



# (12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108738344 A

(43)申请公布日 2018.11.02

(21)申请号 201680065604.1

(22)申请日 2016.11.03

(30)优先权数据

62/250092 2015.11.03 US

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

2018.05.03

(86)PCT国际申请的申请数据

PCT/US2016/060323 2016.11.03

(87)PCT国际申请的公布数据

WO2017/079433 EN 2017.05.11

(71)申请人 沃特世科技公司

地址 美国麻萨诸塞州

(72)发明人 A.C.让诺特 D.吉伦 A.S.普拉萨

S.萨克塞纳

(74)专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司 72001

代理人 周学斌 郑冀之

(51)Int.Cl.

G01N 30/95(2006.01)

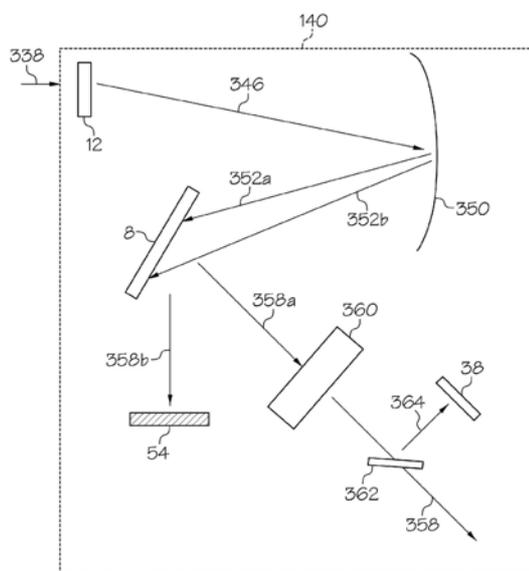
权利要求书1页 说明书47页 附图60页

## (54)发明名称

用于液相色谱的基于DMD的UV吸收检测器

## (57)摘要

本发明提供了一种用于液相色谱的检测器。所述检测器包括光传输系统,所述光传输系统包括发射光谱的一条或多条光谱线的光源。所述检测器具有被构造成接收所述一条或多条光谱线的入口狭缝以及包括数字微镜装置的波长选择模块。所述数字微镜装置被构造成使所述一条或多条光谱线重定向到流通池。所述流通池光学连接到所述波长选择模块。



1. 一种用于液相色谱的检测器,包括:  
光传输系统,所述光传输系统包括光源,所述光源发射光谱的一条或多条光谱线;  
入口狭缝,所述入口狭缝被构造成接收所述一条或多条光谱线;  
波长选择模块,所述波长选择模块包括数字微镜装置,其中所述数字微镜装置被构造成使所述一条或多条光谱线重定向;和  
流通池,其中所述流通池光学连接到所述波长选择模块。
2. 根据权利要求1所述的检测器,其中所述光源的输出基本上是单色的。
3. 根据权利要求1所述的检测器,其中所述光源选自自由激光器、窄带UV LED和放电灯组成的组。
4. 根据权利要求1所述的检测器,其中所述光源包括多个UV LED中的一个UV LED。
5. 根据权利要求1所述的检测器,其中所述波长选择模块包括光衰减器。
6. 根据权利要求1所述的检测器,其中所述流通池在所述波长选择模块之后进行,并且选择或调谐感兴趣的波长以匹配感兴趣的分析物的一个或多个光谱吸收特征。
7. 根据权利要求1所述的检测器,其中所述波长选择模块包括光栅。
8. 根据权利要求7所述的检测器,还包括反射镜,其中所述反射镜被构造成使光束与所述光栅成平行并且所述光束被衍射成组成颜色。
9. 根据权利要求8所述的检测器,还包括机动机构,所述机动机构电子控制所述光栅的角位置。
10. 根据权利要求7所述的检测器,其中所述光栅被构造成旋转到特定角度以产生感兴趣的波长。
11. 根据权利要求1所述的检测器,还包括输出聚焦元件,所述输出聚焦元件可操作地定位到所述出口狭缝。
12. 根据权利要求1所述的检测器,还包括参考检测器。
13. 根据权利要求12所述的检测器,还包括分束器,所述分束器与所述参考检测器可操作地定位。
14. 根据权利要求1所述的检测器,还包括阵列检测器。
15. 根据权利要求1所述的检测器,其中所述波长选择模块在所述流通池之后进行。
16. 根据权利要求1所述的检测器,还包括光学输出系统,所述光学输出系统被构造成将来自所述DMD的所述一条或多条光谱线聚焦成不同的图像,其中所述光学输出系统光学连接到所述DMD。

## 用于液相色谱的基于DMD的UV吸收检测器

### [0001] 相关申请的交叉引用

本申请要求2015年11月3日提交的美国临时专利申请62/250,092的优先权,该申请以引用方式并入本文。

### 背景技术

[0002] 在液相色谱紫外检测器中,分辨率可直接地影响仪器唯一地识别物质的能力。分辨率是两个光信号在波长上相距多远的测量值(以纳米为单位),使得检测器可准确地区分彼此。然而,许多变量都可能会影响分辨率。例如,设定最大理论分辨率的两个因素是衍射光栅的狭缝宽度和线性色散。Thevenon, J. M. L.和A.,“*A Tutorial on Spectroscopy*”,2003年。

[0003] 可影响紫外检测器的其他因素包括光学带宽、波长范围和动态能力。检测器的光学带宽是机器能够检测的最小光谱的宽度。其可等于、或更通常地是大于检测器的分辨率。例如,如果仪器具有1nm的分辨率和5nm的光学带宽,那么检测器可检测在250nm与255nm之间或在251nm与256nm之间的吸光度。波长范围是检测器可操作的电磁频谱的部分,并且按光源的光谱分布或光学系统的设计设定。关于吸收光谱的方法通常围绕特定波长或波长组设计。因此,检测器可操作的波长范围通常决定其有用的应用。

