнитного реле 18, к которому подключены выводы шагового двигателя 16 (ключ 2, рис. 3). Синхронно с замыканием цепи, на которую поступает сигнал с генератора импульсов 25, ключ 23 включает счетчик импульсов 24, который служит для контроля угла поворота шагового двигателя 16.

Импульсы с генератора 25 поступают на контакты электромагнитного реле постоянного тока 18, к которому подключены выводы шагового двигателя 16, рис. 2. Будем считать, что для вращения шагового двигателя 16 по часовой стрелке выводы генератора импульсов 25 и шагового двигателя 16 подключены на нормально замкнутые контакты электромагнитного реле 18, рис. 2.

Под действием импульсов генератора 25 шаговый двигатель 16 начинает осуществлять вращение. К генератору прямоугольных импульсов 25 подключен счетчик импульсов 24, с помощью которого можно контролировать угол поворота шагового двигателя 16. Данные со счетчика импульсов 24 поступают на компьютер 29. При повороте шагового двигателя 16 на требуемый угол с компьютера 29 через цифро-аналоговый преобразователь 28 поступает сигнал на ключ 27 с целью его закрытия и выключения генератора импульсов 25, а также на счетчик импульсов 24 для его обнуления.

При необходимости вращения шагового двигателя 16 против часовой стрелки с компьютера 29 через цифро-аналоговый преобразователь 28 поступает сигнал на ключ 19, который замыкает цепь катушки электромагнитного реле 18 (ключ 1, рис. 3). В результате этого электромагнитное реле 18 срабатывает. При этом нормально замкнутые контакты размыкаются, а нормально разомкнутые замыкаются, рис. 3. Далее с помощью компьютера 29 через цифро-аналоговый преобразователь 28 открывается ключ 27, который включает генератор импульсов 25. Теперь импульсы от генератора 25 поступают на нормально разомкнутые контакты электромагнитного реле 18, к которым подключается шаговый двигатель 16, рис. 2. Таким образом, меняется полярность импульсов, поступающих на шаговый двигатель 16, и он начинает вращаться против часовой стрелки. Для контроля угла поворота шагового двигателя 16 служит счетчик импульсов 24, подключенный к генератору прямоугольных импульсов 25. Данные со счетчика импульсов 24 поступают на компьютер 29. При повороте шагового двигателя 16 на требуемый угол с компьютера 29 через цифро-аналоговый преобразователь 28 поступает сигнал на ключ 27 с целью выключения генератора импульсов 25 и на ключ 19, который размыкает цепь катушки электромагнитного реле постоянного тока 18. Далее с компьютера 29 поступает сигнал на счетчик импульсов 24 с целью его обнуления. Если нет необходимости выключения генератора импульсов, то с компьютера 29 через ЦАП 28 поступает сигнал на ключ 23, который размыкает

цепь, по которой на электромагнитное реле постоянного тока 18 поступает сигнал с генератора 25 (ключ 2, рис. 3). При этом генератор 25 продолжает работать.

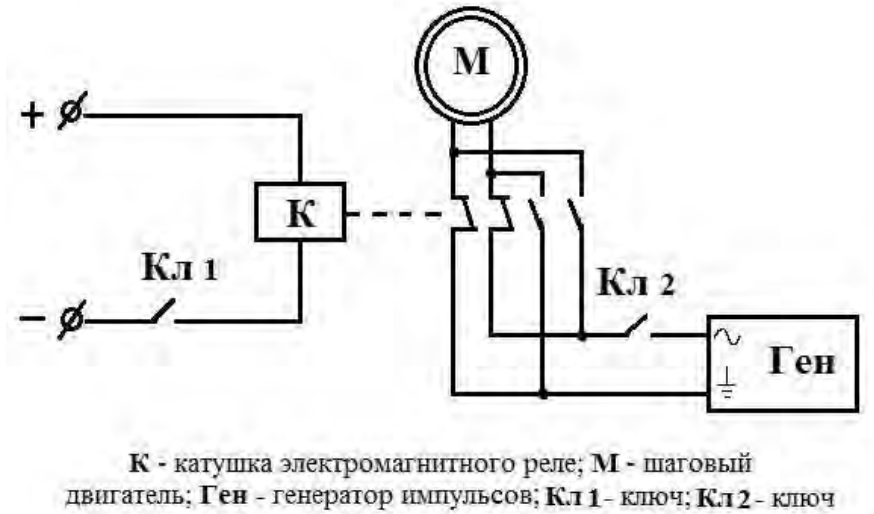


Рис. 3. Подключение шагового двигателя к генератору импульсов через электромагнитное реле

