

УДК 62-93

ИССЛЕДОВАНИЕ СТАБИЛЬНОСТИ ХАРАКТЕРИСТИК СПЕКТРОФЕРОМЕТРОВ SHIMADZU UV-2450 И IRPRESTIGE-21

Пантелей Е., Паранин В. Д.

Самарский государственный аэрокосмический университет имени академика
С. П. Королёва (национальный исследовательский университет), г. Самара

Для количественного определения примесей в кристаллах ниобата лития (НЛ) необходимо измерение спектров поглощения с точностью 0,01-1 %. Для этого могут использоваться широкополосные спектрофотометры Shimadzu UV2450 и Shimadzu IRPrestige-21, перекрывающие диапазон 0,19-25 мкм. Целью работы являлось исследование стабильности характеристик спектрофотометров для определения возможностей их применения в неразрушающем контроле кристаллов.

Со спектрофотометром Shimadzu UV-2450 проводились два дополняющих друг друга эксперимента. В первом опыте автоматически измерялся спектр пропускания кюветного отделения (воздушная среда) в течение 2,5 часов с интервалом в 10 минут в спектральном диапазоне 300-1000 нм ($33333-10000 \text{ см}^{-1}$). Во втором снимались 7 последовательных характеристик на длине волны 633 нм в течение 1000 секунд и шагом измерения 0,6 сек.

Для ИК-Фурье спектрофотометра Shimadzu IRPrestige-21 в течение 2 часов с интервалом в 10 минут измерялись спектры пропускания на длине волны 700-9000 нм ($14500-1200 \text{ см}^{-1}$). Использовался делитель луча из KBr, разрешение составляло 4 см^{-1} , количество усреднений устанавливалось равным 50.

В результате выполнения работы было установлено, что Shimadzu UV-2450 обеспечивает соотношение сигнал/шум не менее 700:1 в диапазоне 300-850 нм ($33333-11765 \text{ см}^{-1}$). ИК-Фурье спектрофотометр Shimadzu IRPrestige-21 с делителем KBr имеет стабильную характеристику на длинах волны от 800 нм до 2500 нм ($4000-12500 \text{ см}^{-1}$). Интенсивность пропускания и у UV-2450, и у IRPrestige-21 возрастает со временем прогрева лампы источников излучения на 1,5 % для первого и на 7 % для второго прибора. Рекомендуемое время прогрева приборов составляет 2-2,5 ч.

Дрейф интенсивности пропускания Shimadzu UV-2450 имеет синусоидальный характер с периодом 30-60 секунд и амплитудой не более 0,3-0,8 %, причём меньшая амплитуда соответствует коротковолновому краю характеристики (300 нм). Это делает прибор пригодным для измерения отношения $[Li]/[Nb]$ по спектру поглощения кристалл в УФ-области 300-320 нм. Синусоидальное изменение интенсивности пропускания прослеживается во времени не менее 3,5 часов от включения прибора.

Зависимость интенсивности пропускания от времени у IRPrestige-21 в диапазоне 0-120 минут тоже носит синусоидальный характер. В установившемся режиме нестабильность показаний прибора составляет до 5 % на 4500 нм (2222 см^{-1}).

Прибор Shimadzu IRPrestige-21 с делителем KBr имеет существенную нестабильность интенсивности и после длительного прогрева лампы, что делает невозможным использование данной насадки для требуемых экспериментов. Скорее всего, имеет место быть износ делителя. Применение других делителей, таких как CsI и CaF_2 , возможно, даст более высокую точность показаний прибора.

Оба спектрофотометра имеют рабочий диапазон длин волн меньше регистрируемого, а именно 300-900 нм для UV 2450 и 800-2500 нм для IRPrestige-21 (при установленном светоделителе из KBr).

Количественный анализ состава ниобата лития на приборах Shimadzu UV2450 и IRPrestige-21 возможен только при большом содержании примесей (легировании).