[0004] 同样,由光的量化性质产生的噪声(称为散粒噪声)通常在UV检测器中支配了信噪比(“SNR”)。Yariv, A.,“*Introduction to Optical Electronics Holt, Rinehart & Winston Series in Electrical Engineering, Electronics, and Systems*”,第二版,Holt、Rinehart和Winston,1976年。液相色谱通常用作确定在样本中存在多少给定物质而不是样本由什么组成的方法。然而,检测器的几乎每一部件及其环境都可能使信号增加一定量的噪声。增加参考可减少或消除许多形式的噪声。

[0005] 另外,在装置中通常缺乏检测器的动态能力、或在样本试验时可使用的特征组,诸如基于参考的噪声消除、基线调整、运行时自校准、多波长间分时和主动调制源或入口狭缝。动态特征为检测器增加了灵活性和稳健性并提供了装置向前和向后兼容性。

[0006] 需要具有低发热量和动态性质、具有向后和向前的兼容性的高效、紧凑的液相色谱检测器。

### 发明内容

[0007] 提供了一种用于液相色谱中的检测器。检测器包括光传输系统,该光传输系统包括光源,该光源发射光谱的一个或多个光谱线。检测器具有波长选择模块,该波长选择模块包括数字微镜装置。检测器的入口狭缝接收一个或多个光谱线,并且数字微镜装置将一个或多个光谱线重定向到流通池。流通池光学地连接到波长选择模块。

### 附图说明

[0008] 图1表示了基本液相色谱过程和设定、以及部件。

- [0009] 图2A提供了用于液相色谱的基于光学的检测器的概括图,其中流通池在波长选择模块之后。
- [0010] 图2B提供了用于液相色谱的基于光学的检测器的概括图,其中流通池在波长选择模块之前。
- [0011] 图2C提供了本文所述的检测器的布局。
- [0012] 图3A提供了用于液相色谱的现有技术的基于光学的检测器的概括图,其中流通池在波长选择模块之后。
- [0013] 图3B提供了用于液相色谱的现有技术的基于光学的检测器的概括图,其中流通池在波长选择模块之前。
- [0014] 图4说明了本发明的检测器的实施方案,其中数字微镜装置(“DMD”)安放在光谱仪的焦平面处或附近。
- [0015] 图5A说明了通过光学输出系统(检测器的部件)将来自DMD的光束聚焦到不同图像中的方法。
- [0016] 图5B说明了图5A的方法,其中光学输出系统被配置成实现所有波长的共同焦点。
- [0017] 图6和图7演示了斯涅耳全内反射定律。
- [0018] 图8示出了具有不匹配的数值孔径的元件的光学耦合。
- [0019] 图9A、图9B和图9C示出了针对单个入口狭缝(图9A)、两个狭缝(图9B)和十个狭缝(图9C)的夫琅和费衍射图案。
- [0020] 图10是球形光栅的线性波长色散。
- [0021] 图11示出了UVC光源的光谱范围。
- [0022] 图12描绘了UVC光源的稳定性。
- [0023] 图13示出了UVC光源的平均辐照。
- [0024] 图14示出了UVC光源的光谱。
- [0025] 图15描绘了UVC光源的各种功率要求。
- [0026] 图16描绘了基于在UVC吸收光谱中的应用对光源效率的比较。
- [0027] 图17描绘了不同类型的UVC光源的预期寿命。
- [0028] 图18描绘了各种UVC光源的平均启动时间。
- [0029] 图19提供了UVC光源的估计现在成本。
- [0030] 图20提供了可调谐UV型检测器方案。
- [0031] 图21提供了光电二极管阵列型检测器方案。
- [0032] 图22提供了用于替代方案的未折叠的光学路径。
- [0033] 图23提供了具有孔径光阑的未折叠的光学路径。
- [0034] 图24是用于本发明的UVC LED检测器的光学布局的实施方案。
- [0035] 图25了透射率对频率比曲线。
- [0036] 图26示出了UV-LED检测器的实施方案的光学布局。
- [0037] 图27示出了光学工作台组件的实施方案。
- [0038] 图28示出了光学工作台组件的实施方案,其中定位销在一端具有倒角以引导零件在组装期间的插入。
- [0039] 图29A和图29B示出了光学工作台组件的实施方案。图29A示出了光学工作台组件