Изменение диапазона рабочих оптических плотностей осуществляется ослаблением интенсивности лазерного излучения, за счет поворота поляроида поляризационного ослабителя 8 в соответствии с законом Малюса. Поворот поляроида осуществляется за счет вращения шагового двигателя 17. Для этого с компьютера 29 через ЦАП 28 подается сигнал на ключ 27 с целью включения генератора импульсов 25. Одновременно компьютер 29 подает сигнал через ЦАП 28 на ключ 22, который замыкает цепь, и сигнал с генератора импульсов 25 может поступать на контакты электромагнитного реле 20, к которому подключены выводы шагового двигателя 17 (ключ 2, рис. 3). Синхронно с замыканием цепи, на которую поступает сигнал с генератора импульсов 25, ключ 22 включает счетчик импульсов 26, который служит для контроля угла поворота шагового двигателя 17.

Импульсы с генератора 25 поступают на контакты электромагнитного реле постоянного тока 20, к которому подключены выводы шагового двигателя 17, рис. 2. Будем считать, что для вращения шагового двигателя 17 по часовой стрелке выводы генератора импульсов 25 и шагового двигателя 17 подключены на нормально замкнутые контакты электромагнитного реле 20, рис. 3.

Под действием импульсов генератора 25 шаговый двигатель 17 начинает осуществлять вращение. К генератору прямоугольных импульсов 25 подключен счетчик импульсов 26, с помощью которого можно контролировать угол поворота шагового двигателя 17. Данные со счетчика импульсов 26 поступают на компьютер 29. При повороте шагового двигателя 17 на требуемый угол с компьютера 29 через

цифро-аналоговый преобразователь 28 поступает сигнал на ключ 27 с целью его закрытия и выключения генератора импульсов 25, а также на счетчик импульсов 26, для его обнуления.

При необходимости вращения шагового двигателя 17 против часовой стрелки с компьютера 29 через цифро-аналоговый преобразователь 28 поступает сигнал на ключ 21, который замыкает цепь катушки электромагнитного реле 20 (ключ 1, рис. 3), в результате чего электромагнитное реле 20 срабатывает. При этом нормально замкнутые контакты размыкаются, а нормально разомкнутые замыкаются, рис. 3. Далее с помощью компьютера 29 через цифро-аналоговый преобразователь 28 открывается ключ 27, который включает генератор импульсов 25. Теперь импульсы от генератора 25 поступают на нормально разомкнутые контакты электромагнитного реле 20, к которым подключается шаговый двигатель 17, рис. 2. Таким образом, меняется полярность импульсов, поступающих на шаговый двигатель 17, и он начинает вращаться против часовой стрелки. Для контроля угла поворота шагового двигателя 17 служит счетчик импульсов 26, подключенный к генератору прямоугольных импульсов 25. Данные со счетчика импульсов 26 поступают на компьютер 29. При повороте шагового двигателя 17 на требуемый угол с компьютера 29 через цифро-аналоговый преобразователь 28 поступает сигнал на ключ 27 с целью выключения генератора импульсов 25 и на ключ 21, который размыкает цепь катушки электромагнитного реле постоянного тока 20. Далее с компьютера 29 поступает сигнал на счетчик импульсов 26 с целью его обнуления. Если нет необходимости выключения генератора импульсов, то с компьютера 29 через ЦАП 28 поступает сигнал на ключ 22, который размыкает цепь, по которой на электромагнитное реле постоянного тока 20 поступает сигнал с генератора 25 (ключ 2, рис. 3). При этом генератор 25 продолжает работать.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Спектрофотометр автоматически устанавливает выходное излучение на необходимую длину волны и требуемый рабочий диапазон оптических плотностей, что облегчает проведение анализа и сокращает временные затраты.
2. Прибор позволяет работать с пробами, верхний предел оптической плотности которых достигает значения «4, 3».

Список литературы

1. Деулин Б. И. Спектрофотометр с источником света в виде РОС-лазера на органических красителях / Б. И. Деулин // Волгоград: Известия ВолГТУ, серия «Электроника, измерительная техника, радиотехника и связь» – 2013. – № 23, Т. 8. – С. 90–95.
2. ОКБ «Спектр». Спектральные приборы для вашей лаборатории [Электронный ресурс] – Режим доступа: <http://www.okb-spectr.ru/>.
3. Сигма Lab. Лабораторное оборудование и аналитическое оборудование [Электронный ресурс] – Режим доступа: <http://www.sigma-lab.ru/>.
4. Деулин Б. И. Модернизация твердотельного лазера на органических красителях ЛКИ-301 / Б. И. Деулин // Известия Орловского государственного технического университета. Серия: «Фундаментальные и прикладные проблемы техники и технологии» – Орел: Изд-во ОрелГТУ – 2013. – № 5 (301). – С. 145–149.

