

АВТОМАТИЗАЦИЯ АНАЛИЗА СПЕКТРАЛЬНО-АНАЛИТИЧЕСКИЕ ТЕХНОЛОГИИ

Анализ структуры, состава и свойств веществ – неотъемлемое звено практически всех современных технологий. Аналитические методы непрерывно и быстро развиваются. Методы “мокрой” химии, на протяжении десятилетий и даже столетий господствовавшие в анализе, сегодня неуклонно сдают позиции инструментальным методам, которые аккумулируют в себе самые передовые достижения физики, химии, биологии, электроники, информатики и других областей науки и техники. Одно из определяющих направлений развития этих методов – автоматизация анализа, для решения задач которой авторами предложено автоматизированное рабочее место “Спектроскопист”.

Заметное место в арсенале современных инструментальных аналитических технологий занимает оптическая спектроскопия [1–6]. Ее методы обеспечивают высокую селективность и чувствительность к присутствию даже следовых (на уровне 10^{-5} – 10^{-12} г/л) количеств анализируемого вещества [2]. На мировом уровне соответствующие спектрально-аналитические технологии и аппаратуру представляет целый ряд фирм – Perkin Elmer, Bruker, Shimadzu, Nikolette, Jobin Yvon и др. В подавляющем большинстве аппаратуры этих фирм функции управления измерениями и обработки результатов выполняются IBM PC-совместимыми компьютерами по специализированным программам, функционирующим в среде Microsoft Windows.

Отечественные спектрально-аналитические технологии существенно отстают от зарубежных, причем отставание связано исключительно с низким уровнем российского аналитического приборостроения [7]. В последние десятилетия разрыв между российским и зарубежным приборостроением увеличивался по мере развития вычислительной техники, но оптико-механические узлы отечественной аппаратуры и сейчас не уступают, а порой превосходят зарубежные.

Сложившуюся ситуацию можно рассмотреть на примере аппаратуры Ленинградского оптико-механического объединения (ЛОМО) – ведущего предприятия российского спектрального приборостроения (см. таблицу). Как видно из таблицы, составленной на основании источников [8,9], эта аппаратура охватывает практически весь круг современных спектрально-аналитических технологий. Аппаратурой ЛОМО оснащено большинство аналитических лабораторий СНГ. Данные таблицы вместе с тем отражают и общий уровень развития отечественного спектрально-аналитического приборостроения. В частности видно, что более половины аппаратуры оснащено

В.Некрасов, Г.Шаулов,
А.Ковалев

в лучшем случае электромеханическими средствами автоматизации и не имеет устройств связи с ЭВМ. В остальной аппаратуре, относящейся к самым последним разработкам, используются в основном маломощные мини-ЭВМ серии “Электроника”.

В “докомпьютерную” эпоху (60–70-е годы) аппаратура ЛОМО – спектрофотометры СФ-8, СФ-18, СФ-20, СФ-26, ИКС-24, ИКС-29 и ИКС-31, КР (комбинационного рассеяния)-спектрометр ДФС-24 – практически, за исключением массогабаритных параметров, не уступала аппаратуре ведущих зарубежных фирм. Дальнейшее ее развитие характеризуется двумя направлениями: разработкой автоматизированной аналитической аппаратуры общецелевого назначения – ИК- и УВИ (УФ и видимого оптического диапазона)-спектрофотометры, КР-спектрометр ДФС-52, люминесцентный спектрометр СДЛ-2 – и автоматизированных электронно-оптических модулей (КСВУ-2, -6, -23, монохроматор МДР-41), предназначенных для создания специализированных спектрально-аналитических комплексов. Оптические узлы этой аппаратуры построены на основе самых современных достижений оптико-механической промышленности (голограммных и нарезных фокусирующих решеток с переменным шагом, оригинальных технических решений и др.), позволяющих существенно снизить уровень паразитного излучения и повысить рабочие параметры. В то же время средства автоматизации практически всех приведенных в таблице устройств не выдерживают никакого сравнения с мировыми моделями и морально устарели.

