



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104914059 B

(45)授权公告日 2017.12.22

(21)申请号 201510305564.0

审查员 顾小勇

(22)申请日 2015.06.04

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 104914059 A

(43)申请公布日 2015.09.16

(73)专利权人 中国科学院上海应用物理研究所

地址 201800 上海市嘉定区嘉罗公路2019号

(72)发明人 苏涛 张鹏 刘洪涛 程进辉

姚思德 谢雷东 侯惠奇

(74)专利代理机构 上海智信专利代理有限公司

31002

代理人 邓琪

(51)Int.Cl.

G01N 21/31(2006.01)

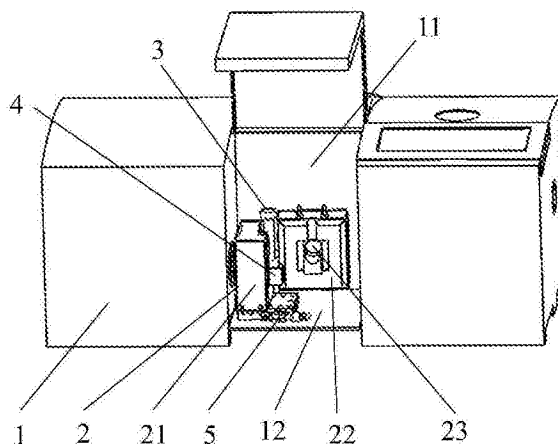
权利要求书1页 说明书4页 附图2页

(54)发明名称

一种吸收光谱仪

(57)摘要

本发明提供一种吸收光谱仪,包括:提供光源和检测器的光谱仪主机,样品池,还包括:加热炉,所述加热炉上具有允许光线穿过的光学视窗;样品池包括用于容置待测样品的样品池主体,该主体具有倒“T”形,包括:横向延伸的通光通道,以及垂直于该通光通道延伸的辅助通道,所述通光通道的两侧通过窗片封闭,所述辅助通道的末端安装有通气塞;其中,所述样品池的窗片,加热炉的光学视窗,以及由所述光源发出的光束的中心一致。本发明提供的光谱仪通过增设加热炉以及对样品池进行改进,不仅实现了对温度高达500℃以上且具有腐蚀性的样品的吸收光谱的测定,并且具有安全性好,可操作性强,适用范围广等优点。



1. 一种吸收光谱仪,用于测量500℃以上的高温条件下氟化熔盐的吸收光谱,包括:提供光源和检测器的光谱仪主机,样品池;其特征在于,还包括:

用于对待测样品升温的加热炉,所述加热炉提供用于容置所述样品池的密闭空间,所述加热炉上具有允许光线穿过的光学视窗;

其中,样品池包括用于容置待测样品的样品池主体,所述样品池主体具有倒“T”形,包括:横向延伸的通光通道,以及垂直于该通光通道延伸并具有从所述加热炉的顶端延伸至外侧的末端的辅助通道,所述通光通道的两侧通过窗片封闭,所述辅助通道的末端安装有通气塞;还包括与所述通气塞的另一端连接的带有第一针阀的进气管和带有第二针阀的出气管,所述第二针阀与真空泵连接;其中,所述样品池主体的通光通道以及辅助通道由不锈钢或镍基合金构成,所述窗片由单晶SiC或蓝宝石构成;以及

设置在所述加热炉内部的用于支撑样品池的样品池支架,所述样品池支架由不锈钢板材形成,包括:从下往上并向内倾斜延伸具有三角形截面形状的下半部分,以及紧接下半部分又向外弯曲延伸具有与样品池的通光通道的轮廓相适应的上半部分;其中,所述样品池的窗片,加热炉的光学视窗,以及由所述光源发出的光束的中心一致。