的俯视图,而图29B示出了光学工作台组件的等距视图。

[0040] 图30提供了用于基于热导率为光学工作台组件筛选合适材料的热导率图表。

[0041] 图31提供了用于为具有良好尺寸稳定性和低热扭曲的光学工作台组件选择合适材料的热膨胀对热导率图表。

[0042] 图32提供了用于选择具有低振动灵敏度的材料的杨氏模量对密度图表。

[0043] 图33是用于选择在冲击荷载期间有高的抗变形性的材料的杨氏模量对强度图表。

[0044] 图34是不同材料类别的每单位重量的成本的图表。

[0045] 图35示出了用于跌落测试分析的光学工作台组件的实施方案。

[0046] 图36示出了用于跌落测试分析的光学工作台组件的实施方案,其中壁厚为4mm,没有减震支座。

[0047] 图37A、图37B、图37C、图37D和图37E示出了用于选择最佳壁厚的具有减震支座的光学工作台组件的实施方案的跌落测试分析。

[0048] 图38是描绘在冲击荷载期间的最大应力和光学工作台组件的总体总量随壁厚增加的变化图。

[0049] 图39A、图39B、图39C、图39D和图39E示出了光学工作台组件的前五种的振动模式。

[0050] 图40是描绘在临界模式中的光学工作台组件的固有频率随光学工作台壳壁厚度的变化的图。

[0051] 图41示出了低频气泡支座隔振器。

[0052] 图42A、图42B和图42C是提供用于计算自然对流传热系数的最大尺寸的光学工作台组件的实施方案的图示。

[0053] 图43是描绘主要热源的光学工作台组件的实施方案。

[0054] 图44是示出热分析的光学工作台组件的实施方案。

[0055] 图45是本文呈现的UV-LED检测器的实施方案,其描绘了用于检测器的热管理的风扇和空气出口的位置。

[0056] 图46是光学工作台组件的实施方案,其描绘了光学工作台壳体和顶盖。

[0057] 图47是针对光学工作台组件的实施方案的基于材料的制造工艺选择的工艺材料矩阵。

[0058] 图48是针对光学工作台组件的实施方案的基于形状的制造工艺选择的工艺材料矩阵。

[0059] 图49是针对光学工作台组件的实施方案的基于部件质量的制造工艺选择的工艺质量范围图表。

[0060] 图50是针对光学工作台组件的实施方案的基于部件截面厚度的制造工艺选择的工艺截面厚度图表。

[0061] 图51是针对光学工作台组件的实施方案的基于公差要求的制造工艺选择的工艺公差图表。

[0062] 图52是针对光学工作台组件的实施方案的基于经济批量大小的制造工艺选择的经济批量大小图表。

[0063] 图53描绘了光学工作台壳体的实施方案的横截面图。

[0064] 图54示出了在光学工作台组件的实施方案中的密封垫圈。

- [0065] 图55示出了在光学工作台壳体的实施方案中的干燥气体清洗填料阀门。
- [0066] 图56是示出DMD相对于有用于误差预算分析的光栅光谱平面的光学布局和取向的关键尺寸的示意图。
- [0067] 图57示出了相对于在光学布局中的制造公差和温度变化的分辨率灵敏度。
- [0068] 图58是具有待校准的尺寸的光学工作台组件的实施方案的示意图。
- [0069] 图59A和图59B示出了对球形光栅的校准。
- [0070] 图60A和图60B示出了光学工作台组件的原型。
- [0071] 图61提供了示出2013年HPLC市场需求的饼形图表。
- [0072] 图62提供了示出关于按不同波长分解的液相色谱的专题论文的百分比的饼形图表。
- [0073] 图63是固定波长检测器的示意图。
- [0074] 图64是扫描型检测器的示意图。
- [0075] 图65是光电二极管阵列检测器的示意图。
- [0076] 图66示出了示例性UV LED。
- [0077] 图67示出了在260nm处具有最大值的UV LED的光谱分布。
- [0078] 图68描绘了数字微镜阵列的实施方案。
- [0079] 图69提供了本文所述的检测器的实施方案的功能示意图。
- [0080] 图70示出了以配置1提供的固定波长检测器的实施方案的部件的功能。
- [0081] 图71描绘了按配置1提供的检测器的实施方案的示意图。
- [0082] 图72示出了以配置2和配置3提供的固定波长检测器的实施方案的部件的功能。
- [0083] 图73是按配置2和配置3提供的检测器的实施方案的示意图。
- [0084] 图74示出了用于光相互作用的聚类设计结构矩阵(“DSM”)。
- [0085] 图75示出了用于空间相互作用的聚类DSM。
- [0086] 图76示出了用于配置1的架构方案的实施方案。
- [0087] 图77示出了用于配置2和配置3的架构方案的实施方案。
- [0088] 图78描绘了HPLC系统的部件。
- [0089] 图79A和图79B说明了色谱柱如何工作一带。
- [0090] 图80示出了在液相色谱系统中如何形成峰值的图示。

### 具体实施方式

[0091] 液相色谱(“LC”)是分析化学中用来分离、识别和量化混合物中的化合物的技术。液相色谱技术可粗略地分为平面技术和柱状技术。这两种技术中,可首先将样本溶解在液体中,然后将液体输送到液相色谱系统。

[0092] 在柱技术中,含有样本混合物的加压液体溶剂可以通过填充有固体吸附剂材料的柱22。当样本混合物通过柱22时,混合物的成分将与柱吸收剂不同地相互作用。在流动相中,样本中的化合物在移动溶剂之间不同地分布或分区。柱颗粒被称为固定相。由于成分(在本文中也称为化合物)以不同的速度移动,因此就会产生与不同的化合物有关的不同的有色带。Arsenault, J.等人,“*Beginners Guide to Liquid Chromatography*”,第二版,Waters Corporation,2009年。

[0093] 在早期液相色谱系统中,使用约35巴的高压在填充柱中产生流动。这些系统被称为高压液相色谱(“HPLC”)。20世纪70年代,HPLC技术在形成最高至400巴的压力并结合改进的注入器、检测器和柱方面得到改进。随着技术表现不断进步诸如颗粒更小和压力更高,该技术的缩写保持不变,但名称更换为高效液相色谱(也被称为“HPLC”)。此外,仪器和柱技术的进步使液相色谱中的分辨率、速度和灵敏度提高。高性能可通过使用具有小至1.7微米的颗粒的柱来实现,并且具有专门能力的仪器可在约1000巴下输送流动相并被称为超高效液相色谱(“UPLC”)。

