

## АППАРАТУРА И МЕТОДЫ ОПТИЧЕСКОЙ ДИАГНОСТИКИ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

УДК 535.33/34

А.Н. Куряк, М.М. Макогон

# Высоковакуумный комплекс для спектроскопических исследований водяного пара

*Институт оптики атмосферы СО РАН, г. Томск*

Поступила в редакцию 14.04.2004 г.

Описана созданная в рамках выполнения гранта РФФИ установка, и приведены ее основные характеристики.

### Введение

Поглощение водяного пара в области колебательно-вращательных переходов (видимый и ИК-диапазоны спектра) изучается весьма активно, что отражено в ряде специальных монографий [1]. Измерения коэффициентов поглощения водяного пара в области электронных переходов в течение многих лет ограничивались работами [2, 3], охватывающими диапазон 106–198 нм.

В 1980 г. [4] в ходе зондирования атмосферы при ее возбуждении лазерным излучением ближнего УФ-диапазона в интервале до  $3000\text{ см}^{-1}$  от возбуждающей линии было обнаружено переизлучение, величина которого коррелировала с влажностью атмосферы и наличием осадков. Прямые измерения в искусственных смесях показали, что обнаруженные ранее в атмосфере сигналы обусловлены водяным паром. Дальнейшие экспериментальные исследования с привлечением различных методов лазерной спектроскопии позволили получить обширную информацию о поглощении и флуоресценции водяного пара в диапазоне 213–425 нм, а также зарегистрировать сигналы, обусловленные ионизацией. Ряд экспериментов проведен при повышенных (до  $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) температурах. Известные результаты говорят о сложном механизме трансформации поглощенной энергии УФ-диапазона в молекуле  $\text{H}_2\text{O}$  (см. обзор [5]).

Полученные данные о спектральных характеристиках водяного пара не всегда согласуются друг с другом. Так, например, спектральный ход возбуждения флуоресценции и оптико-акустического сигнала, определенный в различных экспериментах, имеет прямо противоположный вид: в первом случае в районе 270 нм имеет место максимум [6], во втором – минимум [7]. Существенным недостатком проведенных измерений является отсутствие контроля состава исходных газов и паров, а также «чистоты» самой измерительной установки, что чрезвычайно важно при использовании высокочувствительных флуоресцентного и оптико-акустического методов, особенно при повышенных температурах, когда сама установка может выделять газы,

дающие дополнительный вклад в спектр поглощения или флуоресценции.

Устранение расхождения между спектральным ходом флуоресценции и оптико-акустического сигнала [6, 7] (или выявление природы этого расхождения) может быть достигнуто путем проведения одновременных комплексных измерений на одной установке с использованием различных методов, что даст возможность более полно изучить взаимодействие молекул водяного пара друг с другом и буферными газами. Так, одновременные измерения спектральных характеристик флуоресценции, оптико-акустического и ионизационного сигналов водяного пара в воздухе и в смесях с отдельными атмосферными газами позволят определить как излучательные, так и безызлучательные каналы релаксации поглощаемой молекулой воды энергии и их зависимость от условий – состава, температуры и давления газовой среды. Объединение в одной экспериментальной установке датчиков, обеспечивающих одновременное получение информации об этих каналах релаксации, даст, на наш взгляд, возможность более корректно судить о процессах, происходящих в молекуле при поглощении ею оптического излучения, а также о перераспределении вклада этих каналов при изменении условий.

Настоящая статья посвящена описанию экспериментальной установки, результаты испытаний и измерений характеристик водяного пара предполагается осветить в следующей публикации.

### Блок-схема измерительного комплекса

Установка для проведения указанных выше измерений должна обеспечить приготовление газовой смеси с высокой воспроизводимостью условий и состава, что может быть достигнуто только при использовании высоковакуумной прогреваемой системы. Предполагаемая работа с водяным паром при повышенных температурах требует применения также прогреваемого датчика давления, чтобы исключить неконтролируемую конденсацию в нем воды.