Очевидно, что оснащение этих приборов и оптико-механических узлов современными устройствами вычислительной техники для

Представляем авторов статьи

НЕКРАСОВ Виктор Васильевич. Кандидат физико-математических наук. Зав. сектором ФГУП ГНЦ “НИФХИ им. Л.Я.Карпова”. Автор свыше 70 научных работ и 10 изобретений. Сфера профессиональных интересов – оптическая молекулярная спектроскопия, спектральный анализ; научное приборостроение, методология спектральных исследований и анализа.

КОВАЛЕВ Александр Юрьевич. Ведущий инженер в АО “Диснет”. Окончил Московский институт электронной техники. Сфера профессиональных интересов – научное приборостроение.

ШАУЛОВ Григорий Абрамович. Руководитель группы в АО “Диснет”. Окончил Московский институт электронной техники. Автор ряда научных работ и изобретений. Сфера профессиональных интересов – научное приборостроение.



управления процессом измерения и обработки получаемых данных позволит поднять их до уровня, удовлетворяющего мировым требованиям к спектрально-аналитическим технологиям. Эта задача может быть успешно решена с помощью автоматизированного рабочего места (АРМ) “Спектроскопист”, предназначенного для автоматизации процесса измерений в исследовательских и аналитических спектральных комплексах.

Автоматизация спектрального эксперимента предполагает решение нескольких задач:

- управление спектральным прибором, а именно управление приводами сканирующих и других перемещаемых элементов и исполнительных устройств, обеспечивающих требуемые режимы измерения; обеспечение необходимых режимов питания возбуждающих и регистрирующих устройств, позволяющих минимизировать шумы и другие источники систематических погрешностей измерений (коррекция колебаний источника света и базовой линии, учет темнового тока фотоприемников и др.);
- представление результатов измерений в графической и цифровой форме и визуализация их на электронном мониторе и (или) в виде твердой (бумажной) копии;
- сохранение результатов измерений в долговременной памяти ЭВМ и (или) на промежуточных носителях в виде самостоятельного файла. Выполнение этой задачи необходимо для использования получаемых результатов в последующих преобразованиях, архивации их в электронном виде и для формирования электронных баз данных.

Стандартные решения для автоматизации спектральных измерений, используемые подавляющим большинством производителей, представляют собой моноблочные приборы одноцелевого на-

значения (спектрофотометры, спектрофлуориметры и пр.). Связь таких приборов с внешней ЭВМ осуществляется по стандартным интерфейсам. При этом приемно-управляющие функции обычно выполняются встроенным в прибор микроконтроллером. Обмен информацией с внешней ЭВМ осуществляется с помощью специальных кодовых таблиц, являющихся, как правило, ноу-хау фирмы. Такая аппаратура не допускает не только дооснащения дополнительными устройствами, работающими в едином программном поле с основными, но и никаких методических усовершенствований режимов измерения, даже если оптические узлы аппаратуры это позволяют. Послегарантийное обслуживание аппаратуры и замена морально устаревших электронных устройств (которые, как известно, стареют в несколько раз быстрее оптического тракта) сопряжены с высокими материальными затратами, порой превосходящими стоимость самой аппаратуры.

Стандартные пакеты программного обеспечения, поставляемые с аппаратурой, как правило, представляют продукт с закрытым для пользователя доступом, также не допускающий никаких методических усовершенствований. А файлы данных в этих пакетах формируются в собственном, индивидуальном для каждой фирмы, формате. Создание электронных баз данных на основе таких файлов – длительная и кропотливая процедура, требующая несколько промежуточных стадий переформатирования.

В АРМ “Спектроскопист” и его программном обеспечении используются принципиально отличные от стандартных решения, открывающие для пользователя широкие возможности в создании многофункциональной спектрально-аналитической аппаратуры (спектрально-вычислительных комплексов – СВК) и модернизации парка морально устаревшей техники.