[0094] 如今,LC系统可识别低至万亿分之份数(pppt)的痕量浓度的化合物。与溶剂被泵送通过LC系统时的压力有关的许多变型,即,低压液相色谱(近似在3巴下)、高压色谱(近似在400巴下)和最近的超高压液相色谱(近似在1000巴下)。HPLC和UPLC可用于许多行业,包括制药、食品、化妆品、环境基质、法医用样本和工业化学品。

[0095] 在液相色谱系统的最简单的表示中,该液相色谱系统包括了四个部件:溶剂泵(未示出)、样本注入器(未示出)、柱22(固定相)和检测器4。图1中大体上表示了一般LC过程和设定。样本被泵送到所需压力并注入到溶剂流中。混合物然后通过柱22,其中该样本的成分分离,并且检测器4用来测量成分的量。液相色谱系统2还可包括样本管理器(未示出)、溶剂管理器(未示出)、柱加热器(未示出)和/或色谱柱管理器(未示出)。在液相色谱系统2中,检测器4通过测量柱洗脱液的光吸收性质或其他性质来识别混合物中从色谱柱22洗脱的成分(化合物)。

[0096] 图78中示出了液相色谱系统2(“LC系统”)的部件。在图78中,贮存器32保存溶剂(也被称为“流动相”)。使用溶剂输送系统(未示出)中或溶剂管理器(未示出)中的高压溶剂泵18来产生和计量流动相的指定流率,典型地是毫升/分钟。样本管理器24(也被称为自动取样器)中的注入器36能够将样本引入(注入)连续流动的流动相中,连续流动的流动相携带样本进入HPLC柱22。如本文指出,柱22含有实现分离所需的色谱填充材料(未示出)。此填充材料被称为固定相,因为它由柱硬件保持在适当位置。样本管理器24引导样本流过流通池66。

[0097] 检测器4需要在分离的化合物带从HPLC柱22洗脱时“看到”分离的化合物带。流动相离开检测4并且可根据需要被送到废物地或收集起来。当流动相含有分离的化合物带时,LC系统2提供了收集含有该纯化的化合物的此部分洗脱液以供进一步研究的能力。这被称为制备性色谱法。高压管件(未示出)和配件(未示出)用来将泵18、注入器36、柱22和其他检测器部件互连以形成用于流动相、样本和分离的化合物带的导管。

[0098] 检测器4是LC系统2的部件,其识别和量化样本成分的浓度(参见图78)。检测器4记录在其显示器上产生色谱图所需的电信号。由于样本化合物特性可能不同,因此已开发了若干类型的检测器,如本文所述。例如,如果化合物可吸收紫外光,那么使用UV吸收检测器。如果化合物发荧光,那么使用荧光检测器。如果化合物不具有这些特性中的任一者,那么使用更普遍类型的检测器,诸如蒸发光散射检测器(ELSD)。一种强有力的方法是使用串联的多个检测器。例如,UV和/或ELSD检测器可与质谱仪(MS)结合用来分析色谱分离的结果。这从单次注入提供关于分析物的更全面的信息。将质谱仪联接到HPLC系统的做法称为LC/MS。

[0099] HPLC操作

如图79A和图79B所示,流动相从左侧处进入柱22、穿过颗粒床,并且在右侧处离开。流

向由箭头表示。如G1所示,在样本进入柱22时的时间零点(注入时刻)上的柱22开始形成带。此处所示的样本是黄色、红色和蓝色染料的混合物,其在柱22的入口处呈现为单个黑色带。实际上,此样本可以是可溶解在溶剂中的任何物质。典型地,化合物将是无色的,并且柱22的壁是不透明的,所以检测器4在分离的化合物洗脱时需要看到分离的化合物。在流动相连续且稳定地流过填料颗粒的几分钟后,我们可以看到各个染料在单独的带中以不同的速度移动。这是因为流动相和固定相之间存在用于吸引染料或分析物中每一者的竞争。注意,黄色染料带移动最快并且即将离开柱22。黄色染料比其他染料更喜欢(被吸引到)流动相。因此,黄色染料以更快的速度移动,该速度更接近流动相的速度。蓝色染料带更喜欢填充材料而不是流动相。蓝色染料对颗粒有更强的吸引力而使其移动显著更慢。换句话说,蓝色染料是此样本混合物中保留得最多的化合物。红色染料带的流动相吸引力为中等,并且因此以中等的速度移动通过柱22。由于每个染料带以不同的速度移动,因此我们能够对其进行色谱分离。

[0100] 在分离的染料带离开柱22时,染料带就紧接着通过检测器4。检测器4含有流通池66,该流通池会观察或检测流动相的每个分离的化合物带(图80)。如上指出,许多化合物在典型HPLC分析浓度下的溶液是无色的。检测器4具有感测化合物的存在并将其对应的电信号发送到计算机数据站27的能力。可取决于需要分离和分析的化合物的特性和浓度在许多不同类型的检测器4中做出选择,如本文所述。

[0101] 色谱图是在LC系统2中化学上(色谱上)发生的分离的表示。时轴上绘制了从基线上升的一系列的峰值。每个峰值表示对不同的化合物的检测器4响应。色谱图由计算机数据站27绘出。(图80)。在图80中,黄色带已完全地通过流通池66;产生的电信号已发送到计算机数据站27。所得的色谱图已开始出现于计算机数据站27的屏幕上。注意,色谱图在样本首次注入时开始,并且以靠近屏幕底部设定的直线为始。此直线被称为基线;其表示了随时间的通过流通池66的纯流动相。当黄色分析物带通过流通池66时,更强的信号被发送到计算机。线首先向上弯曲、然后向下弯曲,与样本带中的黄色染料的浓度成比例。这在色谱图中形成峰值。在黄色带完全通过检测器池后,信号电平返回到基线;流通池66现再次仅具有纯流动相。由于黄色带移动最快而最先从柱22洗脱,因此黄色带是第一个绘制的峰值。