2. 根据权利要求1所述的吸收光谱仪,其特征在于,所述吸收光谱仪还包括与所述第一针阀连接的用于充入惰性气体的惰性气体存储装置。

3. 根据权利要求1所述的吸收光谱仪,其特征在于,所述样品池主体由第一密封圈,窗片,第二密封圈以及环形螺帽由里而外分别固定在通光通道的两侧组装而成。

4. 根据权利要求1所述的吸收光谱仪,其特征在于,所述加热炉提供为箱式炉或管式炉,实现对所述样品池的程序升温以及程序降温。

5. 根据权利要求4所述的吸收光谱仪,其特征在于,所述加热炉采用两开式设计,包括:镜像对称的左半部分和右半部分,前方通过手动夹进行开合,后方通过铰链连接。

6. 根据权利要求1所述的吸收光谱仪,其特征在于,所述样品池的通光通道和辅助通道,以及样品池支架的上半部分分别具有圆形的横截面形状。

7. 根据权利要求1所述的吸收光谱仪,其特征在于,所述吸收光谱仪还包括:固定于所述加热炉底部使所述加热炉在光束的方向可移动的移动平台。

## 一种吸收光谱仪

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种用于吸收光谱测定的仪器装置技术领域,尤其涉及一种吸收光谱仪。

### 背景技术

[0002] 熔盐由于其优良的热物性和传蓄热性能在太阳能和核能领域得到了广泛的应用。氟锂铍熔盐由于其优异的传热性能和中子特性被选定为熔盐堆(六个四代堆型之一)一回路冷却剂,其光学性质——摩尔吸收系数对堆的安全性起到关键性的作用。在堆安全性设计过程中,考虑到发生卡泵事故时,堆芯冷却剂氟锂铍熔盐处于滞止状态,石墨燃料球处于熔盐包围之中,最高温度可能在800-1600℃之间。堆芯内石墨燃料球之间除了热传导传热之外,还可以通过热辐射的方式进行传热,在这其中,熔盐不仅作为热传导的介质,还对热辐射起到一定的“阻碍”作用。而,要想精确的知道熔盐的“阻碍”作用,必须获悉熔盐在特定波段的摩尔吸收系数。通过黑体热辐射计算公式可以模拟石墨燃料球在800-1600℃温度范围的热辐射谱,结果表明其热辐射能量(95%以上)主要分布在700-5000nm波长范围内。吸收光谱法是获得物质摩尔吸收系数的一种重要手段,因此,只需测定700-5000nm波长范围内氟锂铍熔盐的吸收光谱就可以确定其在该波段的摩尔吸收系数,但是标准仪器无法获得高温(500℃)条件下物质的吸收光谱,尤其是具有强腐蚀性的氟化熔盐。

### 发明内容

[0003] 本发明的目的是提供一种吸收光谱仪,从而解决现有技术中的光谱仪不能测定高温流体吸收光谱的缺陷。

[0004] 为了解决上述技术问题,本发明采用以下技术方案:

[0005] 提供一种吸收光谱仪,包括:提供光源和检测器的光谱仪主机,样品池;还包括:用于对所述待测样品升温的加热炉,所述加热炉提供用于容置所述样品池的密闭空间,所述加热炉上具有允许光线穿过的光学视窗;其中,所述样品池包括用于容置待测样品的样品池主体,所述样品池主体具有倒“T”形,包括:横向延伸的通光通道,以及垂直于该通光通道延伸并具有从所述加热炉的顶端延伸至外侧的末端的辅助通道,所述通光通道的两侧通过窗片封闭,所述辅助通道的末端安装有通气塞;其中,所述样品池的窗片,加热炉的光学视窗,以及由所述光源发出的光束的中心一致。

[0006] 所述样品池还包括:与所述通气塞的另一端连接的带有第一针阀的进气管和带有第二针阀的出气管,所述第二针阀与真空泵连接。

[0007] 所述吸收光谱仪还包括与所述第一针阀连接的用于充入惰性气体的惰性气体存储装置。

[0008] 为了达到耐高温和耐腐蚀的目的,样品池主体由不锈钢或镍基合金等耐高温、腐蚀金属材料组成,窗口材料由单晶SiC、蓝宝石等可透过可见及红外光且耐高温、腐蚀的材料加工定制而成。由于单晶SiC、蓝宝石价格昂贵且不易机械加工成型,因此本发明采取

的解决方案是主体部分使用不锈钢或镍基合金等金属材质,透光部分采用单晶SiC或蓝宝石窗片材料。这样分开组装的设计带了密封问题,为了解决这一问题,我们在窗片前后各增加一个柔性石墨垫圈。