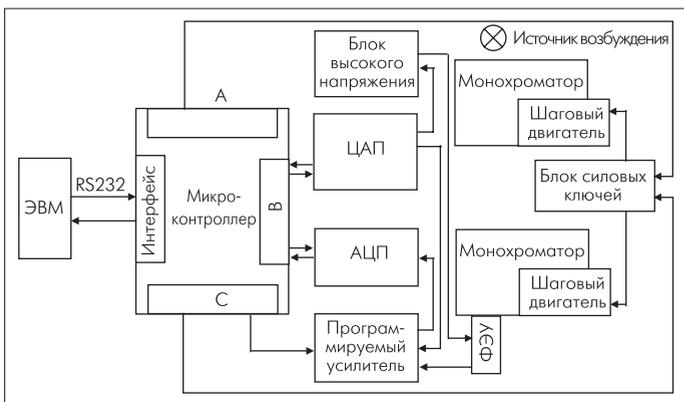


Рис.1. Блок-схема спектрально-вычислительного комплекса

Эти решения заключаются в следующем. Связь управляющей ЭВМ с исполнительными механизмами и приемными устройствами оптического тракта СВК осуществляется через самостоятельный внешний блок интеллектуального контроллера IOED. Этот блок полностью обеспечивает управление спектральным комплексом, обеспечивает электропитание исполнительных механизмов и регистрирующих устройств, регистрацию и первичную обработку поступающих сигналов. Являясь самостоятельным интеллектуальным электронным устройством, контроллер осуществляет также и обмен информацией СВК с управляющей ЭВМ. Такое решение повышает надежность работы комплекса за счет уменьшения вероятности "зависания" управляющей ЭВМ в процессе работы.

АРМ "Спектроскопист" может использоваться как в составе спектрально-измерительных комплексов, создаваемых на базе серийных оптических модулей (монохроматоров, полихроматоров, оптических фильтров, лазерных и широкополосных источников света и пр.), так и для автоматизации имеющихся серийных установок с ручным приводом. Его можно эффективно применять и для модернизации морально устаревшей аналитической аппаратуры с учетом новых требований.

АРМ выполнено на современных комплектующих элементах, размещенных в стандартном корпусе. В его составе – IBM PC-совместимый компьютер, укомплектованный по желанию потребителя. Пакет программного обеспечения АРМ реализован полностью в среде Microsoft Windows и обеспечивает возможность преобразования результатов измерений в виде базы данных "Парадокс" непосредственно в ходе эксперимента.

Контроллер IOED в варианте спектрально-вычислительного комплекса, реализованном к настоящему моменту (рис.1), осуществляет следующие функции:

- управление разверткой спектра двух монохроматоров посредством шаговых электродвигателей;
- предварительную обработку сигналов, поступающих с фотоприемника (ФЭУ);
- аналого-цифровое преобразование и ввод информации в ЭВМ;
- управление блоком высокого напряжения источника электропитания фотоприемника.

Главная отличительная особенность контроллера IOED – выполнение всех требуемых для предварительной обработки сигналов процедур, включая интегрирование и усреднение сигналов, в цифровом виде. Такой подход существенно повышает помехоустойчивость СВК даже в самых неблагоприятных условиях. При этом практически не требуется никаких других специальных мер для защиты от электромагнитных помех. На рис.2 в качестве примера приведены спектры люминесценции объекта, полученные в идентичных ус-

ловиях при возбуждении импульсным лазером ЛГИ-21 с частотой следования импульсов 100 Гц с использованием традиционной аналоговой системы регистрации (кривая 1) и программно-аппаратных средств АРМ "Спектроскопист" с включенной (2) и выключенной системой цифрового интегрирования (3). Как хорошо видно из сравнения кривых 2 и 3, система цифрового интегрирования полностью устраняет асинхронные искажения спектра, связанные с несовпадением моментов регистрации с возбуждающим импульсом. При этом полностью отсутствуют и шумы, обусловленные электромагнитными помехами от цепей лазерного источника. Отношение сигнал/шум при цифровом интегрировании более чем на порядок выше, чем при аналоговом интегрировании (кривые 1 и 2).

