



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 03127693.8

[43] 公开日 2004 年 11 月 3 日

[11] 公开号 CN 1542433A

[22] 申请日 2003.8.14 [21] 申请号 03127693.8
[71] 申请人 中国科学院长春光学精密机械与物理研究所
地址 130022 吉林省长春市人民大街 140 号
[72] 发明人 张 军 朴仁官 陈星旦 芦永军
朱文煜 王晓舒

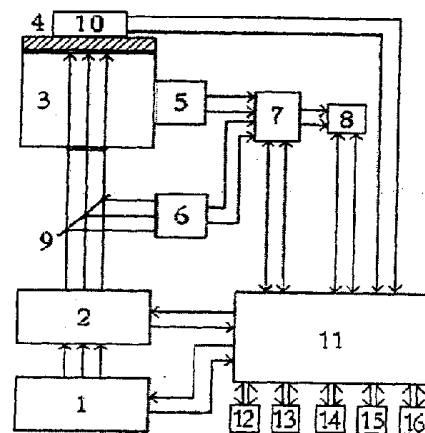
[74] 专利代理机构 长春科宇专利代理有限责任公
司
代理人 梁爱荣

权利要求书 3 页 说明书 9 页 附图 1 页

[54] 发明名称 利用近红外光谱测量固体物质成分含量的装置

[57] 摘要

本发明涉及用近红外光谱分析技术来获取固体物质(含有机组分)中成分含量的装置。包括光源 1、分光系统 2、漫散射光收集系统 3、样品 4、光电传感器 5、参考光电传感器 6、放大器 7、A/D 转换器 8、分束镜 9、温度传感器系统 10、控制模块 11、光谱数据寄存器 12、温度寄存器 13、定标参数寄存器 14、计算模块 15、结果输出模块 16。本发明测量时没有移动部件,解决分光器件转动、测量时间长、反射镜挡光、样品不均匀造成的光谱重复性差等问题。本发明提高了检测精度,保证样品在整个光谱区的信息量丰富,可同时获取样品的多种成分及含量。本发明解决了被测样品温度与定标样品温度不同时,测量结果不准的问题。



1、利用近红外光谱测量固体物质成份含量的装置，包括光源(1)、样品(4)、放大器(7)、A/D 转换器(8)，其特征在于还包括有：分光系统(2)、漫散射光收集系统(3)、光电传感器(5)、参考光电传感器(6)、分束镜(9)、温度传感器系统(10)、控制模块(11)、光谱数据寄存器(12)、温度寄存器(13)、定标参数寄存器(14)、计算模块(15)、结果输出模块(16)，光源(1)在分光系统(2)的前面；在光源(1)和分束镜(9)之间安置分光系统(2)；分束镜(9)的入射面与分光系统(2)的出射面相对放置，又与参考光电传感器(6)的接受面相对放置；分束镜(9)与样品(4)之间放置漫散射光收集系统(3)；样品(4)的接受面与漫散射光收集系统(3)相对放置；光电传感器(5)位于漫散射光收集系统(3)中间；光电传感器(5)的接受面与样品(4)的接受面的夹角 α 为 $90^\circ \leq \alpha \leq 135^\circ$ ；温度传感器系统(10)在样品(4)的中间放置；放大器(7)的输入端分别与光电传感器(5)、参考光电传感器(6)的输出端相连接，放大器(7)的输出端与 A/D 转换器(8)的输入端相连；A/D 转换器(8)的输出端与控制模块(11)的 I/O 口相连；温度传感器系统(10)的输出端与控制模块(11)的另一个 I/O 口相连；控制模块(11)还分别控制光源(1)和分光系统(2)，控制模块(11)还与光谱数据寄存器(12)、温度寄存器(13)、定标参数寄存器(14)、计算模块(15)和结果输出模块(16)相连，光谱数据寄存器(12)、温度寄存器(13)和定标参数寄存器(14)用于光谱数据、温度数据和定标参数的存储，计算模块(15)用于建立定标模型、计算样品的成份含量，结果输出模块(16)用于成份含量结果的显示及打印。