[0102] 当红色带到达流通池66时,信号在红色带最初进入该池时从基线升高,并且表示该红色带的峰值开始绘制。在此图中,红色带尚未完全通过流通池66。该图示出如果过程此时停止,那么红色带和红色峰值将是什么样子。由于大部分的红色带已通过了池,因此大部分的峰值都已经被绘制出来,如由实线所示。如果过程重新开始,那么红色带完全通过流通池66并且红色峰值将会完成(虚线)。最有力地保留的蓝色带以最低的速率行进并且在红色带之后才洗脱。虚线示出在测试结束时的完整的色谱图。注意,蓝色峰值的宽度将是最宽的,因为蓝色分析物带的宽度虽然在柱22上最窄,但是在其从柱22洗脱时变得最宽。这是因为它更慢地移动通过色谱填充材料床并且需要更多时间(和流动相体积)才被完全洗脱。由于流动相以固定的速率连续地流动,这意味着蓝色带加宽并且是更稀的。由于检测器4与带的浓度成比例响应,因此蓝色峰值的高度较低,但是宽度较大。

[0103] 目前,液相色谱可利用4种不同分类的检测器,包括:(1)整体性质检测器和(2)特定性质检测器。整体性质检测器测量柱22放电的整体物理形状,特定性质检测器测量溶质的物理性质或化学性质。整体性质检测器包括折射率检测器,电化学检测器和光散射检测

器。特定/溶质性质检测器包括UV可见光检测器、荧光检测器和质谱检测器。

[0104] 表1

不同类型的液相色谱检测器

整体性质检测器	特定/溶质性质检测器
折射率检测器	UV可见光(吸光度)检测器
电化学检测器	荧光检测器
光散射检测器	质谱检测器

[0105] UV可见光检测器是特定/溶质性质检测器,其通过使用滤波器获得特定波长或通过在来自光源的入射光通过样本之前或之后对其进行分光(使用棱镜或衍射光栅)来在UV和可见光光谱中操作。在光通过样本后对强度进行测量以计算样本的吸光度。吸光度检测器可进一步细分为两个类别,包括固定波长检测器和可变波长检测器。固定波长检测器使用窄带通滤波器从光源获得单色光,并且因此无需分光。可变波长检测器4使用棱镜/衍射光栅将光分成其组成光谱。可变波长检测器4包括扫描和光电二极管阵列检测器254。

[0106] 在UV扫描检测器中,光电检测器或棱镜/衍射光栅14经由电机进行移动以允许潜在地监视在每个单独波长处的样本。可调谐UV(“TUV”)检测器可以是可调谐双波长UV/可见光检测器。由于光栅14和电机机构的惯性,在高速下,在高速下的波长切换不可行。

[0107] 在光电二极管阵列检测器254(本文有时将其称为“PDA检测器”)中,在通过样本之后的光被分成其组成波长并入射到光电二极管阵列上以允许在许多不同波长处进行同时监测。

[0108] 如图2A所示,本文提供的检测器4可兼用于液相色谱系统2(“LC系统”),特别用于HPLC系统和UPLC系统。本文提供的检测器4包括具有光源50的光传输系统110、包括数字显微镜装置8(“DMD”)的波长选择模块140、流通池66和光检测单元190。如本文指出,检测器4可与包括UPCC(或超临界流体色谱)的其他液相色谱系统2兼容,或甚至是兼用于在非色谱应用诸如监视工业过程中的工艺流体中。

[0109] 参考附图,图2A和图2B描绘了本公开的检测器,该检测器可光学地询问流通池66的内容物。在这两个图中,虚线箭头将指示流体或样本流动,而方框箭头则指示光路(有时称为光学路径)。图2A和图2B中的系统之间的差异是流通池66的位置。在图2A中,流通池66在波长选择模块140之后进行。在图2B中,流通池66在波长选择模块140之前进行。这两种配置中,在波长选择模块140与流通池66之间可能存在功能差异。

[0110] 本文描述图2A和图2B的两个方案之间的主要差异。典型地,波长选择模块在可同时地探测整个的波长谱的应用中是放置在流通池之后。相比之下,如果待识别的分析物是光敏的,那么此波长选择模块就放置在流通池之前以最小化杂散光,并且探测在单个感兴趣波长处的光学性质。后者可包括荧光、比吸光度或折射率测量。在每种情况下,流通池可优化以测量透射率(吸光度)、轴外辐射(荧光)或射束转向(折射率)。

[0111] 如本文所述,检测器4可以包括光学工作台组件40,光学工作台组件包括光学部件和结构部件(这两者有时被称为“光学工作台组件部件”)。光学工作台组件40的光学部件可以具有:(1)用于由检测器4接收的光的入口狭缝12;(2)光栅14;(3)数字显微镜装置(“DMD”)8;(4)凸球面镜56;(5)分束器60;(6)参考光电二极管62;(7)主要光电二极管64;和(8)流通池66。

[0112] 本文描述的光学工作台组件40的结构部件可包括：(1) 光转储54(在本文中有时称为“光转储器/遮光罩”或“遮光罩”)；(2) 光学工作台组件壳体44；(3) 光学工作台组件盖70；(4) 镜56；(5) 光栅安装机构71；(6) 多个安装支架72和(7) 多个紧固件73。