5. Деулин Б. И. Сравнительные характеристики твердотельных лазеров на красителях с различными матрицами / Б. И. Деулин // *Материалы VI Международной заочной научно-практической интернет-конференции «Инновационные, фундаментальные и прикладные исследования в области химии сельскохозяйственному производству»*. – Орел: ОрелГАУ, 2013. – С. 162–166.
6. Деулин Б. И. Стойка-радиатор для твердотельного лазера на красителях / Б. И. Деулин, В. В. Филиппов // Орел: Изд-во ОрелГАУ, «Агротехника и энергообеспечение», 2015. – № 5 (9). – С. 87–94.
7. Деулин Б. И. Автоматизированная стойка для твердотельных лазерных элементов с мембранными радиаторами / Б. И. Деулин, В. В. Филиппов // Орел: Изд-во ОрелГАУ, «Агротехника и энергообеспечение», 2015. – № 5 (9). – С. 95–101.
8. Деулин Б. И. Автоматизированный твердотельный лазер на красителях / Б. И. Деулин // *Ученые записки Крымского федерального университета имени В. И. Вернадского. Биология. Химия*. – Симферополь: КФУ, 2015. – Т. 1 (67), № 4. – С. 109–118.

AUTOMATED DOUBLE-BEAM SPECTROPHOTOMETER WITH A LIGHT-SOURCE UPGRADED SOLID-STATE LASER DYE LCI-301

Deulin B. I.

*Orel Technology College. Orel, Russia
E-mail: boris1967or@qip.ru*

The problem of creating spectrophotometers many papers. In this paper we propose an automated dual-beam spectrophotometer with a laser light source. As, which selected an upgraded solid-state dye laser LCI-301 with active laser elements on the porous epoxy or glass doped with organic dyes, disc-shaped, allowing to carry out pumping «at one point». These elements are installed in the drum automated rack driven by a stepper motor. Reception is made of a material with high thermal conductivity. Therefore, it also performs the function of the radiator. Changing the emission range is performed by changing the laser-active element, by rotation of the drum stands at the desired angle. The rotation of the drum is realized stepper motor on the computer team. Setting the desired wavelength within a range achieved using a tunable interferometer piezoelectric element by supplying a suitable voltage level.

To change the operating range of optical densities in the instrument set the polarization attenuator that attenuates the laser light by rotating the polarizers in accordance with the law of Malus. Rotation of polaroids to the desired angle stepper motor is carried out by the computer team. Using a computer, the same processing is performed on the measurement results corresponding program.

Keywords: optical density, automation, dyes, laser range spectrophotometer.

References

1. Deulin B. I. Spectrophotometer with a light source in the form of a DFB laser based on organic dyes, *Volgograd: News VolGTU series «Electronics, measuring equipment, radio and telecommunications»*, **8** (23), 90 (2013).
2. EDB «Spectrum». Spectral devices for your laboratory [Electronic resource], Access mode: <http://www.okb-spectr.ru/>

3. Sigma Lab. Laboratory equipment and analytical equipment. [Electronic resource], Access mode: <http://www.sigma-lab.ru/>
4. Deulin B. I. Modernization of the solid-state laser based on organic dyes LKI-301. Proceedings of the Oryol State Technical University. Series: *Fundamental and applied problems of technique and technology*, **301** (5), 145 (2013).
5. Deulin B. I. Comparative characteristics of solid-state dye lasers with different matrix. Proceedings of the VI International correspondence scientific and practical Internet-conference *Innovative, fundamental and applied research in the chemistry of agricultural production*, 162 (Publisher house *OrelGAU*, Orel, 2013).
6. Deulin B. I., Filippov V. V. The front radiator for a solid-state dye laser. *Farming and power supply*, **5** (9), 87 (Publisher house *OrelGAU*, Orel, 2015).
7. Deulin B. I., Filippov V. V. Automated stand for solid-state laser elements with membrane radiators. . *Farming and power supply*, **5** (9), 95 (Publisher house *OrelGAU*, Orel, 2015).
8. Deulin B. I. *Automated solid-state dye laser*, Scientific notes of the Crimean Federal University named after V. I. Vernadsky. *Biology. Chemistry*, **1** (4), 109 (2015).