2、利用近红外光谱测量固体物质成份含量的装置，包括光源(1)、样品(4)、放大器(7)、A/D 转换器(8)，其特征在于还包括有：分光系统(2)、漫散射光收集系统(3)、光电传感器(5)、温度传感器系统(10)、控制模块(11)、光谱数据寄存器(12)、温度寄存器(13)、定标参数寄存器(14)、计算模块(15)、结果输出模块(16)，光源(1)与样品(4)的工作面相对放置；漫散射光收集系统(3)位于两个光源(1)的中间，分光系统(2)的工作面与样品(4)的工作面之间放置漫散射光收集系统(3)；漫散射光收集系统(3)的接收面与样品(4)的工作面相对；分光系统(2)的工作面与漫散射光收集系统(3)的出射面相对，又与光电传感器(5)的接收面相对；光电传感器(5)的接收面与分光器件(2)的出射光中轴线方向垂直；温度传感器系统(10)在样品(4)的中间放置；放大器(7)的输入端与光电传感器(5)的输出端相连接，放大器(7)的输出端与A/D 转换器(8)的输入端相连；A/D 转换器(8)的输出端与控制模块(11)的I/O 口相连；温度传感器系统(10)的输出端与控制模块(11)的另一个 I/O 口相连；控制模块(11)还分别控制光源(1)和分光系统(2)，控制模块(11)还与光谱数据寄存器(12)、温度寄存器(13)、定标参数寄存器(14)、计算模块(15)和结果输出模块(16)相连，光谱数据寄存器(12)、温度寄存器(13)和定标参数寄存器(14)用于光谱数据、温度数据和定标参数的存储，计算模块(15)用于建立定标模型、计算样品的成份含量，结果输出模块(16)用于成份含量结果的显示及打印。

3、利用近红外光谱测量固体物质成份含量的装置，包括光源(1)、样品(4)、放大器(7)、A/D 转换器(8)，其特征在于还包括有：分光系统(2)、漫散射光收集系统(3)、光电传感器(5)、温度传感器系统(10)、控制模块(11)、

光谱数据寄存器(12)、温度寄存器(13)、定标参数寄存器(14)、计算模块(15)、结果输出模块(16)，分光系统(2)的入射面紧贴光源(1)的出射面放置；分光系统(2)的出射面与样品(4)的工作面相对放置；漫散射光收集系统(3)位于多个光源(1)的中间，光电传感器(5)的接受面与样品(4)的工作面之间放置漫散射光收集系统(3)；漫散射光收集系统(3)的接收面与样品(4)的工作面相对；光电传感器(5)的接受面与漫散射光收集系统(3)的出射面相对；温度传感器系统(10)在样品(4)的中间放置；放大器(7)的输入端与光电传感器(5)的输出端相连接，放大器(7)的输出端与 A/D 转换器(8)的输入端相连；A/D 转换器(8)的输出端与控制模块(11)的 I/O 口相连；温度传感器系统(10)的输出端与控制模块(11)的另一个 I/O 口相连；控制模块(11)还分别控制光源(1)和分光系统(2)，控制模块(11)还与光谱数据寄存器(12)、温度寄存器(13)、定标参数寄存器(14)、计算模块(15)和结果输出模块(16)相连，光谱数据寄存器(12)、温度寄存器(13)和定标参数寄存器(14)用于光谱数据、温度数据和定标参数的存储，计算模块(15)用于建立定标模型、计算样品的成份含量，结果输出模块(16)用于成份含量结果的显示及打印。

利用近红外光谱测量固体物质成份含量的装置

技术领域：本发明涉及一种对含有机组份的固体物质成份及含量的分析技术，特别是涉及一种使用近红外光谱分析技术来获取固体物质（含有机组分）中成份含量的装置。

背景技术：

例如在测量煤的水、挥发份、灰份和固定炭等成份时，一般采用取定量煤样品，逐级加热称量，最后计算获得各种成份的含量，发热量是采用燃烧的方法获得。测量时间长，费时费力，且不能及时获得相关的工业分析指标。存在这种问题的原因是，煤的成份一直采用这种传统的方法测量，而国内近红外分析技术发展较晚，处于刚刚起步阶段。西北电力实验研究院使用两束红外光测量煤的水份，由于波长数量少，所以不能测量其他成份。

引证文件有：

- a) 原己树雄等,煤炭质量特性值的简便定量法,煤质技术,2002,(6), 50-50.
- b) 吴曙笛,火电厂燃煤在输送带上高精度水分连续监测新方法,西北电力技术,2002,30(1),38-44.
- c) 原己树雄等,煤炭质量特性值的简便定量法,材料与工艺(JPN),2000,13(6),1425-1428.
- d) 菅原敏等,近赤外線による石炭自動分析装置の開発,活力原子