[0113] 将取决于光传输系统110的光源50,可能希望将流通池66放置在光学工作台组件40中的波长选择模块140之后。例如,如果光源50的输出是宽带并且包括可在样本内引起不希望的光化学响应的波长。用波长选择模块140对这些波长预滤波将确保所询问的样本物质不从输送到流通池66的物质发生变化。如本文所述,合适光源50包括各种放电灯诸如氙灯或氙灯、以及复合光源,其中各个发射器诸如多个发光二极管(“LED”)被如此布置以提供某范围的波长,每个波长表示一个LED 6的中心发射波长。光源50的输出可基本上是单色的,诸如来自激光器、或窄带UV LED 6、或仅发出几个谱线的放电灯。光源50的输出可以是强烈的,该情况下,波长选择模块140可包括光学衰减器(未示出)。通过使流通池66在波长选择模块140之后进行(如图2A所示),可选择或调谐感兴趣波长以匹配感兴趣分析物的光谱吸收特征。此情况下,可通过使用控制色散元件诸如光栅14的角位置的电动机构来完成波长选择。

[0114] 图3A提供了结合有光栅14的波长选择模块140的框图。入口狭缝12限定入射光束138的窄宽度并通过设定在检测器平面处的图像分辨率、或在给定固定出口狭缝或像素宽度的情况下多少波长将重叠来设定最小可实现分辨率。光学分辨率与出口狭缝宽度成反比并典型地在0.01nm和20nm之间的范围内。在入口狭缝12之外,第一光束146由反射镜56准直并作为第二光束152a朝平面反射光栅14重定向,第二光束在平面反射光栅处被衍射成其成分颜色。通过将光栅14旋转到特定角度,感兴趣波长将作为第三光束152b朝输出聚焦元件52重定向,该输出聚焦元件将第四光束166重定向到出口狭缝68。入射在出口狭缝68处的第四光束166的某些部分可借助分束器162来作为第五光束164朝参考检测器38重定向,分束器可与窗口一样简单地对感兴趣的所有波长透明。

[0115] 平面反射光栅14的旋转(在两个方向上)是围绕垂直于图3A的平面的轴线的,如由卷曲箭头指示。通过出口狭缝68离开的第六光束168被导引向流通池66。在通过流通池66之后,可通过光检测单元190将第六光束168转换成电信号。此配置中,光检测单元190可包括传递光学器件(未示出)以将离开流通池66的光有效地耦合到单个光电二极管检测器或类似于参考检测器38的类型。

[0116] 使用参考检测器38可有益于补偿可能会混淆来自光检测单元190的信号的解释的光强度的共模变化。例如,来自110的光输出的1%的减少可能会使光检测单元190的信号减小基本上相同的量;如果没有补偿,那么此减小将被吸光度检测器(未示出)解释为分析物的浓度的增加。然而,参考检测器38可报告类似的减小,并且通过信号比,消除假阳性(或阴性)分析物浓度报告。

[0117] 在阵列检测器中,在波长选择模块140之前的流通池66允许同时检测在许多波长处的光,而不必物理地移动色散元件(即,光栅)。图3B中示出了此波长选择模块140的典型布局。第一光束138离开流通池66并通过了入口狭缝12,并且出射光束246被凹面光栅14收集,该凹面光栅既使衍射波长色散到阵列检测器254所在的单个焦平面又使之成像。此处,阵列检测器254通常是像素的线性阵列,但是也可采用2D成像阵列或纤维束。给定像素可具有的宽度为在10微米至200微米之间、可具有的高度为从10微米至2500微米。离开成像光栅

14的两个色散光束252a、252b示出已通过入口狭缝12并在沿着阵列检测器254的不同位置处成像的出射光束246的成分颜色或波长。因此,色散光束252a可对应于短波长,而色散光束252b则对应于更长的波长。入口狭缝12的机械宽度影响光谱分辨率,从而基本上确定了在阵列处的聚焦颜色的最小宽度和与此宽度对应的像素的数目。例如,约100微米的入口狭缝宽度可在阵列检测器254处产生相似大小的图像宽度;此图像的高度是取决于光束138照明到了多少入口狭缝高度以及每个像素的机械高度。入口狭缝12的照明高度的范围可从几十微米到几毫米。

[0118] 由(使相对于波长选择模块的流通池位置不同的)两种方法中的每种方法提供的某些优点可通过结合数字微镜阵列来实现。具体地讲,用于阵列检测器254的数字微镜阵列的替代物和之后的流通池66和光检测单元190可避免与强光源相关联的潜在问题,而通过消除机械光栅驱动系统和光栅14来允许可调谐性,从而以数字微镜阵列的高度可靠射束转向能力为替代。在本文所述的检测器4中,采用数字微镜装置8(“DMD”)将聚焦光谱的选定区域重定向到连接到流通池66的光学输出路径。

[0119] 现在参考图4,光传输系统110在波长选择模块140的入口狭缝12处导引宽谱光束338以产生光学输出路径。在通过入口狭缝12之后,入射光束346入射到光谱色散元件350上以在DMD 8处形成多个成分颜色聚焦射束352a、352b。通过选择性地控制微镜(未示出),就可在两个方向上发送DMD 8上的组成颜色聚焦射束352a、352b。一个方向由沿着光学输出路径的第一反射射束358a表示,其产生了输出射束358,输出射束用于后续分析目,诸如透射到流通池66中。第二方向由第二透射射束358b表示,其对应于沿着光学输出路径朝吸收所有的入射光的光转储54、或另选地向与第一反射射束358a类似但在不同波长处的次级分析路径的透射。第一反射射束358a首先入射在光学输出子系统360上,该光学输出子系统可包括射束成形元件以用于控制光学输出路径中的输出射束358的形状和方向。强度参考系统(未示出)可在于光学输出子系统360之后插入以用于借助于部分反射元件362和参考检测器38来提供参考射束364。

