

DOI: 10.26896/1028-6861-2019-85-1-II-122-125

ВЫСОКОСКОРОСТНОЙ СПЕКТРАЛЬНЫЙ ПИРОМЕТР НА ОСНОВЕ СПЕКТРОМЕТРА «КОЛИБРИ-2»

© Павел Владимирович Ващенко^{1,2}, Светлана Сергеевна Болдова^{1,2},
Владимир Александрович Лабусов^{1,2,3}

¹ Институт автоматизации и электрометрии СО РАН, г. Новосибирск, Россия; e-mail: vaschenko@vmk.ru

² ООО «ВМК-Оптоэлектроника», г. Новосибирск, Россия.

³ Новосибирский государственный технический университет, г. Новосибирск, Россия.

*Статья поступила 17 октября 2018 г. Поступила после доработки 20 октября 2018 г.
Принята к публикации 25 ноября 2018 г.*

Быстродействия коммерчески доступных пирометров спектрального отношения и яркостных пирометров часто недостаточно для контроля динамично изменяющейся температуры, например графитовой кюветы в электротермическом атомизаторе атомно-абсорбционного спектрометра, скорость нарастания температуры которой составляет 10^4 °C/с. Преимуществом спектральных пирометров являются возможность измерения температуры объектов с неизвестной излучательной способностью и высокое быстродействие. Цель работы — создание высокоскоростного спектрального пирометра на основе спектрометра «Колибри-2» с рабочим спектральным диапазоном 400 – 1050 нм, линейкой фотодетекторов БЛПП-2000 и минимальным временем базовой экспозиции 0,4 мс. Температуру рассчитывали путем построения спектра излучения объекта в координатах Вина с учетом калибровки спектрального пирометра по источнику излучения с известной температурой и измерения угла наклона полученного графика. Относительная погрешность измерения температуры спектральным пирометром, оцененная путем сравнения результатов измерения с полученными с применением калиброванного одноканального пирометра «Термоконт-ТН5С1М» производства ННТП «Термоконт», составила не более 1,5 % в диапазоне температур от 1000 до 2400 °C и выше, а его быстродействие — до 2500 измерений/с. В работе приведены результаты измерения спектральным пирометром температуры графитовой кюветы электротермического атомизатора в процессе атомизации пробы при скорости нарастания температуры до 10^4 °C/с.

Ключевые слова: пирометрия; спектральный пирометр; температура; электротермический атомизатор.

HIGH-SPEED SPECTRAL PYROMETER BASED ON A “KOLIBRI-2” SPECTROMETER

© Pavel V. Vashchenko^{1,2}, Svetlana S. Boldova^{1,2}, Vladimir A. Labusov^{1,2,3}

¹ Institute of Automation and Electrometry, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Novosibirsk, Russia; e-mail: vaschenko@vmk.ru

² “VMK-Optoelektronika”, Novosibirsk, Russia.

³ Novosibirsk State Technical University, Novosibirsk, Russia.

Received October 17, 2018. Revised October 20, 2018. Accepted November 25, 2018.

The operation speed of commercially available spectral-ratio pyrometers and brightness pyrometers often appears insufficient for control of fast-changing temperature (e.g., in a graphite cell of an AES electrothermal atomizer, the rate temperature change is 10^4 °C/sec). An advantage of spectral pyrometers is high speed and ability to measure the temperature of objects with unknown emissivity. The goal of this study is to develop a high-speed spectral pyrometer based on a “Kolibri-2” spectrometer with BLPP-2000 photodetector array that provides a wide working wavelength range 400 – 1050 nm, and minimum basic exposure time of 0.4 msec. The temperature was calculated by plotting the emission spectrum of the object in Wien coordinates (with allowance for calibration of the spectral pyrometer using radiation source of the known temperature) and measuring slope of the obtained graph. The relative error of temperature measurements on a spectral pyrometer estimated by comparing measurement results and data obtained with a calibrated Termokont-TN5S1M (Termokont company) single-channel pyrometer was not more than 1.5% in a temperature range of 1000 — 2400°C and higher, and rapidity up to 2500 measurements/sec. The results of measuring temperature of the graphite cell of the electrothermal atomizer using a spectral pyrometer during sample atomization at a rate of temperature change up to $10\,000$ °C/sec are presented.

Keywords: pyrometry; spectral pyrometer; temperature; electrothermal atomizer.