力發電，2000，12（51），1718-1724（44-50）。

背景技术中(管原敏等)的方案包括：光源，分光器件，漫散射光收集系统，样品，光电传感器，放大器，A/D 转换器，计算机，反射镜。

光源在分光器件的前面；在光源后面和反射镜前面安置分光系统；在漫散射光收集系统的接受面和样品的接受面之间放置反射镜，反射镜的接受面既与样品的接受面相对，又与分光器件的出射面相对；样品的接受面与反射镜的接受面和漫散射光收集系统的接收面相对；漫散射光收集系统的接收面与反射镜的背面相对，在反射镜与光电传感器之间放置漫散射光收集系统；光电传感器的接受面与漫散射光收集系统的出射面相对；放大器连接在光电传感器与 A/D 转换器之间；A/D 转换器连接在放大器与计算机之间。

光源采用卤钨灯，分光器件采用滤波片分光，波长范围为 1000～2500nm。滤光片安装在转动的电机上。

本发明的详细内容：

为了解决上述背景技术中存在的：1.反射镜位于漫散射光收集系统与样品之间，使得样品的漫散射光有一部分被反射镜挡住，不能进入漫散射光收集系统，如果样品不很均匀，测量结果将不能完全反映样品的成份属性。2.分光器件需要转动则测量时间较长、易引入测量误差、在线测量可靠性减弱等问题。3.定标模型中没有考虑样品温度的影响，当被测样品温度与定标样品温度不同时，测量结果不准确。

本发明的目的是要提供一种测量时间短、操作简单、检测精度较高、可靠性高的利用近红外光谱分析固体物质（含有机组分）成份的装置。

本发明首先采集固体物质的近红外光谱，将近红外光谱与固体物质的温度、相应成份含量联系起来，建立稳定的数学模型，确保测量结果的准确性。

本发明技术方案包括：光源、分光系统、漫散射光收集系统、样品、光电传感器、参考光电传感器、放大器、A/D 转换器、分束镜、温度传感器系统、控制模块、光谱数据寄存器、温度寄存器、定标参数寄存器、计算模块、结果输出模块。

当分光系统采用声光滤波器结构时，光源在分光系统的前面；在光源和分束镜之间安置分光系统；分束镜的入射面与分光系统的出射面相对放置，又与参考光电传感器的接受面相对放置；分束镜与样品之间放置漫散射光收集系统；样品的接受面与漫散射光收集系统相对放置；光电传感器位于漫散射光收集系统中间；光电传感器的接受面与样品的接受面的夹角 α 为 $90^\circ \leq \alpha \leq 135^\circ$ ；温度传感器系统在样品的中间放置；放大器的输入端分别与光电传感器、参考光电传感器的输出端相连接，放大器的输出端与 A/D 转换器的输入端相连；A/D 转换器的输出端与控制模块的 I/O 口相连；温度传感器系统的输出端与控制模块的另一个 I/O 口相连；控制模块还分别控制光源和分光系统，控制模块还与光谱数据寄存器、温度寄存器、定标参数寄存器、计算模块和结果输出模块相连，光谱数据寄存器、温度寄存器和定标参数寄存器用于光谱数据、温度数据和定标参数的存储，计算模块用于建立定标模型和计算样品的成份含量。结果输出模块用于成份含量结果的显示及打印。

当分光系统采用光栅结构时：省去参考光电传感器、分束镜两个部件。

光源与样品的工作面相对放置；漫散射光收集系统位于两个光源的中间，分光系统的工作面与样品的工作面之间放置漫散射光收集系统；漫散射光收集系统的接收面与样品的工作面相对；分光系统的工作面与漫散射光收集系统的出射面相对，又与光电传感器的接收面相对；光电传感器的接收面与分光器件的出射光中轴线方向垂直；温度传感器系统在样品的中间放置；放大器的输入端与光电传感器的输出端相连接，放大器的输出端与A/D转换器的输入端相连。其余连接同上。

当分光系统采用滤光片结构时，省去参考光电传感器、分束镜两个部件。分光系统的入射面紧贴光源的出射面放置；分光系统的出射面与样品的工作面相对放置；漫散射光收集系统位于多个光源的中间，光电传感器的接受面与样品的工作面之间放置漫散射光收集系统；漫散射光收集系统的接收面与样品的工作面相对；光电传感器的接受面与漫散射光收集系统的出射面相对；温度传感器系统在样品的中间放置；放大器的输入端与光电传感器的输出端相连接，放大器的输出端与A/D转换器的输入端相连。其余连接同上。

