

参 考 文 献

- 1 Robert P. Classification of organic matter by means of fluorescence, Application to hydrocarbon source rocks. *Int. Journal Geology*, 1981, 1:101—137
- 2 Smith R. The use of fluorescence microscopy in the characterization of amorphous organic matter. 11th Int. Meeting on Organic Geochemistry, 1983, 9.
- 3 Giering L.P., Morhing A. W. Total luminescence spectroscopy, a powerful technique for mixture analysis. *American Laboratory*, 1977, 11
- 4 Willard H.H. Instrumental methods of analysis.

1974.

- 5 Lille H. *Microscope Photometry*. New York, 1977.
- 6 5917部队. 荧光显微术. 上海科技情报所出版, 1976.
- 7 Teichmüller M., Wolf M. Application of fluorescence microscopy in coal petrology and oil exploration. *Journal of microscopy*, 1977, 109:50—62
- 8 Teichmüller M., Durand B. Study of fluorescence scale of peat and vitrinites and exinitites in all kinds of coals under microscope and its comparison with analysis results of rock pyrolysis. *Int. Journal of Coal Geology*, 1983, (2): 197—230

全反射凹面镜的重新镀膜及其性能测试

刘虎生 冯斌

刘利兴

(北京第五研究所)

(北京光学仪器厂)

〔摘要〕本文简要地介绍了对96—975型光量计的全反射凹面镜的重新镀膜及其性能的测试方法。重新镀膜后的全反射凹面镜满足了实际测试工作使用要求,并节省了外汇。

美国Jarrell—Ash公司的96—975型光量计的外光路成像系统是用一块全反射凹面镜,由于有效凹面比透镜截面大,因此,可以有较多的光通量进入接收系统。当采用1CP作激发光源时,经使用几年后,全反射凹面镜的反射率有所下降,使光谱强度减弱,致使微量元素的检测能力遇到困难,所以必须对全反射凹面镜进行重新镀膜。这样做,不仅比从国外进口的全反射凹面镜便宜得多,而且其性能也能满足使用要求。本文简要介绍对美国96—975型光量计的全反射凹面镜的重新镀膜及其性能的测试方法。

一、反射镜的镀膜

1. 概况

反射镜的制造,是按设计要求,选择均匀

度好的光学玻璃,表面光洁度为▽14的基体,为使其反射率在90%以上,将它放在真空度 1×10^{-5} 托以上的真空室内,把纯铝挂在钨丝上加热,使铝变成气体凝结在清洁的反射镜表面上,镀成一个厚度约800Å的铝膜反射镜。

2. 镀膜材料的选择

为得到从紫外区到近红外区有高反射率的反射镜,镀膜材料必须加以选择。图1是常用几种金属膜的光谱反射率曲线。从图1中可以看出铝膜在紫外区到近红外区光谱有很高的反射率。铝的熔点很低,蒸发汽化容易。另外,铝膜修复时退膜容易,铝价格也低廉。

镀有保护膜的铝反射镜对紫外部分吸收较严重,低于250nm波长范围不能使用;不镀保护膜的铝反射镜其紫外部分的反射率比较高。随着使用和空气的接触,会形成极薄的三氧化二铝薄膜,对紫外部分的反射率略有下降,但

对其它气体的抗腐蚀能力有所提高,并增加了本身的机械强度。本仪器是在恒温恒湿超净的环境条件下使用,不镀保护膜是可行的。

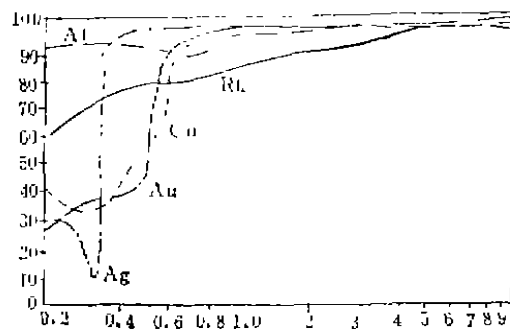


图1 铝、金、银、铜反射率与波长关系

3. 铝的纯度对反射率的影响

在镀膜中,铝的纯度对反射率的影响是一个重要因素。当铝的纯度低于99%时,所镀得的膜组织松散,吸收增加,使反射率明显下降。所以,为了得到反射率高的铝膜,铝的纯度必须高于99.99%。铝的纯度对反射率的影响见表1。

表1 铝的纯度对反射率的影响

波长 \AA		4600	5300	5700	6000
反射率%	99.99	92.0	92.0	93.0	93.0
	99.0	89.0	89.0	91.0	90.0

4. 铝的蒸发速率对反射率的影响

蒸发速率指的是反射镜表面每秒钟凝结的铝膜厚度。蒸发速率的大小直接影响膜层的结构粗细致密程度。表2表明蒸发速率快(100 \AA /秒)是获得高反射率的一个重要条件。

