

**І.П. Жарков<sup>1</sup>, В.В. Сафронов<sup>1</sup>, В.О. Ходунов<sup>1</sup>, В.М. Коновал<sup>1</sup>,  
В.О. Маслов<sup>1</sup>, О.В. Селіванов<sup>1</sup>, А.Г. Солонецький<sup>1</sup>, В.В. Стрельчук<sup>2</sup>,  
А.С. Ніколенко<sup>2</sup>, Б.І. Циканюк<sup>2</sup>, В.М. Насека<sup>2</sup>**

<sup>1</sup> Інститут фізики НАН України, просп. Науки, 46, Київ, 03680, Україна

<sup>2</sup> Інститут фізики напівпровідників НАН України, просп. Науки, 41, Київ, 03680, Україна

## **РОЗШИРЕННЯ ФУНКЦІОНАЛЬНИХ МОЖЛИВОСТЕЙ ІНФРАЧЕРВОНОГО ФУР'Є-СПЕКТРОМЕТРА BRUKER VERTEX 70V**



З метою розширення функціональних можливостей інфрачервоного Фур'є-спектрометра Vertex 70v виробництва фірми «Bruker» (Німеччина) розроблено конструкцію та виготовлено вакуумований Г-подібний модуль-приставку до нього. Запропонована модель дає можливість встановлювати і юстувати оптичні дзеркала діаметром до 50 мм та приєднувати до неї терморегульований в діапазоні 2–330 К криостат.

Роботу виконано в рамках програми наукового приладобудування НАН України, грант П-2/16-40.

Ключові слова: Фур'є-спектрометр, модуль-приставка, криостат.

Інфрачервоний (ІЧ) Фур'є-спектрометр Bruker Vertex 70v (Німеччина) — це спектрометр дослідницького класу з високою роздільною здатністю. Завдяки можливостям розширення спектрального діапазону за допомогою додаткових приставок ІЧ спектрометр Bruker Vertex 70v дозволяє виконувати вимірювання в широких межах спектру: від терагерцевої до ближньої інфрачервоної ( $30\text{--}12500\text{ см}^{-1}$ ).

Основою означеного ІЧ спектрометра є розроблений та запатентований компанією Bruker інтерферометр з кутниковими дзеркалами Rock Solid. Він містить два ретрорефлекторних кубічних кутових дзеркала змонтованих на перевернутому маятниковому механізмі, періодичне коливання якого навколо положення рівноваги змінює різницю ходу в плечах інтерферометра. Завдяки такій конструкції об-

межується нахил та механічний зсув дзеркал інтерферометра, що забезпечує високу роздільну здатність та стабільність роботи приладу, порівняно з інтерферометрами Майкельсона.

Зняття та оцифровка даних із детектора спектрометра здійснюється за допомогою двоканального 24-х бітного дельта-сігма АЦП (ADC DigiTect™). Управління спектрометром та Фур'є-перетворення зареєстрованої приладом інтерферограми здійснюється за допомогою спеціального програмного забезпечення (OPUS Software).

Модель спектрометра Vertex 70v забезпечує можливість виконувати вимірювання в умовах вакууму, що дозволяє майже повністю уникнути впливу атмосфери (парів води або  $\text{CO}_2$ ) на експериментальні спектри. Варто відмітити, що відкачування спектрометра є ефективнішим, ніж продування інертними газами або ж використання десикантів. Також конструктивно передбачено відкачування як всього приладу, так і окремо кюветного відділення