本发明装置的工作过程：

当分光系统采用声光滤波器结构时，光源发出的光照射到分光系统，从分光系统出射的光被分束镜分成两束，一束光经过漫散射光收集系统并照到样品的接收面，样品的漫散射光被漫散射光收集系统收集后并由光电传感器检测光信号；另一束光直接被参考光电传感器接收。光电传感器和参考光电传感器将光信号转变成电信号，电信号被放大器放大，再经过A/D转换器转变成数字信号传给控制模块，控制模块将这些信号存入光谱

数据寄存器。温度传感器系统将样品的温度信号变成数字信号传给控制模块，控制模块将信号存入温度寄存器。控制模块将光谱数据寄存器中的光谱数据、温度寄存器中的温度数据和定标参数寄存器中的定标参数送入计算模块，计算模块计算后，数据结果送回控制模块，控制模块将数据结果送入结果输出模块显示打印。光源和分光系统由控制模块控制，监控光源发光是否正常，保证光源发光强度恒定，控制分光系统实现分光操作。

当分光系统采用光栅结构时，光源照射样品，漫散射光收集系统收集样品的漫散射光，并映射到分光系统上，分光系统分光后，光电传感器接受各个波长的光信号并变成电信号，其余工作方式与上述方式相同。

当分光系统采用滤光片结构时，光源发出的光照在分光系统上，分光系统出射的单色光照射样品，漫散射光收集系统收集样品的漫散射光，并映射到光电传感器上，其余工作方式与上述方式相同。

本发明的优点：

当分光系统采用声光滤波器时，改变电压可以得到不同频率的光，在测量过程中，整个装置没有移动部件，解决了分光器件转动、测量时间长的问题；漫散射光收集系统选择积分球结构，这种结构避免了反射镜档光的问题，尽可能多地接收到样品的漫散射光，同时解决了样品不均匀造成的样品光谱重复性差、测量结果不准的问题。分束镜和参考光电传感器结构获得的参考光为样品漫散射光提供了实时参比信号，也提高了检测精度。分光系统保证样品在整个光谱区的信息量丰富，因此可同时获取样品的多种成份及含量。温度传感器系统采集的温度数据作为定标模型的参数，解决了被测样品温度与定标样品温度不同时，测量结果不准的问题。

当分光系统采用光栅时，由于光电传感器采用阵列探测器，在测量过程中，整个装置没有移动部件，解决了分光器件转动、测量时间长的问題；漫散射光收集系统采用二元光学透镜，二元光学透镜口径可以设计得比较大，这种结构避免了反射镜挡光的问题，尽可能多地接收到样品的漫散射光，同时解决了样品的均匀性问题；温度传感器系统采集的温度数据作为定标模型的参数，解决了被测样品温度与定标样品温度不同时，测量结果不准的问题。

当分光系统采用滤光片时，由于滤光片直接粘在光源—发光二极管前面并固定成一体，整个装置没有移动部件，解决了分光器件转动的问题；由于光源的尺寸小，可以放置多个光源，多个单色光源照射样品，保证样品在整个光谱区的信息量丰富。温度传感器系统采集的温度数据作为温度定标模型的参数，解决了被测样品温度与定标样品温度不同时，测量结果不准的问题。