[0009] 所述样品池由第一密封圈,窗片,第二密封圈以及环形螺帽由里而外分别固定在通光通道的两侧组装而成。

[0010] 所述加热炉提供为箱式炉或管式炉,实现对所述样品池的程序升温以及程序降温。

[0011] 为了满足样品池能够自由进出的需求,所述加热炉采用两开式设计,包括:镜像对称的左半部分和右半部分,前方通过手动夹进行开合,后方通过铰链连接。

[0012] 所述吸收光谱仪还包括设置在所述加热炉内部的用于支撑样品池的样品池支架,所述样品池支架由不锈钢板材形成,包括:从下往上并向内倾斜延伸具有三角形截面形状的下半部分,以及紧接下半部分又向外弯曲延伸具有与样品池的通光通道的轮廓相适应的上半部分。

[0013] 所述样品池的通光通道和辅助通道,以及样品池支架的上半部分分别具有圆形的横截面形状。

[0014] 为了使加热炉左右的中心与光谱仪光路聚焦中心一致,所述吸收光谱仪还包括:固定于所述加热炉底部使所述加热炉在光束的方向移动的移动平台。

[0015] 样品池要满足可以抽真空或充惰性气体的需要,而且透光部分需放进加热炉内,加热炉需放进标准光谱仪样品仓内,而受样品仓空间所限,加热炉的体积需要非常小巧,相应的也要求样品池的体积小,而且也要满足可以自由进出样品池的要求,因此,样品池和加热炉的设计是最重要的。

[0016] 本发明所提供的光谱仪的工作原理如下:

[0017] 由光源发出的聚焦光(强度定义为 $I_0$ )作用于经加热炉加热的样品池中的高温熔融盐,部分光线透过高温熔融盐到达检测器,强度定义为 $I_t$ 。则,透过率 $T = I_t/I_0$ ,根据比尔-郎伯(Lambert-Beer)定律,可知, $A = -\lg T = \lg I_0/I_t = abc$ ( $A$ ,吸光度; $a$ ,摩尔吸收系数; $b$ ,光程; $c$ ,物质浓度)。由于光源发出的光为一连续谱,因此,通过光谱仪可以得到一定波段内的每一波数对应的透过率或吸光度,对特定波段进行积分,即可得到该波段内的摩尔吸收系数。

[0018] 本发明所提供的吸收光谱仪相对现有技术主要具有以下有益效果:

[0019] (1) 本发明通过增设加热系统以及配套设计的样品池,克服了常规吸收光谱仪只能测定 $300^\circ\text{C}$ 以下温度范围内流体吸收光谱的缺陷,实现了对温度达到 $300^\circ\text{C}$ 以上,甚至 $1000^\circ\text{C}$ 以上的流体的吸收光谱的测定;

[0020] (2) 本发明还通过对样品池材质的优化,以及结构的改进,提供了一种耐高温、耐腐蚀、液密的、结构稳定又安全的样品池,不仅能经受加热系统对其 $300^\circ\text{C}$ 以上的加热,而且还能耐受高腐蚀性的氟锂铍熔融盐;

[0021] (3) 还通过在样品池通气塞上增加进气和出气管实现抽真空操作和充惰性气体,避免特殊样品,特别是熔盐样品吸潮后易于产生气泡而影响测量的准确性;

[0022] (4) 通过将加热炉设计成二开式结构,有利于样品池的自由放进和取出;

[0023] (5) 通过在加热炉炉膛增加一个样品池支架,可以实现样品池方便稳定的放置,大

大提高了操作的准确性；

[0024] (6) 本发明提供的吸收光谱仪不仅可用于测定高温熔融盐的浊度,还可以检测其它高温流体的吸收光谱,例如超临界水、高温导热油等,当然更可以测定常温液体的吸收光谱；

[0025] (7) 本发明还可以设计多种光程(2-20mm)的样品池,从而实现对摩尔吸收系数较大范围内物质吸收光谱的测定。

### 附图说明

[0026] 图1是根据本发明的一个优选实施例的吸收光谱仪的立体图；

[0027] 图2是根据本发明的一个优选实施例的装有样品池的加热炉的剖面图；

[0028] 图3是根据本发明的一个优选实施例的样品池的爆炸图；

[0029] 图4是根据本发明的一个优选实施例的样品池支架的左视图。

### 具体实施方式

[0030] 以下结合具体实施例,对本发明做进一步说明。应理解,以下实施例仅用于说明本发明而非用于限制本发明的范围。

[0031] 如图1-图2所示,是根据本发明的一个优选实施例的吸收光谱仪,该吸收光谱仪建立在标准光谱仪基础之上,增加了加热炉以及对样品池进行了改进。主要包括:提供光源和检测器(图未示出)的光谱仪主机1,加热炉2,样品池3,样品池支架4,移动平台5。