[0120] 光学输出子系统360可将DMD 8处的空间上分辨的颜色重新聚焦到光学输出射束358的输出焦点处和光学输出路径中的不同位置中。因此,光学输出子系统360可以是简单的透镜、反射镜或非球面镜诸如椭圆形反射镜或透镜。如图5A所示,DMD 8处的空间上分辨的颜色诸如第一输出射束358a-1或第二输出射束358a-2分别被成像到输出射束位置作为成像输出射束358-1和成像输出射束358-2。此处,离开DMD 8的射束内的单独光线以常规的方式示出,其中箭头指示行进方向;一对光线被示出为点划线以区别于另一对的光线。此配置中,不同颜色聚焦到不同图像中,每个颜色可被选择性地打开和关闭并且被导引到可在不同分析波长处操作的各种流通池。采用场透镜(未示出)作为DMD 8的滑盖在一些情况下也可能是有益的;场透镜的光焦距经选择以将元件358的通光孔径成像到元件360-1上,由此在此元件处保留紧凑射束大小。

[0121] 在另一配置中,光学输出子系统360可包括用于将DMD 8处的所有聚焦颜色在射束358的输出焦点处重新组合成单个图像的若干元件。同样,为了清楚起见,省略参考通道部件,图5B描绘了实现此目标的一个元件组合。第一透镜360-2准直从DMD 8发散的射束;这些成分准直射束入射在透射光栅360-3上。在光栅处的入射角随波长或颜色而变化。通过光栅间距和入射角,被发射通过光栅14的衍射射束彼此平行呈现,并且可通过第二透镜360-4被

带到共同焦点。构成离开DMD 8的射束的所有颜色的共同输出焦点被标示为358-X。就最小化流通池66的输入面的大小而言,所有颜色一个焦点是有利的,这使流通池体积较小,并且可能对于检测从小孔径或毛细管级液相色谱柱22洗脱的窄的峰值是有利的。在DMD 8上使用场透镜还可帮助通过构成输出光学系统的此变型的部件来维持紧凑射束大小。

[0122] 用于检测器4的其他组合包括DMD 8作为入口狭缝或出口狭缝。此配置中,DMD 8的每个镜通过将光引导到集束器或后续的光学元件用作通/断开关。在水平方向和垂直方向上的导通元件的数目将限定可变狭缝的宽度和高度并且可动态地进行分配。在输入侧,DMD 8将限定物体大小,这可能会影响成像分辨率和光通量。在输出侧,DMD 8将限定光谱带宽以类似于在成像阵列中像素聚束的方式由单个元件检测器4分析。

[0123] 典型地,光学耦合被优化以填充流通池66的内腔以用于增加光通量。具有同心长或短路径流通池设计,光强度分布可成形为使大部分光进入中心部分(长路径)而一些残余的光则进入外部部分以用于增加测量的动态范围。另选地,在358-X处的异常或尺寸过大的图像可用于不同的流通池(长/短路径)。

[0124] 相关光学理论

斯涅耳定律:折射率

对于任何透明介质,该介质的折射率 $\eta_m$ 被定义为光在真空中的速度 $c$ 除以光在该介质内的速度 $c_m$ ,如图所示。Peatross, J. W. P., "Physics of Light and Optics", 2008年。

$$\eta_m = \frac{c}{c_m} \quad (1)$$

[0125] 斯涅耳定律描述了光在两种介质的界面上透射的方式。如图6所示,光将在通过具有不同的折射率的介质之间时弯曲。此现象由斯涅耳定律描述,如等式2给出,其中入射角和透射角的正弦比率等于两种介质的折射率的比率。同上

$$\frac{\eta_t}{\eta_i} = \frac{\sin \theta_t}{\sin \theta_i} \quad (2)$$

斯涅耳定律:全内反射

通过求解斯涅耳定律的 $\theta_t$ ,如等式3所示, $\theta_t$ 变为虚数时的临界角 $\theta_c$ 由等式4提供。

$$\theta_t = \sin^{-1} \left( \frac{\eta_t}{\eta_i} \sin \theta_i \right) \quad (3)$$

$$\theta_c = \sin^{-1} \left( \frac{\eta_t}{\eta_i} \right) \quad (4)$$

[0126] 所有以临界角或低于临界角的角度入射的光将完全被反射,而不透射穿过第二介质。此效应使光纤能够长距离地或沿着特定路径传输光而损失很小,如图7所示。

[0127] 数值孔径

光学元件的数值孔径("NA")是在等式5中被定义为介质的折射率 $n$ 乘以元件的接收锥的半角 $\alpha$ 的正弦值的无量纲数。B. Wolf, "Principles of Optics", 1970年。数值孔径的平方值可被视为元件的聚光能力。

$$NA = n \sin \alpha \quad (5)$$

[0128] 在图8中,我们可看到将具有不匹配的数值孔径的两个光学元件耦合在一起时发

生的情况。如果在一个方向上行进通过光学系统,那么该对中的第二元件将被填得过满,并且多余的光将无法正确地传播通过该系统的其余部分。替代地,如果我们从另一方向开始,那么第二元件将填不满。第二元件的耦合效率或填充因子将是它们的数值孔径的平方的比率,如等式6所示。

$$\eta_{\text{耦合}} = \frac{NA_{\text{元件}}^2}{NA_{\text{源}}^2} = F_{\text{元件}} \quad (6)。$$