附图说明：

图 1 是本发明的原理框图也是摘要附图

图 2 和图 3 是实施例的示意图

具体实施方式

A：装置构成

本发明装置的使用温度范围是 4~40℃。

1) 实施方式一

如图 1 所示，光源 1 采用卤钨灯；分光系统 2 采用声光滤波器结构；漫散射光收集系统 3 采用积分球结构；样品 4 是固体物质（含有机组分）

如煤、纺织品、食品、药等。光电传感器 5 和参考光电传感器 6 可分别选择硅探测器、铟镓砷探测器或硫化铅探测器, 波长范围为 900nm~2500nm 等间隔或不等间隔。放大器 7 可分别采用 OPA11、OP27、OP37、PQA103、INA118、INA114 等型号的器件; A/D 转换器 8 可分别采用 ADS1211、ADS7807、AD7701、AD7731、AD7710、AD7670、AD7705、AD7730、AD7716 等型号的器件; 分束镜 9 采用 1mm 厚 SiO₂ 玻璃, 双面镀增透膜, 透过滤 98%; 温度传感器 10 采用镍铬镍铝、镍铬镍硅或热电偶传感器; 控制模块 11 可分别采用 89C51、89C196、DSP、TMS320、Intel Pentium II、Intel Pentium III、Intel Pentium IV 等 CPU 控制模块; 光谱数据寄存器 12、温度寄存器 13、定标参数寄存器 14 可分别采用 DS1230、62256 等 RAM; 计算模块 15 可分别采用 89C51、80487、80587 等协处理器; 结果输出模块 16 包括液晶显示器 (或 CRT 显示器)、激光打印机 (或喷墨打印机、针式打印机)。

光电传感器 5 的接受面与样品 4 的接受面的夹角 α 可分别选择为 90°、120°、135°; 温度传感器 10 将被测样品的温度 T 传给控制模块 11, T 的范围为 4~40℃; 光电传感器 5 测量样品在各个波长下的电信号, 经放大器、A/D 转换器后变为数字信号 V_{Si} , 并送入控制模块 11。参考光电传感器 6 测量参考光各个波长的电信号, 经放大器、A/D 转换器后变为数字信号 V_{Ri} , 并送入控制模块 11。控制模块 11 将 V_{Si} 、 V_{Ri} 送入计算模块 15, 计算模块 15 由下式计算样品在各个波长点的光谱吸收值:

$$A_i = \text{LOG}_{10}(V_{Ri}/V_{Si})$$

其中, i 为波长范围 900~2500nm 范围内等间隔或不等间隔的波长点。

$A_{900} \sim A_{2500}$ 的集合称为被测样品在 900~2500nm 波长范围的吸收光谱 A_i 。分别测定同类多种已知成份及含量 $C_{1 \sim k}$ 样品的吸收光谱 A_i 及样品温度 T 。应用数学、统计科学和化学计量学技术, 控制模块 11 将 A_i 存入光谱数据寄存器 12 中, 将 T 存入温度寄存器 13 中, 将 A_i 与 T 调入计算模块 15 运算并建立样品的成份及含量 $C_{1 \sim k}$ 与吸收光谱 A_i 及温度 T 间的定标模型 $f_{1 \sim k}: C_{1 \sim k} = f_{1 \sim k}(A_{900 \sim 2500}, T_{4 \sim 40})$, k 是样品的成份数($K=1, 2, 3, \dots$)。控制模块 11 将定标模型 $f_{1 \sim k}$ 存入定标参数寄存器 14 中。测量未知样品时, 首先将仪器和样品放好, 然后测量样品的吸收光谱 A_i 及温度 T , 最后控制模块 11 将定标模型 $f_{1 \sim k}$ 从定标参数寄存器 14 调入计算模块 15 中、计算模块 15 将吸收光谱 A_i 及温度 T 代入定标模型 $f_{1 \sim k}$ 中, 计算出该样品的成份及含量 $C_{1 \sim k}$, 如煤的水 (0.5~40%)、挥发份 (0.5~40%)、灰份 (0.5~40%)、活性炭 (0.5~40%); 纺织品的棉 (0~100%)、毛 (0~100%)、丝 (0~100%)、麻 (0~100%)、人造纤维 (0~100%); 食品的蛋白质 (0.5-50%)、脂肪 (0.5-50%)、淀粉 (0.5-50%)、水份 (0.5-50%) 等。控制模块 11 将计算出的成份及含量 $C_{1 \sim k}$ 在结果输出模块 16 中显示打印。

2) 实施方式二

如图 2 所示, 光源 1、放大器 7、A/D 转换器 8、温度传感器 10、控制模块 11、光谱数据寄存器 12、温度寄存器 13、定标参数寄存器 14、计算模块 15、结果输出模块 16 所使用的器件与实施例一相同。分光系统 2 采用光栅结构; 漫散射光收集系统 3 采用二元光学透镜结构; 光电传感器 5 采用硅阵列探测器或铟镓砷阵列探测器。

光源 1 的出射面与样品 4 的接受面的夹角 α 可选择为 30° 、 35° 、 45° ;

温度传感器 10 将被测样品的温度传给控制模块，光电传感器 5 检测的样品的各个波长的电信号经放大器、A/D 转换器后变为数字信号 V_{Si} ，并送入计算机。由下式计算样品在各个波长点的光谱吸收值，

$$A_i = \text{LOG}_{10}(1/V_{Si})$$

建立样品的成份及含量 $C_{1\sim k}$ 与吸收光谱 A_i 、温度 T 间的定标模型 $f_{1\sim k}$ 的方法与实施方式一相同。测量未知样品的方法与实施方式一相同。