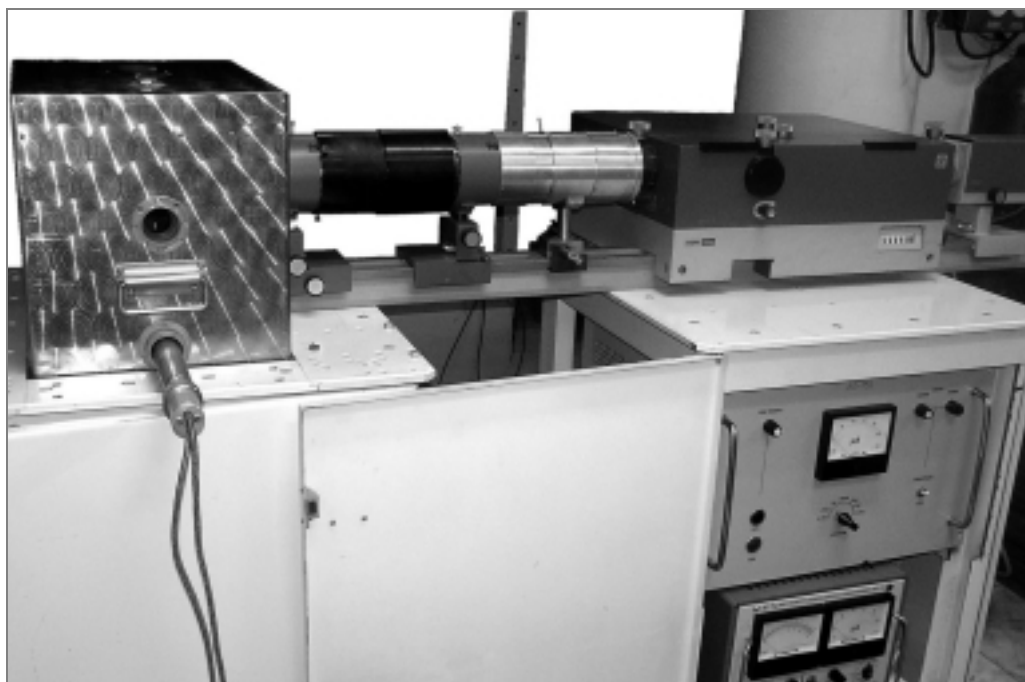


Рис. 1. Общий вид разработанного комплекса аппаратуры

Оптический тракт установки должен обеспечить возможность возбуждения молекул в диапазоне 213–355 нм (3–5-я гармоники лазера на гранате с неодимом, гармоники лазера на парах меди) и регистрации флуоресценции в УФ- и видимой части спектра, для чего все элементы должны быть выполнены из нефлуоресцирующего кварцевого стекла марки КУ-1.

Описываемый комплекс аппаратуры (рис. 1) включает в себя высоковакуумную прогреваемую газовую систему, обеспечивающую работу с водяным паром в смеси с другими газами в широком диапазоне температур (15–250 °С) и давлений ( $5 \cdot 10^{-7}$ –1000 торр), флуоресцентный, опико-акустический и ионизационный датчики и систему регистрации на базе персонального компьютера.

### Газовая система

Принципиальная схема системы показана на рис. 2, общий вид высокотемпературной прогреваемой части – на рис. 3. Все компоненты системы, находящиеся в прогреваемых объемах, соединяются между собой фланцами типа «конфлэт» с медными прокладками.

Пунктирной линией (см. рис. 2) обозначены прогреваемые части установки: 1 – до 250 °С, в которой расположена оптическая камера, и 2 – до 80 °С, в которой расположены колба с водой и датчик давления. Температура в обеих частях поддерживается автоматически, датчиком в первой части является термометр сопротивления гр. 21, во второй – контактный термометр. Температура оптической камеры определяется с помощью отдельного термометра сопротивления. Максимальная темпера-

тура высокотемпературного прогреваемого объема составляет 285 °С, время выхода на эту температуру от комнатной примерно 4 ч.