В настоящее время для бесконтактного измерения температуры широко используются пирометры спектрального отношения и яркостные пирометры [1]. Быстродействие первых составляет до 10, а вторых — до 40 измерений/с, что часто недостаточно для контроля температуры, например графитовой кюветы в электротермическом атомизаторе атомно-абсорбционного спектрометра в процессе атомизации, когда скорость нарастания температуры кюветы составляет около 10^4 °C/с [2]. В работе [3] показана возможность создания пирометра на основе малогабаритного спектрометра с регистрацией спектра линейкой фотодетекторов. При этом температуру объекта рассчитывают по непрерывному спектру его излучения. Преимуществом данного метода является возможность более точного измерения температуры объектов с неизвестной излучательной способностью путем сравнения их спектра со спектром излучения черного тела. Быстродействие такого спектрального пирометра определяется быстродействием спектрометра. Спектрометр «Колибри-2» способен регистрировать до 2500 спектров/с [4], а значит, может служить основой для создания спектрального пирометра с соответствующим быстродействием.

Цель работы — создание спектрального пирометра с быстродействием 2500 измерений/с на основе спектрометра «Колибри-2» и измерение с его помощью температуры графитовой кюветы электротермического атомизатора.

Алгоритм расчета температуры по непрерывному спектру. Спектр теплового излучения описывается формулой Планка с учетом излучательной способности исследуемого объекта $\varepsilon(\lambda, T)$

$$I = \frac{\varepsilon(\lambda, T) C_1 \lambda^{-5}}{\exp[C_2/(\lambda T) - 1]}, \quad (1)$$

где I — интенсивность, Вт/см² · мкм; λ — длина волны; T — температура; $C_1 = 37417$ Вт · мкм⁴/см²; $C_2 = 14388$ мкм · К. В случае если $C_1/(\lambda T) \gg 1$, выражение (1) можно представить в виде приближения Вина

$$\ln(I\lambda^5) = \ln[\varepsilon(\lambda, T)C_1] - C_2/(\lambda T). \quad (2)$$

Для спектрометра «Колибри-2» с линейкой фотодетекторов спектр теплового излучения можно представить в виде: $I_i \sim N_i \xi(\lambda_i) h\nu$, где i — номер фотодетектора, N_i — количество зарегистрированных фотоэлектронов, $\xi(\lambda_i)$ — коэффициент пропускания полихроматора с учетом квантовой эффективности фотодетектора, дифракционной эффективности решетки и др., h — постоянная Планка, $h\nu$ — энергия кванта.

При измерении температуры серого тела ($\varepsilon(\lambda_i, T) = \text{const}$) выражение (2) можно записать в координатах Вина

$$y_i = -x_i/T - \ln(\xi(\lambda_i)) + \text{const}, \quad (3)$$

где $x_i = C_2/\lambda_i$; $y_i = \ln(\lambda_i^4 N_i)$, а величину $\ln(\xi(\lambda_i))$ можно рассчитать с помощью калибровки спектрального комплекса по источнику непрерывного излучения с известной температурой, в качестве которого в данной работе использовали галогеновую лампу Ocean Optics HL-2000-FHSA-LL с температурой 2526,85 °C. Таким образом, зависимость (3) является прямой, угол наклона которой обратно пропорционален температуре. Угол наклона зависимости (3) рассчитывали с помощью метода наименьших квадратов (МНК) с коэффициентами регрессии p_1 и p_2

$$y_i = p_1 + p_2 x_i. \quad (4)$$

Доверительный интервал коэффициента регрессии p_2 можно оценить с помощью критерия Стьюдента [5]

$$\Delta p_2 = \pm t(\alpha, n - 2) S_{p_2}, \quad (5)$$

где $t(\alpha, n - 2)$ — значение коэффициента Стьюдента для заданной доверительной вероятности $\alpha = 0,95$, S_{p_2} — корень квадратный из дисперсии коэффициента регрессии p_2 . Отсюда доверительный интервал измеренной температуры определяется выражением:

$$\Delta T = \pm \frac{\Delta p_2}{p_2^2}. \quad (6)$$

Эксперимент. Объектом измерения температуры являлась графитовая кювета электротермического атомизатора, описанного в работе [2]. Источник питания атомизатора представляет собой суперконденсатор, который накапливает энергию для нагрева кюветы до заданной температуры со скоростью до 10^4 °C/с посредством широтно-импульсной модуляции (ШИМ). Заданная температура поддерживается в течение 2 с. Управление спектрометром и источником питания атомизатора осуществлялось через персональный компьютер с программным обеспечением «Атом 3.3».

Температуру измеряли спектральным пирометром через дозирочное отверстие графитовой кюветы. С помощью объектива «Юпитер 37А» изображение дна кюветы проецировали в соотношении 1:1 на торец волокна, соединенного со входной щелью спектрометра «Колибри-2». Спектры регистрировала линейка фотодетекторов БЛПП-2000 (2048 фотоячеек) в диапазоне

длин волн 400 – 1050 нм со временем базовой экспозиции от 0,4 мс и выше.