Основу контроллера IOED (см. рис. 1) составляет восьмиразрядный микроконтроллер фирмы ATMEЛ AT90S8515 с тактовой частотой 8 МГц. Прием команд управления от ЭВМ и передачу своего слова состояния контроллер осуществляет через стандартный интерфейс RS-232. Скорость передачи информации по каналу RS-232 не менее 9,6 кбит/с. Необходимые уровни сигналов обеспечивает приемопередатчик MAX-232.

Управление шаговыми двигателями монохроматоров осуществляется сигналами микроконтроллера с портов А и С. После предварительной буферизации и усиления микросхемой ULN-2083 эти сигналы поступают на блок силовых ключей, каждый из которых собран на транзисторе КТ-825 (по схеме Дарлингтона [10]). Эти ключи обеспечивают необходимый ток, протекающий через обмотки шаговых двигателей монохроматоров. Ток силовых ключей превышает 3 А.

Сигналами, также поступающими с порта С, устанавливается и коэффициент усиления программируемого усилителя PGA-204. Входное сопротивление усилителя свыше 100 ГОм. Возможные значения программируемого коэффициента усиления – 1, 10, 100, 1000. Усилитель имеет программируемое смещение нуля в пределах от –5 до +5 В с дискретностью порядка 50 мВ.

Аналого-цифровой преобразователь (АЦП) выполнен на микросхеме AD-7890, которая представляет собой прецизионную 8-канальную 12-разрядную систему сбора информации. Управление АЦП осуществляется сигналами порта В через встроенный в микроконтроллер трехпроводной интерфейс SPI. Разрядность АЦП – 12 бит. Время преобразования – 2,5 мкс.

Основа цифроаналогового преобразователя (ЦАП) – микросхема AD-804, имеющая 12 независимо программируемых выходов с разрядностью 8 бит. Управление ЦАП, как и АЦП, осуществляется

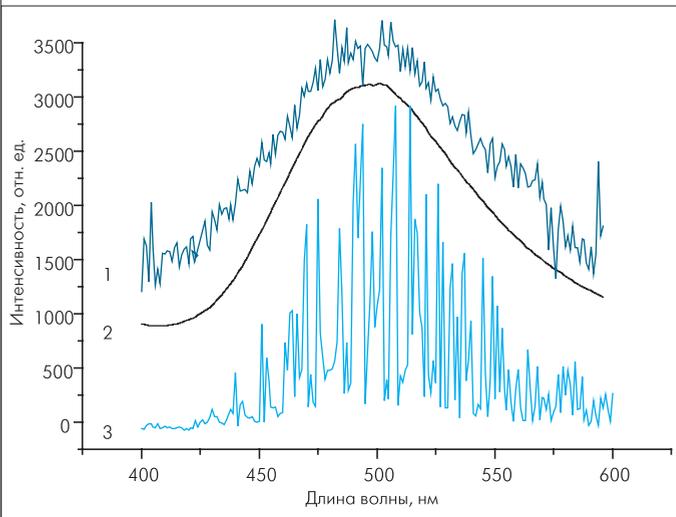


Рис.2. Спектр люминесценции, полученный при возбуждении объекта импульсным лазером ЛГИ-21