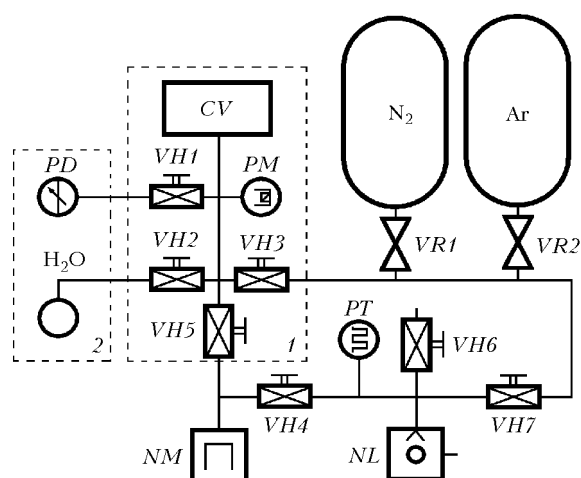


Рис. 2. Схема вакуумной системы установки: CV – оптическая камера; NL – диффузионный насос ЗНБР-1Д; NM – магниторазрядный насос НМД-0,16-1; PM – датчик высокого вакуума ПММ-32-1; PD – деформационный кварцевый преобразователь давления и температуры ПДТК-0,1М; PT – термопарный преобразователь ПМТ-2; VH1–VH4 – прогреваемые вентили ВВ-10У; VH5 – прогреваемый вентиль ВВ-32; VH6 и VH7 – вентили вакуумные мембранные Ду-16; VR1 и VR2 – вентили на баллонах с газами

Параметры рабочей газовой смеси определяются кварцевым преобразователем давления и температуры. Специально доработанный по нашим требованиям

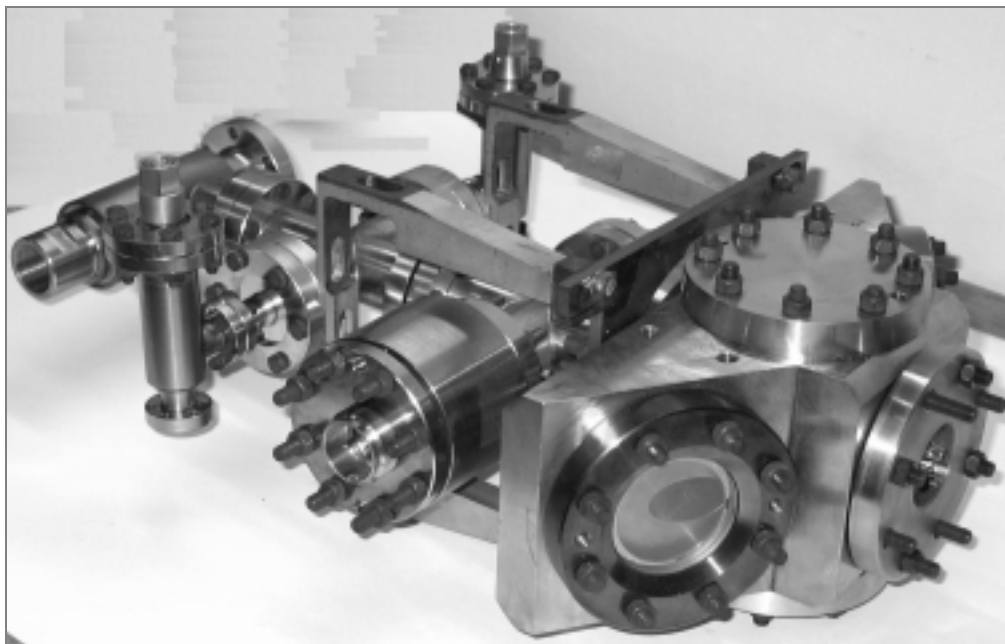


Рис. 3. Вид компонентов прогреваемой высокотемпературной части комплекса

в СКТБ ЭлПА (г. Углич) датчик ПДТК-0,1М позволяет измерять давление и температуру в диапазонах 0,6...800 мм рт. ст. и  $-40...+85\text{ }^{\circ}\text{C}$  с погрешностями соответственно не более 0,25 мм рт. ст. и  $0,02\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Информационными являются два сигнала, частота которых функционально связана с измеряемыми давлением и температурой смеси.