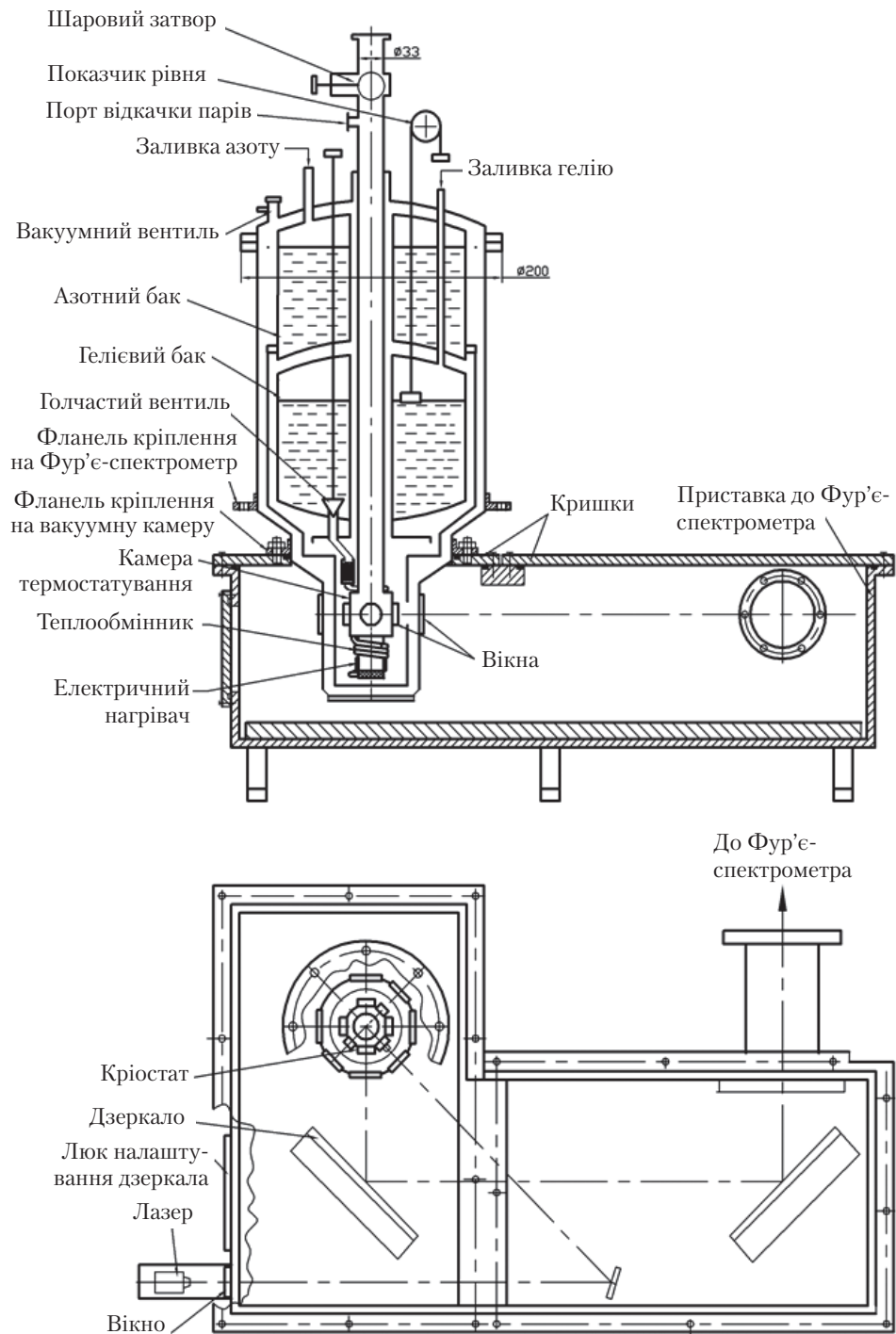


Рис. 1. Схема модуля-приставки з вбудованим кріостатом

для зразка або оптичної лави. Для контролю тиску в кюветному відділенні та оптичній лаві передбачено датчики тиску. Суттєво розширити функціональні можливості спектрометра цієї серії можна завдяки наявності п'яти портів для входу ІЧ-випромінювання та двох портів для виходу. Через ці порти до спектрометра можна приєднати додаткові оптичні приставки чи компоненти.

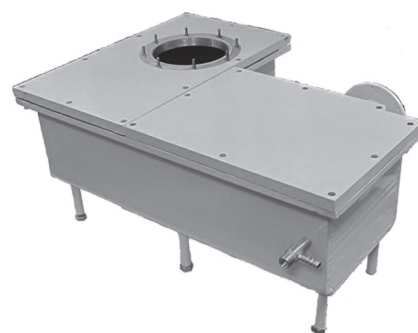
Для виконання низькотемпературних вимірювань означену модель спектрометра можна додатково комплектувати кріостатом Optistat CF (Oxford Instruments, Великобританія) з контактним охолодженням і продуванням парами холодоагенту. Ця модель кріостату дозволяє регулювати температуру досліджуваного зразка в діапазоні 3,8–300 К з точністю 0,1 К. Недоліком його є вібрації досліджуваного зразка в процесі вимірювань при прокачуванні парів холодоагенту, тоді як для кріостатів рідинно-протічного типу, виготовлених Інститутом фізики НАН України, він відсутній.

Роботу виконано з метою розширення функціональних можливостей ІЧ-Фур'є-спектрометра Bruker Vertex 70v, зокрема, забезпечення вимірювання спектрів оптичного випромінювання, пропускання, поглинання та відбивання в діапазоні довжин хвиль 0,8–33 мкм та усунення вищевказаного недоліку для низькотемпературних досліджень. Для реалізації поставленої мети розроблено та виготовлено вакуумний блок до означеної моделі спектрометра для реєстрації спектрів оптичного випромінювання, а також розроблено та виготовлено адаптований до цього спектрометра багатоцільовий терморегульований кріостат рідинно-протічного типу з робочим діапазоном температур 2–330 К зі спеціалізованими маніпуляторами-тримачами досліджуваних зразків.