[0032] 其中,光谱仪主机1为德国布鲁克(Bruker)公司产品,该光谱仪主机1具有一定大小的样品仓11,用来容纳加热炉2。为了使样品可以达到500℃以上高温,加热炉是必须的。该加热炉2提供为箱式炉,用于实现对所述样品池的程序升温以及程序降温。在本实施例中,该加热炉2采用两开式设计,包括:镜像对称的左半部分21和右半部分22,前方通过手动夹进行开合,后方通过铰链连接,图1所示的结构中右半部分22为打开状态,以便于样品池3放置于该加热炉2内。如图2所示,左半部分21和右半部分22上还分别具有光学视窗23,该光学视窗23通过视窗压板24以及螺丝固定。炉膛25采用氧化铝保温材料,炉壳26为不锈钢材质。

[0033] 如图3所示,是根据本发明的一个优选实施例的样品池3,该样品池3主要包括样品池主体31,进气管32,出气管33,通气塞34,第一针阀35以及第二针阀36。其中,样品池主体31具有大致的倒“T”形,包括:横向延伸的通光通道311,以及垂直于该通光通道311延伸的辅助通道312,其中,通光通道311的两端分别由第一密封圈313,窗片314,第二密封圈315以及环形螺帽316由里而外通过螺纹连接,辅助通道312的末端通过第三密封圈317与一通气塞34连接。带有第一针阀35的进气管32和带有第二针阀36的出气管33则分别连接至通气塞34的另一侧。

[0034] 优选地,所述样品池主体31的通光通道311以及辅助通道312由不锈钢或镍基合金等耐高温、耐腐蚀金属材质构成,所述窗片314由单晶SiC或蓝宝石等可透过可见光及近红外光且耐高温、耐腐蚀的材料加工定制而成。

[0035] 优选地,第一密封圈313和第二密封圈315由柔性石墨材料制成。

[0036] 由于特殊高温样品,尤其是熔盐,在熔融后由于吸潮而易于产生大量气泡,从而影

响测量结果;因此,为了消除气泡的影响,将与进气管32连接的第一针阀35关闭,与出气管33连接的第二针阀36打开,并连接真空泵(图未示出),即可对样品池3进行抽真空。实验表明,该操作可以极大的消除熔融盐中的气泡,从而保证实验结果的准确性。

[0037] 优选地,还可同时将第一针阀35和第二针阀36打开,并打开与所述第一针阀35连接的惰性气体存储装置(图未示出),从而向样品池3内充入惰性气体。回到图2,当样品池3放入到加热炉2中时,通光通道311两侧的窗片314和加热炉2上的光学视窗对齐,更优选地,样品池3的窗片314,加热炉2的光学视窗23,以及由光源发出的光束的中心一致。辅助通道312则从加热炉2的顶端伸出,用于向样品池内部装填熔融盐,或者连接抽真空装置或惰性气体储存装置。

[0038] 优选地,所述吸收光谱仪还包括设置在加热炉2内部的用于支撑样品池的样品池支架4,如图4所示,所述样品池支架4由不锈钢板材加工成形,包括:从下往上并向内倾斜延伸具有三角形截面形状的下半部分41,以及紧接下半部分41又向外弯曲延伸具有与样品池3的通光通道311的轮廓相适应的上半部分42。其中,上半部分42用于卡紧样品池3的通光通道311,下半部分41用于提供支撑。

[0039] 优选地,所述样品池3的通光通道311和辅助通道312,以及样品池支架4的上半部分42分别具有圆形的横截面形状。

[0040] 优选地,所述吸收光谱仪还包括:通过螺丝固定于所述加热炉2的底部和光谱仪主机1的底板12之间,使所述加热炉2在光束的方向上移动的移动平台5。其为一个标准的光学移动平台,整个行程为15mm,移动误差小于正负1mm。

[0041] 根据本发明所提供的上述优选实施例的吸收光谱仪,其测量方法如下:

[0042] 第一步:首先将空的样品池3放置进加热炉2;开启加热炉2对空的样品池3进行加热,直至目标温度600℃,进而保温10min;使整个样品池3受热均匀后;通过安装在电脑上的光谱采集软件采集此时的光谱信号,作为背景光谱, $I_0$ ;该操作结束后,将样品池3从加热炉2中取出,等待其冷却至常温。