Степень автоматизации спектрально-аналитической аппаратуры

Модель	Рабочий диапазон спектра	Привод, степень автоматизации	Отображение информации	Сопряжение с ЭВМ
ИК-спектрофотометры				
ИКС-24	4000–400 см ⁻¹	Электромеханический привод сканированием, автоматическая замена решеток и фильтров	Запись спектра на калиброванных бланках	-
ИКС-25	4200–250 см ⁻¹	Программное управление измерениями	Монитор, принтер	“Электроника” МС 0507
ИКС-29	4200–400 см ⁻¹	Сканирование шаговыми двигателями, автоматическая смена решеток и фильтров	Потенциометрический датчик	-
ИКС-31	4000–400 см ⁻¹	Электромеханический привод сканированием	Самопишущий потенциометр ЛКС-4	-
ИКС-40	4200–400 см ⁻¹	Программное управление измерениями	Монитор, принтер	“Электроника” МС-0511
КР-спектрометры				
ДФС-24	25000–11800 см ⁻¹ (400–850 нм)	Электромеханическая развертка	Самопишущий потенциометр КСП-4	-
ДФС-52	25000–12000 см ⁻¹	Программное управление измерениями	Монитор, принтер	“Электроника” МС-0507
УВИ-спектрофотометры				
СФ-8	190–2500 нм	Электромеханическая развертка	Запись спектра на калиброванных бланках	-
СФ-18	400–750 нм	Электромеханическая развертка, электронная растяжка шкалы	Запись спектра на калиброванных бланках	-
СФ-20	190–2500 нм	Электромеханическая развертка, авто-матическая смена решеток, фильтров и ширины щели	Запись спектра на калиброванных бланках	-
СФ-26	186–1100 нм	Ручной выбор аналитической длины волны	Стрелочный индикатор (цифровой вольтметр)	-
СФ-28	350–750 нм	ПЭВМ для управления сканированием, шириной щели и обработки информации	Монитор, принтер	“Электроника” МС-0903
СФ-46	190–1100 нм	Автоматическая смена фильтров, встроенный микропроцессор для измерений и выбора аналитической длины волны	Цифровая индикация	Микропроцессор “Электроника” МС-2703
СФ-56	190–1100 нм	Программное управление измерениями	Монитор, принтер	“Электроника” БК-0010-10
Люминесцентные спектрометры				
СДЛ-1	200–6000 нм	Электромеханическая развертка	Самопишущий потенциометр КСП-4	-
СДЛ-2	200–3300 нм	Программное управление измерениями	Монитор, принтер	Д-3-28; ДВК-3
Оптико-электронные модули				
КСВУ	200–1200 нм	Программное управление измерениями	Монитор, принтер	“Электроника” МС-0507
Моно-хроматор МДР-41	200–2500 нм	Однокристалльная микроЭВМ для автоматизации сканирования и смены фильтров	Цифровая индикация текущей длины волны	Стандартный интерфейс типа ИРСР

также через интерфейс SPI. Часть каналов ЦАП зарезервирована для управления блоком питания источника света и током в обмотках шаговых двигателей.

Программируемое управляющее напряжение, поступающее в блок высокого напряжения (0–15 В), обеспечивает напряжение на выходе блока 0–2000 В.

Кроме того, в блоке контроллера предусмотрено размещение, по требованиям пользователя, расширенного набора аппаратных средств: дополнительных силовых ключей для управления шаговыми двигателями переключения светофильтров и других исполнительных устройств; приемно-усилительных трактов, реализующих прием и обработку измеряемых сигналов с фотоприемников в режимах счета одиночных фотонов, синхронного и пикового детектора; программно-аппаратных устройств коррекции и стабилизации мощности источника оптического излучения и пр. При этом каждый модуль расширяет функции микроконтроллера, поэтому какая-либо общая шина не требуется.

Используемые решения позволяют:

- создавать практически любые СВК целевого назначения на базе любых готовых оптических узлов;
- осуществлять дооснащение и трансформацию первично созданных СВК без каких-либо принципиальных конструктивных изменений электронных узлов;
- без существенных материальных затрат осуществлять модернизацию морально устаревшей аппаратуры.

Все это вместе взятое обеспечивает резкое снижение себестоимости экспериментальных работ.

Программное обеспечение АРМ “Спектроскопист” отличается принципом построения, основанным на иерархической сис-

теме баз данных. При этом вся служебная информация, в том числе и описание условий измерений, сохраняется отдельно от результатов измерений, но имеет с ними органическую связь и остается доступной для пользователя. Такой подход существенно экономит ресурсы памяти, особенно при проведении однотипных серийных измерений.