На сьогодні існують пропозиції подібних приставок для розширення можливостей ІЧ-спектрометрів як європейських [1, 2], так і російських виробників [3]. На жаль, подібних пропозицій від українських виробників немає, оскільки вітчизняний виробник спектромет-



◀ **Рис. 2.** Кріостат А.312



**Рис. 3.** Модуль-приставка до спектрометра

рів ВАТ «Селмі» (м. Суми) припинив своє існування. З цієї причини вітчизняні науковці для вирішення проблем вимушені купувати приставки за кордоном, що вимагає значних коштів. Тому одним із завдань було показати можливість розробки та виготовлення приставки вітчизняного виробництва до ІЧ-Фур'є-спектрометра Bruker Vertex 70v.

Розроблений вакуумний модуль-приставка (рис. 1) дозволяє проводити вимірювання спектрів оптичного випромінювання в діапазоні 0,8–33 мкм. Його оснащено вакуумним фланцем для комутації зі спектрометром, причому фланець має змінне оптичне вікно. Завдяки цій можливості можна підібрати вікно з оптимальними оптичними параметрами для досліджуваної області спектру.

Варто зазначити, що розроблена приставка за своїми технічними параметрами відповідає кращим закордонним аналогам.

Суттєвою відмінністю розробленого вакуумного модуля, порівняно з іноземними аналогами, є можливість підключення його до вакуумної системи приладу, що, у свою чергу,

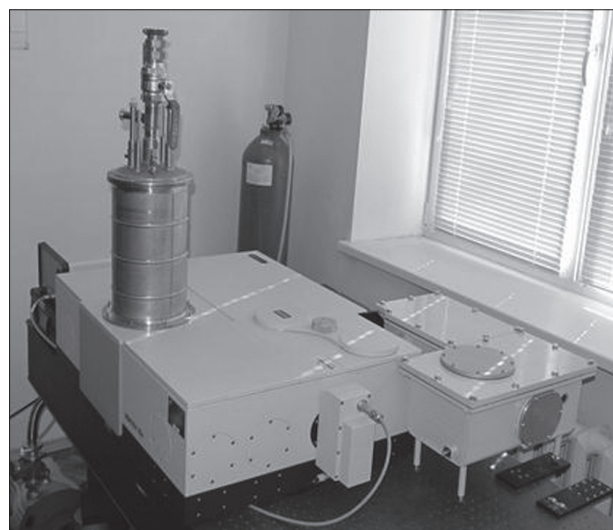
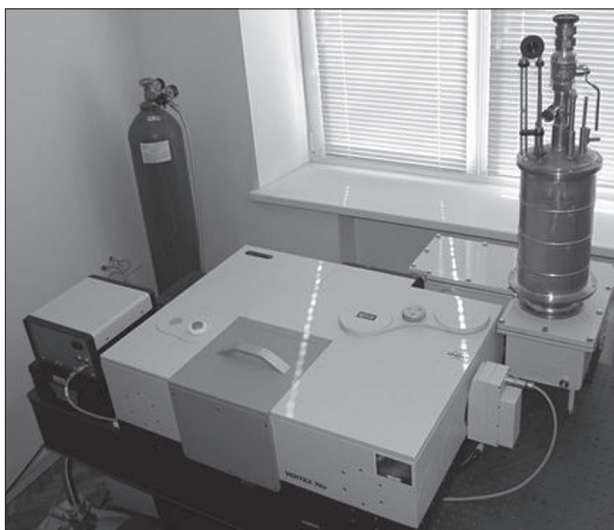


Рис. 4. Модуль-приставка з вбудованим криостатом в складі спектрометра за різних варіантів кріплення

усуває необхідність використовувати вікно на з'єднувальному фланці. Завдяки цьому можна розширити діапазон вимірювань в далеку ІЧ (терагерцову) область спектру. Крім того, вакуумування приладу дозволяє ефективно позбутись впливу атмосфери (парів  $\text{CO}_2$  та води) на вимірювальні спектри.