На рис. 1, *а* изображен спектр излучения графитовой кюветы, нагретой до 2400 °С, в том числе в координатах Вина (рис. 1, *б*). Синим выделен диапазон длин волн (от 630 до 820 нм), для которого происходит расчет параметров линейной регрессии (4), красная линия на рис. 1, *б* — аппроксимация уравнением линейной регрессии.

На рис. 2 изображены временные зависимости температуры графитовой кюветы, измеренной спектральным пирометром в процессе атомизации пробы, и абсорбции Al на длине волны 309,284 нм. Одновременное измерение темпера-

туры и сигнала позволяет учесть влияние кинетики атомного пара в кювете и рассчитать нормированную интегральную абсорбцию [6].

Для оценки правильности сравнили результаты измерения температуры графитовой кюветы спектральным пирометром и калиброванным одноканальным пирометром «Термоконт-ТН5С1М» производства ННТП «Термоконт» [1] в диапазоне температур от 1000 до 2400 °С после того, как температура становится стационарной (см. рис. 2, *а*). Результаты измерений представлены в таблице. Видно, что относительная погрешность измерения температуры не превышает 1,5 % и падает с увеличением температуры.

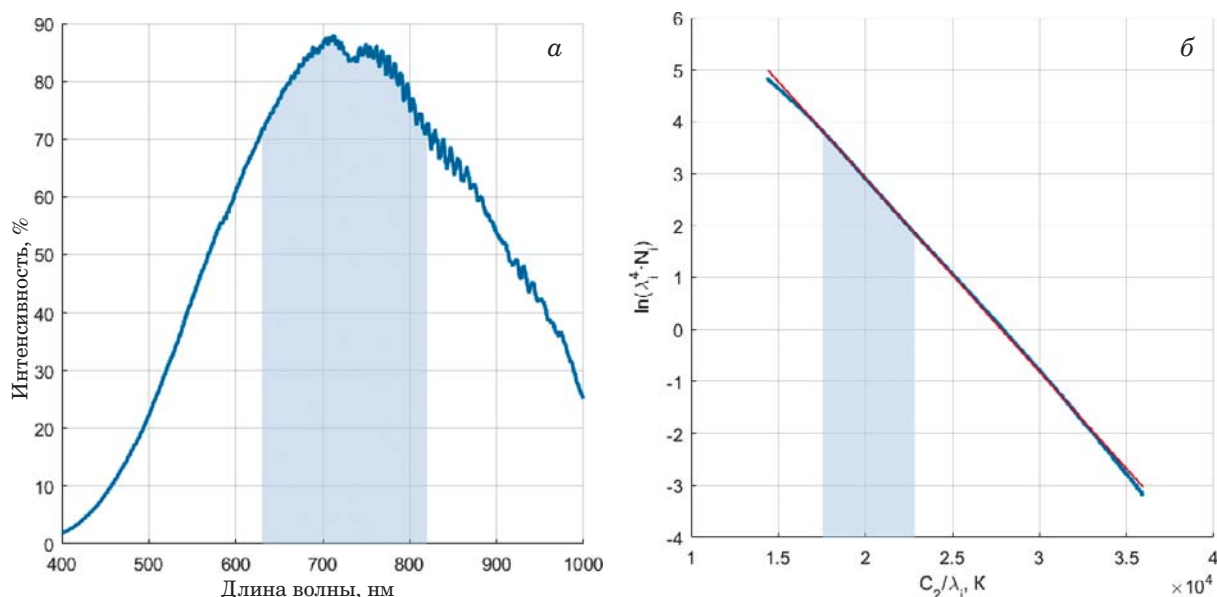


Рис. 1. Спектры излучения графитовой кюветы: *а* — в относительных единицах; *б* — в координатах Вина