[0043] 第二步,将纯氟锂钠钾熔盐样品装入冷却至常温的样品池3送入加热炉2内;打开真空泵,使炉膛25内达到一定的真空度(此例为500Pa),随后,重复第一步中其余各项操作,将此时采集的光谱信号记录为 $I_t$ ,光谱采集软件会自动将其转换成透过率和吸光度,直接显示在电脑显示器上。

[0044] 该光谱仪的工作原理如下:光源所发出的光照向样品池3,受样品池3中的样品影响部分光被样品吸收,部分光透过样品,达到光谱仪末端的检测器并被收集,经光电转换器转换成电信号输出,最后,根据比尔郎伯定律( $A = -\lg T = \lg I_0 / I_t = abc$ , $A$ ,吸光度; $a$ ,摩尔吸收系数; $b$ ,光程; $c$ ,物质浓度)得出流体的吸收光谱。其中,检测器对该光谱信号的转换以及光谱的计算均为现有技术,应当理解为本领域技术人员的公知常识。

[0045] 以上所述的,仅为本发明的较佳实施例,并非用以限定本发明的范围,本发明的上述实施例还可以做出各种变化。即凡是依据本发明申请的权利要求书及说明书内容所作的简单、等效变化与修饰,皆落入本发明专利的权利要求保护范围。本发明未详尽描述的均为常规技术内容。