3) 实施方式三

如图 3 所示，光源 1 采用发光二极管，分光系统 2 采用滤光片，漫散射光收集系统 3 采用二元光学透镜结构。光电传感器 5 可分别选择硅探测器、铟镓砷探测器或硫化铅探测器。放大器 7、A/D 转换器 8、温度传感器 10、控制模块 11、光谱数据寄存器 12、温度寄存器 13、定标参数寄存器 14、计算模块 15、结果输出模块 16 所使用的器件与实施方式一相同。分光器件 2 的出射面与样品 4 的接受面的夹角 α 可选择为 30° 、 35° 、 45° 。计算样品在各个波长点的光谱吸收值 A_i 的方法与实施方式二相同，建立样品的成份及含量 $C_{1\sim k}$ 与吸收光谱 A_i 、温度 T 间的定标模型 $f_{1\sim k}$ 的方法与实施方式一相同。测量未知样品的方法与实施方式一相同。

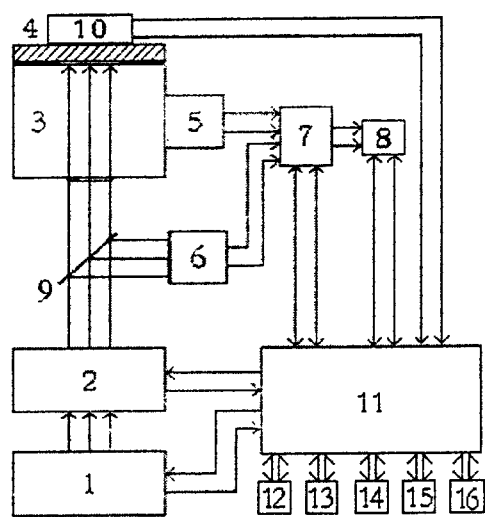


图 1

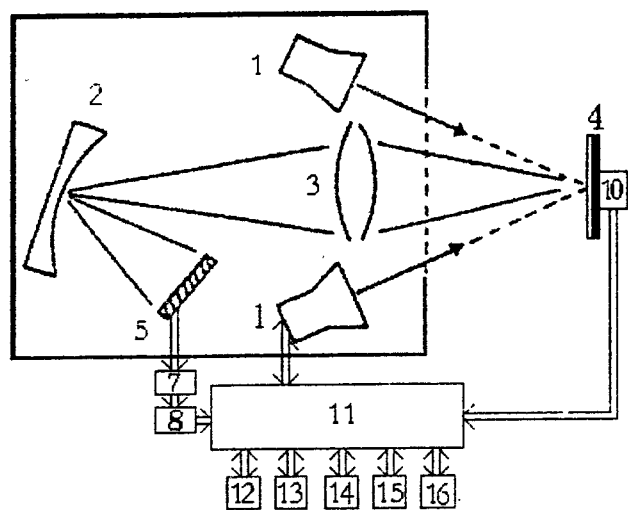


图 2

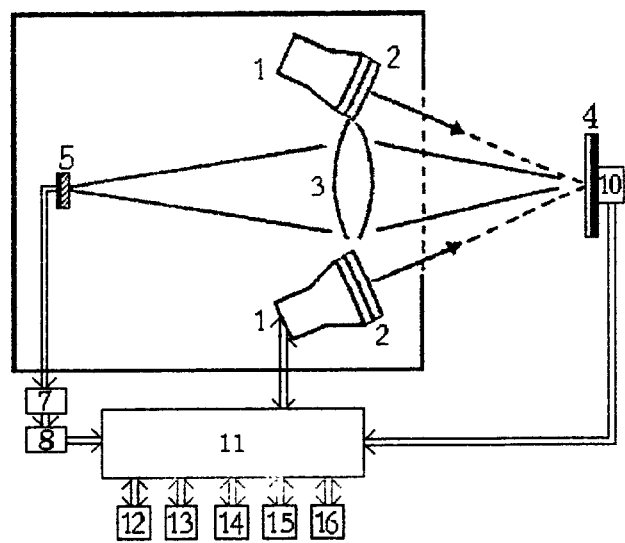


图 3