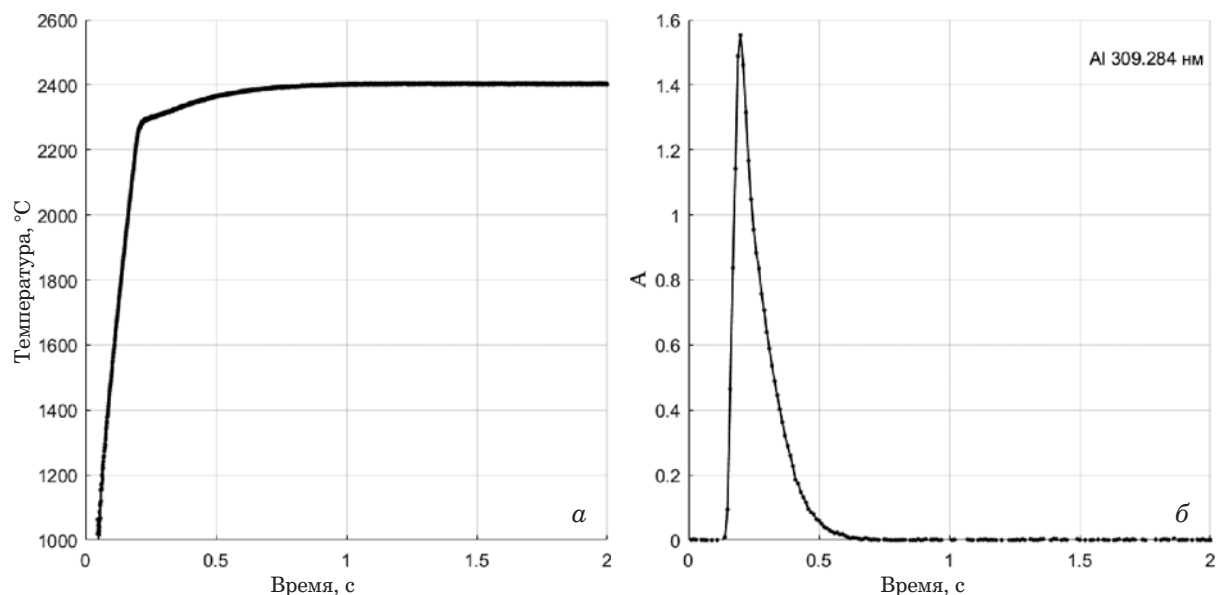


Рис. 2. Зависимости от времени: *а* — температуры графитовой кюветы в процессе атомизации; *б* — абсорбции алюминия на длине волны 309,284 нм

Таким образом, создан спектральный пирометр на базе спектрометра «Колибри-2», который позволяет измерять температуру в диапазоне от 1000 до 2400 °C и выше с относительной погрешностью 1,5 % и быстродействием до 2500 измерений/с. Применение волоконно-оптического кабеля на входе спектрометра снимает жесткие требования к размещению объекта измерения относительно входной щели и позволяет существенно упростить измерение температуры.

ЛИТЕРАТУРА

1. Сайт Некоммерческого научно-технического партнерства «Термоконт». <http://www.pyrometer.ru> (дата обращения: 01.08.2018).
2. Садагов Ю. М., Лаптев С. А. Формирование аналитических сигналов в графитовых печах / Журн. аналит. химии. 1998. Т. 53. № 10. С. 1051 – 1059.
3. Магунов А. Н. Спектральная пирометрия (обзор) / Приборы и техника эксперимента. 2009. № 4. С. 5 – 28.
4. Зарубин И. А., Гаранин В. Г., Лабусов В. А. Применение малогабаритного спектрометра «Колибри-2» в атомно-эмиссионном анализе / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2012. Т. 78. № 1. Ч. II. С. 86 – 89.
5. Архипов В. А., Березиков А. П. Основы теории инженерно-физического эксперимента: уч. пособие. — Томск: Изд-во ТПУ, 2008. — 205 с.
6. Darangwa N., Katskov D. A., Heitmann U. Making ET AAS determination less dependent on vaporization kinetics of the analytes / S. Afr. J. Chem. 2013. Vol. 66. P. 207 – 215.

REFERENCES

1. Site of the Termokont nonprofit scientific and technical partnership <http://www.pyrometer.ru> (accessed August 1, 2018) [in Russian].

Результаты измерения температуры (°C) одноканальным пирометром «Термоконт-ТН5С1М» и спектральным пирометром на основе спектрометра «Колибри-2»

«Термоконт-ТН5С1М»	«Колибри-2»	Относительная погрешность, %
1000	1014	1,4
1200	1214	1,17
1400	1413	0,93
1600	1616	1,00
1800	1810	0,56
2000	2005	0,25
2200	2206	0,27
2400	2402	0,08

2. Sadagov Yu. M., Laptev S. A. The formation of analytical signals in graphite furnaces / J. Anal. Chem. 1998. Vol. 53. N 10. P. 914 – 921.
3. Magunov A. N. Spectral pyrometry (review) / Instruments and Experimental Techniques. 2009. Vol. 52. N 4. P. 451 – 472.
4. Zarubin I. A., Garanin V. G., Labusov V. A. The Use of Small-Sized Spectrometer “Kolibri-2” in the Atomic-Emission Analysis / Zavod. Labor. Diagn. Mater. 2012. Vol. 78. N 1. Part II. P. 86 – 89 [in Russian].
5. Arkhipov V. A., Berezikov A. P. Fundamentals of the theory of engineering and physical experiment: Handbook. — Tomsk: Izd. TPU, 2008. — 205 p. [in Russian].
6. Darangwa N., Katskov D. A., Heitmann U. Making ET AAS determination less dependent on vaporization kinetics of the analytes / S. Afr. J. Chem. 2013. Vol. 66. P. 207 – 215.