Розроблений вбудований в вакуумний модуль-приставку багатоцільовий гелієвий криостат значно розширює можливості Bruker Vertex 70v — дозволяє виконувати низькотемпературні оптичні вимірювання в діапазоні температур 2–330 К. Крім того, його можна монтувати в стандартне кюветне відділення спектрометра для вимірювання спектрів оптичного поглинання, пропускання та відбивання. Конструктивні особливості розробленого гелієвого криостату дозволяють використовувати його як в приладі, так і у вакуумному фотолюмінісцентному блоці, а також завдяки оригінальним рішенням [3, 4], працювати як з рідким гелієм, так і з рідким азотом як основним криоагентом.

Крім оптичних вимірювань, сконструйований криостат дозволяє проводити комбіновані магніто- та електрооптичні вимірювання. Для здійснення магнітооптичних та електрооптич-

них досліджень його оснащено спеціалізованими маніпуляторами.

Маніпулятор для електрооптичних досліджень дозволяє працювати із зразками в стандартному корпусі Plcc 20 pins (Plastic leadless chip carrier), а також із плоскими зразками довільної форми до 15 мм в діаметрі.

Магнітооптичний маніпулятор дозволяє використовувати неодимові магніти діаметром 20 мм для створення радіального та аксіально-го магнітного поля з індукцією до 1 Тл.

Зображення виготовлених модуля, криостата та криостата в складі працюючої установки з модулем і спектрометром наведено на рис. 2–4.

#### Технічні характеристики криосистеми УТРЕКС

Діапазон температури, К	1,6–4,2–330 77–330
Криоагенти	Рідкий гелій, рідкий азот
Витрати рідкого гелію:	
а) при заходженні криостата, $\text{см}^3$	≤500
б) при підтриманні температури 1,6 К, $\text{см}^3/\text{год}$	≤150
в) при підтриманні температури 4,2 К, $\text{см}^3/\text{год}$	≤250
Час неперервної роботи при 1,6 К без доливання криоагентів, год	≥6

Час неперервної роботи (при підводі ззовні потужності не більше 0,1 Вт) при 4,2 К, год	8
Об'єм ємності рідкого азоту, см <sup>3</sup>	1800
Об'єм ємності рідкого гелію, см <sup>3</sup>	3000
Діаметр завантажувального каналу криостата, мм	33
Розміри камери термостатування, мм	Ø33 × 60
Зовнішні габарити криостата, мм	Ø226 × 875
Діаметр хвостовика криостата, мм	Ø90
Відстань від дна до горизонтальної оптичної вісі вікон криостата, мм	61
Оптичні вводи:	
а) два вікна із ZnSe (0–180°):	
світловий діаметр холодних вікон, мм	16
світловий діаметр зовнішніх вікон з цими позиціями, мм	37
б) два вікна із KRS-5 (90–270°):	
світловий діаметр холодних вікон, мм	16
світловий діаметр зовнішніх вікон з цими позиціями, мм	37
в) три вікна з плавненого кварцу КУ-1 (0-45-135-225°):	
світловий діаметр холодних вікон, мм	9
світловий діаметр зовнішніх вікон з цими позиціями, мм	22
Маса:	
а) криостата, кг	11,2
б) манипулятора № 1, кг	1,13
в) манипулятора № 2, кг	0,7
Дані електронагрівачів:	
а) електронагрівач, встановлений на зовнішній стінці камери термостатування:	
опір, Ом	100
матеріал	Ніхром, Ø0,14 мм; L = 1,5 м
	Ніхром, Ø0,14 мм; L = 0,2 м
б) електронагрівачі, встановлені на манипуляторах в місці розташування зразка:	
опір, Ом	21
матеріал	Ніхром, Ø0,14 мм; L = 0,3 м
Подавана напруга на з'єднаних послідовно нагрівачах, В	0–40
Робочий тиск розривних мембран запобіжних клапанів, Па	5–7×10 <sup>4</sup>

#### ЛІТЕРАТУРА

1. Технические характеристики лабораторных ИК-Фурье спектрометров. URL: <https://www.bruker.com/ru/products/infrared-near-infrared-and-raman-spectroscopy/ft-ir-routine-spectrometers/tensor/technical-details.html> (дата звернення 04.04.2017).
2. Приставки для ИК-Фурье спектрометров. URL: <http://www.intertech-corp.ru/aboutproduct.asp?gr=15&subgr=33&prid=134>; <http://okb-spectr.ru/products/es/modern/> (дата звернення 04.04.2017).
3. Патент України на винахід № 87503. Жарков І.П., Іващенко О.М., Сафронов В.В., Погребняк С.В. Спосіб та пристрій для регулювання температури. Бюл. № 14 від 27.07.2009 р. МПК G05D 23/30, F25B9/00, G05D23/19, опубл. 27.07.09 р.
4. Патент Российской Федерации на изобретение № 2366998. Жарков И.П., Иващенко А.Н., Погребняк С.В., Сафронов В.В. Способ регулирования и стабилизации температуры и устройство для его осуществления. Бюлл. № 25 от 10.09.2009 г., МПК G05D 25/30.