В составе пакета программного обеспечения АРМ “Спектроскопист”:

- приложение–оболочка, являющаяся ядром системы;
- база данных SpectrOptions, содержащая настройки прибора и другую служебную информацию;
- неограниченное число пользовательских баз данных, предназначенных для архивирования результатов измерений. Каждая база данных может содержать сколько угодно таблиц результатов индивидуальных измерений;
- подсистема защиты от копирования;
- подсистема резервного копирования.

В главное меню программы входят пункты:

- настройки прибора, куда заносится информация о параметрах монохроматоров, типах установленных решеток, ширине щелей и пр.;
- управления прибором, где осуществляется установка рабочих режимов измерений (режима сканирования и коэффициентов усиления, коррекция длины волны, установка смещения нуля усилителя и т.п.);
- сервис-диалоговый монитор контроллера прибора для тестирования, коррекции параметров текущей серии измерений, коррекции списка персонала;
- спектров – работа с альбомами и сериями. Этот пункт обеспе-

чивает вызов результатов измерений из базы данных для дальнейшей работы с ними, экспорт в необходимый формат и т.д.;

- пункт о программе – информация о разработчиках программы.

База данных системы состоит из двух частей – постоянной, с алиасом SpectrOptions, в которой содержатся данные настройки системы и ссылки на результаты всех измерений, имеющиеся в архиве, и переменной, создаваемой пользователем средствами системы в процессе проведения измерений.

Базы данных, создаваемые пользователем, состоят из таблиц, содержащих информацию только о соотношении между длиной волны (первый столбец таблицы) и интенсивностью (все последующие ее столбцы). Информация об условиях измерений, формирующаяся при выполнении пунктов главного меню, поступает и сохраняется в постоянной части базы данных.

Программное обеспечение АРМ “Спектроскопист” в совокупности с блоком контроллера ЮЕD обеспечивает управление спектральными комплексами в режимах:

- устройства для измерения интенсивности источников оптического излучения. При этом обеспечивается регистрация как сверхслабых световых сигналов (с использованием режима счета одиночных фотонов), так и мощных световых импульсов (в режиме пикового детектора);
- спектрофотометра с автоматической коррекцией базовой линии;
- спектрометра для измерения спектров комбинационного рассеяния света и тонкоструктурных спектров люминесценции при возбуждении как непрерывными, так и импульсными лазерными источниками;
- спектрофлуориметра, включающего режимы измерения спектров возбуждения, испускания и синхронного сканирования.

Обеспечена также регистрация трехмерных спектров возбуждения-испускания – метода, эффективно использующегося в современной аналитической практике [6].

Все режимы обеспечивают преобразование результатов измерений в виде базы данных “Парадокс” непосредственно в ходе эксперимента. Хранящиеся в базе экспериментальные данные имеют перекрестный набор поисковых признаков и без труда могут быть использованы для необходимых преобразований стандартными графическими пакетами.

ЛИТЕРАТУРА

1. Сильверстейн Р., Басслер Г., Моррилл Т. Спектрометрическая индикация органических соединений. – М.: Мир, 1977.
2. Beyerman K. Organic Trace Analysis. –New York: Halsted Press, 1982.
3. Юденфренд С. Флуоресцентный анализ в биологии и медицине. – М.: Мир, 1965.
4. Божевольнов Е.А. Люминесцентный анализ неорганических веществ. – М.: Химия, 1966.
5. Свердлова О.В. Электронные спектры в органической химии. – Л.: Химия, 1985.
6. Пат. RU2150699 РФ.// В.В. Некрасов, Н.М. Сурин, Д.Р. Гасанов. – Бюл. № 16, 2000.
7. Золотов Ю.А. – Российский химический журнал, 1994, т. 38, № 1, с. 6.
8. Москалева Н.С., Фалык Т.К. – Практическое руководство по молекулярной спектроскопии. – Спб., 1995, с. 194.
9. Малый А.В., Сандлер Г.Ю. – Там же, с. 187.
10. Хоровиц П., Хилл У. Искусство схемотехники. – М.: Мир, 1986.