Исследование взаимодействия излучения с водяным паром (как чистым, так и в смесях с другими газами) может проводиться в двух режимах. При температуре оптической кюветы ниже  $80\text{ }^{\circ}\text{C}$  вентили *VH1* и *VH2* открыты и давление смеси определяется с помощью датчика *PD*. При более высоких температурах для исключения конденсации водяного пара в элементах низкотемпературного прогреваемого объема эти вентили перекрываются и давление газов в оптической кювете определяется расчетным путем.

### Оптическая схема

Оптическая схема показана на рис. 4 (вид сверху).

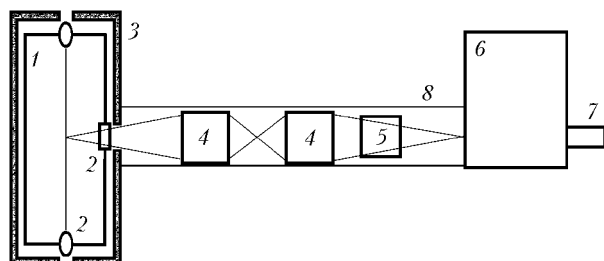


Рис. 4. Принципиальная оптическая схема измерения флуоресценции: 1 – оптическая камера; 2 – кварцевые окна; 3 – теплоизолирующий кожух; 4 – конденсоры от монохроматора МДР-23; 5 – призма Пехана; 6 – двойной монохроматор МДР-6; 7 – фотоумножитель; 8 – светозащитный чехол

При разработке оптической схемы необходимо было разрешить две проблемы: изготовить окна, рассчитанные на работу в указанных выше условиях, и согласовать монохроматор с оптической камерой.

Существующий рынок оптических элементов, предназначенных для работы в УФ-области спектра с высоким вакуумом и высокой температурой, крайне ограничен и российским исследователям практически недоступен. Для комплектации описываемого комплекса в Институте ядерной физики СО РАН была восстановлена разработанная там ранее технология изготовления оптических окон, рассчитанных на работу при температуре до  $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ . По этой технологии к фланцу из нержавеющей стали диффузионной сваркой присоединяется переходное титановое кольцо, к которому на чистом свинце припаивается окно из кварцевого стекла (рис. 5). Проведенные испытания показали, что при прогреве до  $285\text{ }^{\circ}\text{C}$  окно обеспечивает поддержание вакуума не хуже  $5 \cdot 10^{-8}$  торр.

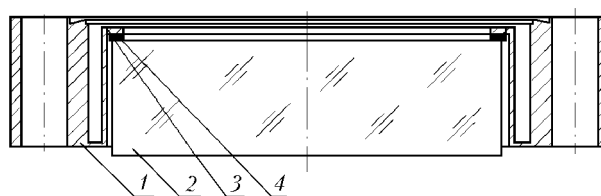


Рис. 5. Чертеж окна: 1 – фланец; 2 – кварцевая пластина; 3 – титановое кольцо; 4 – слой свинца

Расположение компонентов комплекса таково, что лазерное излучение пропускается через оптическую камеру горизонтально, а щели монохроматора установлены вертикально. Если не предпринять

специальные меры, то монохроматор будет «видеть» участок освещенного объема длиной порядка ширины щели (при коэффициенте передачи системы конденсоров, равном примерно единице). Если же изображение освещаемого объема повернуть на 90°, то в монохроматор попадет излучение от участка длиной, равной высоте щели. В этом случае выигрыш составит 15–50 раз.

В качестве оборачивающего элемента оптической схемы мы использовали призму Пехана, выполненную из кварцевого стекла КУ-1. Эта призма имеет большее угловое поле зрения, чем традиционная оборачивающая призма Дове [8].

### Микрофон и ионный датчик

Схема узла микрофона показана на рис. 6. Используются два типа микрофонов: микрофон ЕК-3024 фирмы Knowles electronics и микрофон, изготовленный в ИОА СО РАН [9]. Элементы ионного датчика выполнены из нержавеющей стали и могут работать до температуры 250 °С. Наличие трех отдельных электродов позволяет анализировать ионы разного знака и изучать зависимость выхода ионов от плотности мощности лазерного излучения.