表2 蒸发速度对反射率的影响。

波长 \AA		4600	5300	5700	6000
反射率%	10分	73.5	76	76	77.5
	3秒	92	92	93	93

* 膜厚度为550 \AA 。

5. 基体温度对反射率的影响

在镀铝时,铝膜在基体上的分子结构大小,同基体温度相关,温度高,膜的组织粗糙,膜的吸收大,反射率下降。为了得到高的反射率,基体的温度不得高于50 $^{\circ}\text{C}$,见表3。

表3 基体温度对反射率的影响

项目	反射率R %				吸收率A %			
	4600	5300	5700	6000	4600	5300	5700	6000
15 $^{\circ}\text{C}$	92	92	93	93	8	8	7	7
200 $^{\circ}\text{C}$	88	87	84	87	12	13	16	13

二、性能测试与比较

1. 仪器装置和工作条件

同用一台Jarrell—Ash 96—975型ICP 光量计进行测定,操作系统参数见表4。

表4 ICP光量计操作系统参数

名 称	参 数
光量计	Jarrell-Ash 96-975 型光量计,具有0.75米曲率半径和2400刻线/毫米光栅
ICP光源	2500型射频发生器,频率27.12 MHz,输出功率1.1kW;反射功率<5W
计算机及其终端	PDP8/E—3A38
氩气流量	冷却气18升/分,辅助等离子气1升/分(进样时关闭);载气0.5升/分(压力20psi)
雾化器	固定式交叉型气动雾化器
溶液提升量	1毫升/分
观察高度	工作线置上方14毫米处
积分时间	10秒

下转第38页

度系数,因而也会产生一定的测量误差。但比不考虑等电位点这个因素所产生的误差小得多。要作精密测量必须使标准液与试液的温度保持一致。

根据上述测量原理,标准溶液与试液温度不一致时的二点校正法测定溶液pH(或浓度)程序的工作过程为:

(1) 启动程序,输入各种参数(溶液的温度不必输入);

(2) 进行通道选择,用温度传感器测定标准溶液的温度 T_1 ;

(3) 进行通道选择,测定电极在两个标准溶液中相应的电位值,求出 T_1 时的斜率 S 。并打印输入参数和分析数据表头。这时标准化完毕。

(4) 打入样品号,进行通道选择,用温度传感器测定试液的温度 T_2 ;

(5) 进行通道选择,测定电极在试液中
(上接第72页)

2. 重新镀膜的效果

为了考查重新镀膜后的全反射凹面镜的反射率是否和备件中新的全反射凹面镜的反射率

的电位,按(9)式计算pX值,打印样品号与结果。

上述是利用由86—4型A/D转换器与接口和PC—1500袖珍计算机组成的离子分析器的几个例子,由于PC—1500袖珍计算机是用BASIC语言编制应用程序,用户可以根据自己的需要编制各种分析方法如多次添加法和Gran作图法等的应用程序,在本离子分析器上应用。因此从这个意义上来说这样的微机化离子分析器是一个通用仪器,为电分析化学工作者提供了一个方便的工具。

参 考 文 献

1 方建安,周国祥等编著,《离子选择性电极测量仪器》,江苏科学技术出版社,1984年。

2 宣家祥,离子选择电极通讯,1981,1(1),37。

相同,在完全相同的实验条件下分别测量了它们的信噪比,其结果见表5。

表5 重新镀膜后的全反射凹面镜的效果

序号	元素	波长 (Å)	新全反射凹面 镜的信噪比, R ₁	重新镀膜后的 全反射凹面镜 的信噪比, R ₂	R ₂ /R ₁	序号	元素	波长 (Å)	新全反射凹面 镜的信噪比, R ₁	重新镀膜后的 全反射凹面镜 的信噪比, R ₂	R ₂ /R ₁
1	Al	3082	8.73	8.65	99.1	14	Mg	2795	239.8	251.3	104.8
2	As	1936	14.76	16.44	111.4	15	Mn	2576	288.6	300.3	104
3	Au	2427	29.78	29.43	98.8	16	Nb	2716	10.34	9.44	91.3
4	B	2496	89.9	87.83	109	17	Ni	2316	72.36	75.33	104
5	Ba	4934	337.7	310.2	94.5	18	P	2136	13.78	15.86	115
6	Be	3130	71.99	74.87	104	19	Pb	2203	4.55	6.16	135
7	Ca	3179	15.59	13.60	87.2	20	Si	2881	12.14	13.21	108.8
8	Cd	2288	227.9	243.3	106.7	21	Ti	3349	113.0	113.0	97.5
9	Cr	2055	93.31	96.87	103.7	22	V	2924	40.96	39.74	97
10	Cu	3247	24.14	23.94	99.2	23	Y	3710	224.15	195.06	87
11	Fe	2500	45.60	33.25	85.2	24	Zr	3391	84.24	79.4	94.3
12	Ga	2043	8.55	7.92	92.6	25	Zn	2133	161.21	171.96	106.7
13	La	3988	35.95	31.62	87.9	26	Mo	2020	68.89	86.0	116