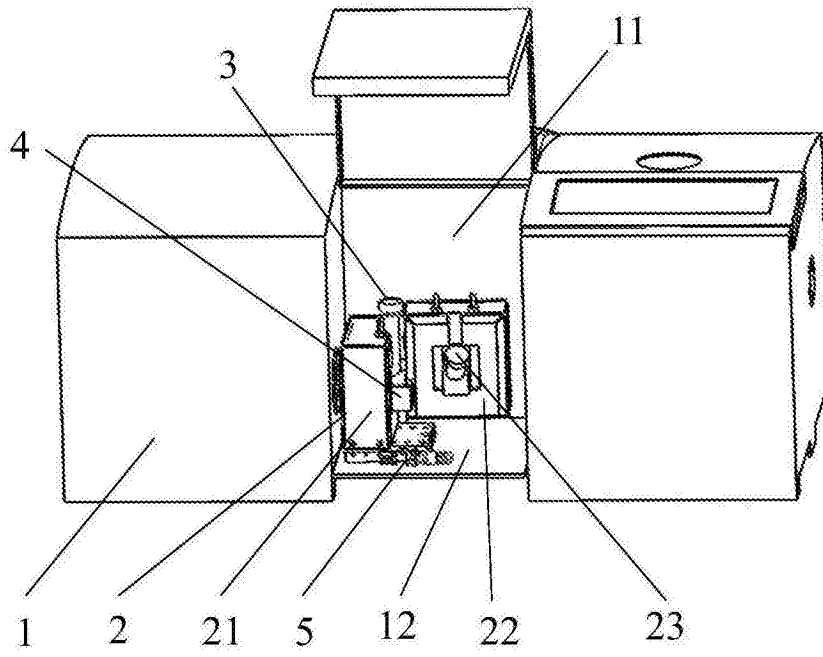


图1

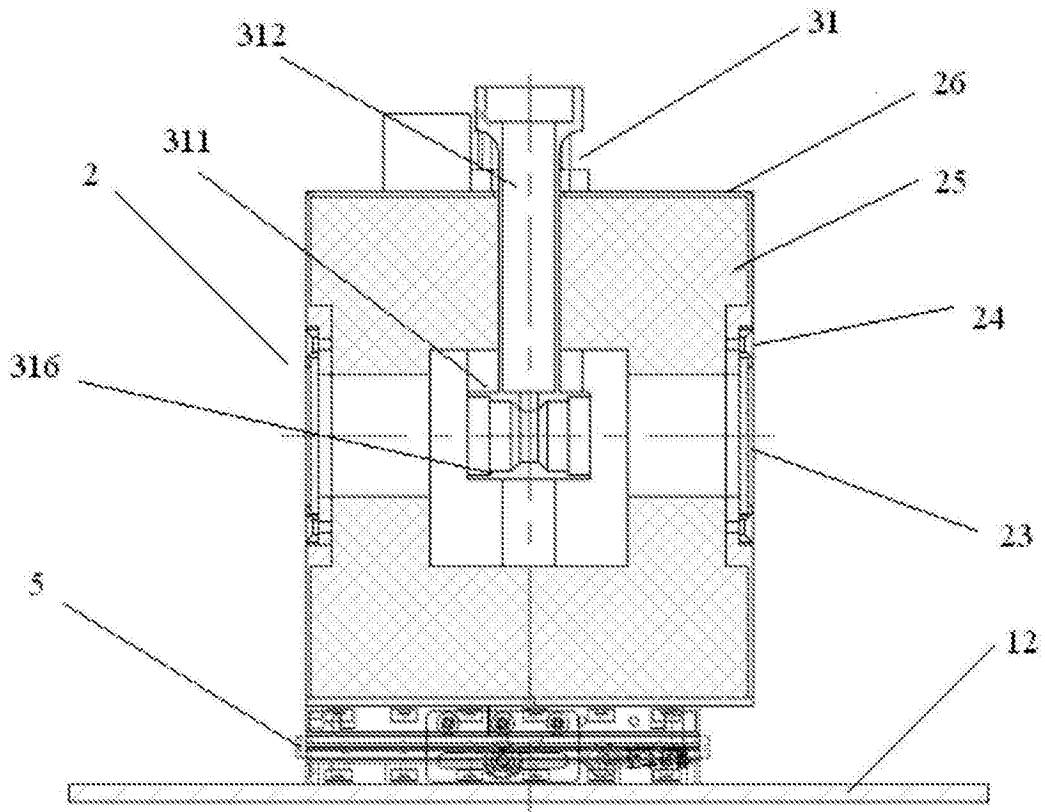


图2

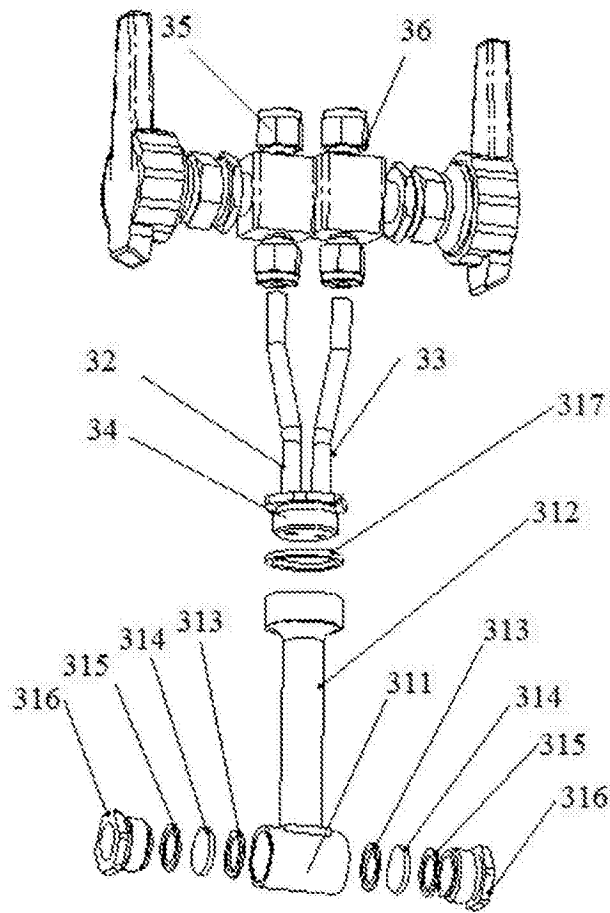


图3

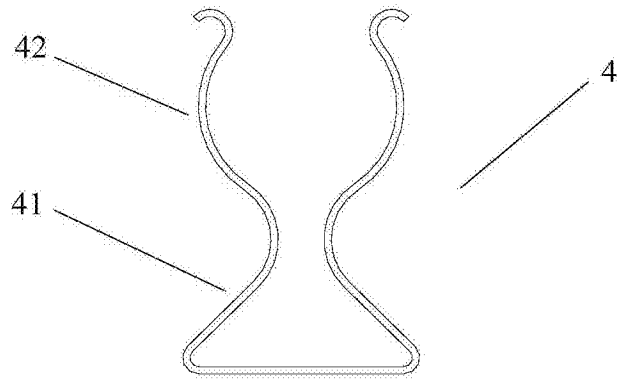


图4