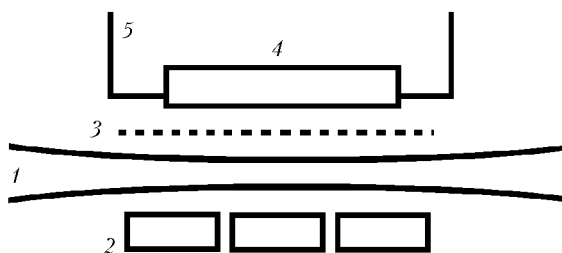


Рис. 6. Схематичное изображение узла микрофона (вид сбоку): 1 – лазерный луч; 2 – электроды ионного датчика; 3 – сетчатый электрод ионного датчика; 4 – микрофон; 5 – конструктивные элементы крепления узла

### Система сбора и обработки данных

Система сбора и обработки данных состоит из пяти независимых каналов (рис. 7).

В качестве центрального устройства обработки, хранения и отображения получаемых данных используется персональный компьютер на базе процессора AMD Duron-650. К нему через стандартные порты подключаются специально разработанные для данной установки контроллеры каналов передачи данных.

Для разгрузки центральной машины и обеспечения возможности непрерывного сбора информации о состоянии вакуумной системы, а также для удобства подключения датчиков ее состояния к центральной машине предварительная обработка выдаваемой ими информации осуществляется от-

дельным устройством, разработанным на базе микроконтроллера фирмы Atmel.

Канал ввода данных с системы счета фотонов, работающей по методу интеграции заряда, выполнен на основе элементов стандарта «Вектор», что обеспечивает высокую метрологическую надежность измерений [10].

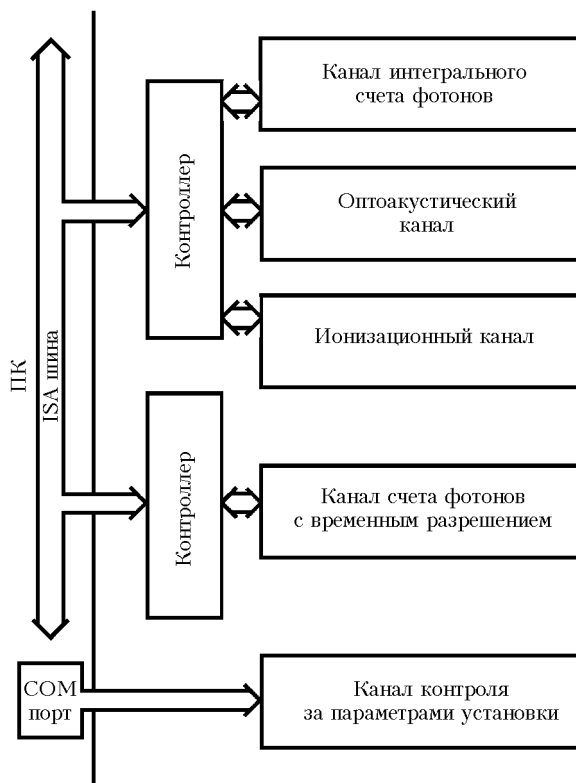


Рис. 7. Структурная схема системы сбора и обработки данных

Счетчик фотонов с временным разрешением построен на базе платы сбора данных ЛА-н02, изготовленной ЗАО Центр АЦП «Руднев–Шилаев».

Для управления комплексом в целом, ввода данных в ЭВМ и их предварительной обработки разработано уникальное программное обеспечение. Оно позволяет управлять работой лазеров, а также работать в режиме синхронизации с ними. Программа контролирует распределение температуры прогреваемого объема и температуру оптической кюветы, определяет давление исследуемой газовой смеси и осуществляет ввод данных с системы счета фотонов, работающей по методу интеграции заряда. Основные параметры комплекса приведены в таблице.

Предварительные испытания аппаратуры при возбуждении молекул водяного пара излучением 4-й гармоники Nd:YAG-лазера продемонстрировали наличие всех сигналов и работоспособность комплекса в целом.