Стаття надійшла до редакції 12.04.17

#### REFERENCES

1. *Specifications of laboratory infrared Fourier spectrometers*. URL: <https://www.bruker.com/ru/products/infrared-near-infrared-and-raman-spectroscopy/ft-ir-routine-spectrometers/tensor/technical-details.html> (Last accessed: 04.04.2017).
2. *Attachments for IR Fourier spectrometers*. URL: <http://www.intertech-corp.ru/aboutproduct.asp?gr=15&subgr=33&prid=134>; <http://okb-spectr.ru/products/es/modern/> (Last accessed: 04.04.2017).
3. *Ukrainian Patent on an invention No. 87503*. Zharkov I.P., Ivaschenko O.M., Safronov V.V., Pogrebniak S.V. A method and device for adjusting of temperature. Bul. No. 14 from 27.07.2009. IPC G05D 23/30, F25B9/00, G05D23/19, published. 27.07.09.
4. Russian Federation patent on an invention No. 2366998. Zharkov I.P., Ivaschenko O.M., Safronov V.V., Pogrebniak S.V. Method of adjusting and stabilizing of temperature and device for his realization Bull. No. 25 from 10.09.2009, IPC G05D 25/30.

Recieved 12.04.17

*Zharkov*<sup>1</sup>, *I.P.*, *Safronov*<sup>1</sup>, *V.V.*, *Khodunov*<sup>1</sup>, *V.A.*,  
*Konovall*<sup>1</sup>, *V.M.*, *Maslov*<sup>1</sup>, *V.A.*, *Selivanov*<sup>1</sup>, *A.V.*,  
*Solonetsky*<sup>1</sup>, *A.G.*, *Strelchuk*<sup>2</sup>, *V.V.*, *Nikolenko*<sup>2</sup>, *A.S.*,  
*Tsykaniuk*<sup>2</sup>, *B.I.*, and *Naseka*<sup>2</sup>, *V.N.*

<sup>1</sup> Institute of Physics of the NAS of Ukraine,  
46, Nauki Ave., Kyiv, 03680

<sup>2</sup> Institute of Semiconductor Physics of the NAS  
of Ukraine, 41, Nauki Ave., Kyiv, 03680

EXPANSION OF BRUKER  
VERTEX 70v FTIR SPECTROMETER  
CAPABILITIES

To expand the capabilities of VERTEX 70v Bruker spectrometer (Germany), a vacuumized L-type module attachment to the spectrometer has been designed and manufactured. The proposed configuration enables to mount and to adjust optical mirrors with a diameter of up to 50 mm and to couple the attachment to cryostat with temperature control within the range from 2 to 330 K.

The research has been carried out within the framework of instrument-making program of the NAS of Ukraine, grant # P- 2/16-40.

*Keywords:* spectrometer, module attachment, and cryostat.

*И.П. Жарков*<sup>1</sup>, *В.В. Сафронов*<sup>1</sup>, *В.А. Ходунов*<sup>1</sup>,  
*В.М. Коновал*<sup>1</sup>, *В.А. Маслов*<sup>1</sup>, *А.В. Селіванов*<sup>1</sup>,  
*А.Г. Солонецкий*<sup>1</sup>, *В.В. Стрельчук*<sup>2</sup>, *А.С. Николенко*<sup>2</sup>,  
*Б.И. Цыканюк*<sup>2</sup>, *В.Н. Насека*<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Институт физики НАН Украины, просп. Науки, 46,  
Киев, 03680, Украина

<sup>2</sup> Институт физики полупроводников НАН Украины,  
просп. Науки, 41, Киев, 03680, Украина

РАСШИРЕНИЕ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ  
ВОЗМОЖНОСТЕЙ ИНФРАКРАСНОГО  
ФУРЬЕ-СПЕКТРОМЕТРА BRUKER VERTEX 70v

С целью расширения функциональных возможностей инфракрасного Фурье-спектрометра VERTEX 70v производства фирмы «Брукер» (Германия) разработано конструкцию и изготовлено вакуумированный Г-образный модуль-приставку к нему. Предлагаемая модель дает возможность устанавливать и юстировать оптические зеркала диаметром до 50 мм и присоединять к ней терморегулируемый в диапазоне 2–330 К криостат.

Работа выполнена в рамках программы научного приборостроения НАН Украины, грант П-2/16-40.

*Ключевые слова:* спектрометр, модуль-приставка, криостат.