Система откачки		
Степень	1	2
Остаточный вакуум, мм рт. ст.	$10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-7}$
Время достижения, ч	0,5	0,5–12
Система прогрева		
Максимальная температура, °С	285	
Время достижения, ч	4	
Температура исследуемой среды, °С		
	Флуоресцентный и ионный датчики	Оптико-акустический датчик
	285	60
Параметры измерительных каналов		
Флуоресцентный канал		
Спектральный диапазон работы, нм	200–2000	
Спектральное разрешение, нм	0,06–0,26	
Счетчик фотонов с интеграцией заряда		
Пороговая чувствительность*, фот/имп.	0,01	
Динамический диапазон	200 000	
Счетчик фотонов с временным разрешением		
Частота дискретизации, МГц	500	
Оптико-акустический канал		
Чувствительность, см <sup>-1</sup> /Дж	$3 \cdot 10^{-8}$	
Ионизационный канал		
Пороговая чувствительность*, ион/имп.	0,1	

\* При усреднении по 100 лазерным импульсам.

Авторы благодарят заместителя директора ИЯФ СО РАН В.В. Анашина и заместителя начальника производства А.Н. Косарева за содействие в изготовлении вакуумных окон.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 01-05-65338.

1. Быков А.Д., Макушкин Ю.С., Улеников О.Н. Колебательно-вращательная спектроскопия водяного пара. Новосибирск: Наука, 1989. 296 с.; Быков А.Д., Синица Л.Н., Стариков В.И. Экспериментальные и теоретические методы в спектроскопии молекул водяного пара. Новосибирск: Изд-во СО РАН, 1999. 376 с.
2. Watabene K., Zelikoff M. Absorption Coefficients of Water in the Vacuum Ultraviolet // J. Opt. Soc. Amer. 1953. V. 43. N 9. P. 753–755.
3. Thompson B.A., Harchek P., Reeves R.R., Jr. Ultraviolet Absorption Coefficients of CO<sub>2</sub>, CO, O<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O, N<sub>2</sub>O, NH<sub>3</sub>, NO, SO<sub>2</sub> and CH<sub>4</sub> between 1850 and 4000 Å // J. Geophys. Res. 1963. V. 68. N 24. P. 6431–6436.
4. Вайнер Ю.Г., Малявкин Л.П., Назаров П.М., Фридман Ш.Д., Тутов В.Д. Дистанционный контроль га-

- зовых выбросов методом комбинационного рассеяния света // Метеорол. и гидрол. 1980. № 12. С. 39–47.
5. Макогон М.М. Спектральные характеристики водяного пара в УФ-области спектра // Оптика атмосф. и океана. 2001. Т. 14. № 9. С. 764–775.
6. Клишкин В.М., Федорищев В.Н. Новая полоса поглощения атмосферы в УФ-диапазоне спектра // Оптика атмосф. 1989. Т. 2. № 2. С. 220–221.
7. Tikhomirov B.A., Troitskii V.O., Kapitanov V.A., Evtushenko G.S., Ponomarev Y.N. Photo-acoustic measurements of water vapor absorption coefficient in UV spectral region // Acta phys. sin. Overseas Ed. 1998. V. 7. N 3. P. 190–195.
8. Кожевников Ю.Г. Оптические призмы. М.: Машиностроение, 1984. 148 с.
9. Пономарев Ю.Н., Агеев Б.Г., Зигрист М.В., Капитанов В.А., Куртуа Д., Никифорова О.Ю. Лазерная оптико-акустическая спектроскопия межмолекулярных взаимодействий в газах. Томск: МГП «Раско», 2000. 200 с.
10. Кармазин С.Е., Куряк А.Н., Макогон М.М., Цветков А.Л. Флуоресцентный автоматизированный лазерный спектрометр // Оптика атмосф. и океана. 1995. Т. 8. № 11. С. 1692–1696.

A.N. Kuryak, M.M. Makogon. High-vacuum system for spectroscopic investigation of water vapor.

The high-vacuum system for spectroscopic investigation of water vapor developed under the RFBR support is described and its main parameters are presented.