#### [0129] 集光率

检测器的集光率在等式7中可定义为源的横截面积 $A_s$ 乘以光传播的立体角 $\Omega$ 。集光率可被视为光学系统接受光的能力。

$$\varepsilon = A_s \Omega \quad (7)$$

[0130] 对于小立体角, $\Omega$ 将与数值孔径的求平方值成线性比例并且集光率的表达式可如等式8所示的那样来撰写。Peatross, J. W. P., “*Physics of Light and Optics*”, 2008年。

$$\varepsilon = A_s \pi NA^2 \quad (8)$$

#### [0131] 光焦度

如等式9所示,在有集光率的情况下,可通过仅算出源的集光率和辐射度的乘积来计算通量 $\phi$ 或光焦度。同上

$$\phi = \varepsilon R \quad (9)。$$

#### [0132] 夫琅和费单缝衍射

当相干光通过与光的坡印亭矢量垂直的平面中的窄缝时,其产生了在远场中的干涉图案,其由等式10中给出的夫琅和费衍射等式来很好地描述。B. Wolf, “*Principles of Optics*”, 1970年。

$$I = I_0 \left( \frac{\sin x}{x} \right)^2 \quad (10)$$

[0133] 其中 $I$ 是强度, $I_0$ 是衍射图案的中心处的强度,并且最小值出现于在 $x$ 是 $\pi$ 的整数倍数的情况。同上

#### 光栅理论

如果多于一个狭缝被布置成图案,那么干扰效应就被复合。如图9和图10所示,狭缝越多,峰值就越高且越窄。由于峰值位置是取决于衍射光的波长,因此此效应可基于波长来用来对光进行分选。如果是在反射表面而不是狭缝中使用重复沟槽图案,那么保留更多的光焦度。此光学元件被称为反射光栅14。此光栅的衍射由光栅等式描述,如等式11所示:

$$\sin \alpha + \sin \beta = kn\lambda \quad (11)$$

其中 $\alpha$ 是入射角, $\beta$ 是衍射角, $k$ 是衍射阶数, $n$ 是沟槽密度,并且 $\lambda$ 是波长。从等式11和图10中示出的几何形状可推导出球形光栅的线性色散的表达式(以纳米/毫米为单位),如以下等式12提供:

$$\frac{d\lambda}{dx} = \frac{10^6 \cos \beta \cos^2 \gamma}{knL_H} \quad (12)。$$

#### [0134] 数字显微镜装置

如本文提供,检测器4包括数字显微镜装置(“DMD”)8和光源50。在实施方案中,可提供一个或多个紫外发光二极管(“UV-LED”)6作为光源。另选地,光源6可以是氙灯或齐诺灯。如本文所述,光学工作台组件40具有某些结构部件,检测器4的光学部件安装在这些结构部件上。

[0135] DMD 8是光电机机械装置,比液相色谱系统中使用的当前机械光栅更小且更轻。DMD 8可与衍射光栅结合用来将不同波长的光分离成更精细的分辨率且在高得多的频率上。具有UV-LED 6和DMD 8的检测器4可具有模块化架构,其中LED可相对容易地替换。

[0136] 数字显微镜装置8含有固定到MEMS致动器的数千至数百万微米级镜的阵列,这允许了每个单独的镜安放在与其中性“平坦”状态成 $\pm \theta^\circ$ 的位置。这允许了光的任意图案高速成像。对于光电二极管,由光的量化特性产生的散粒噪声功率由等式13给出。

$$\overline{i_n^2} = 2qB(I_{signal} + I_{dark}) \quad (13)$$

[0137] 其中 $q$ 是电子的电荷, $B$ 是以Hz为单位的测量带宽,并且 $I$ 是电流。如果我们假定暗电流远小于信号电流并求解均方根,那么我们可在从光电二极管中出来的电流中发现散粒噪声,如等式14所示。

$$i_{n,rms} \cong \sqrt{2qBI_{signal}} \quad (14)$$

[0138] 通过将信号电流除此表达式,我们可得到的由散粒噪声支配的系统的信噪比SNR,如等式15中给出。

$$SNR_{sn} = \sqrt{\frac{I_{signal}}{2qB}} \quad (15)$$

信噪比与信号强度的平方根成比例。

#### [0139] 光源选择

紫外(“UV”)发射光源50包括各种气弧灯和热丝灯,诸如氙弧灯、汞弧灯、氙闪光灯、石英和钨卤素灯、以及UVC LED。LED可单独地使用,诸如250nm LED 6,或组合成分组,诸如像具有220nm至320nm的中心波长的11个LED。当针对UV吸收光谱选择光源50时,要考虑到许多因素,包括光源发出的光谱范围、总辐照度(或光焦度输出)和其光谱分布、输出稳定性、效率、寿命、启动时间、以及光源成本。

[0140] 如图11所示,由光源50发出的光谱范围设定光谱仪可检测吸收时的波长的极限。在UV吸收光谱中,信号是由样本吸收导致的离开流通池66的光的强度的减小。因此,过程对光源的强度的短期波动极为敏感。在图12中,每种类型如所示的氙灯和LED的各种光源的稳定性具有类似的电平稳定性,该电平稳定性比任何其他源高两个数量级。

[0141] 关于光焦度和光谱辐照度,比尔定律表明,当流通池66的光通量增加时,在某一点,样本将饱和而不能吸收额外的光。因此,任意增加的光通量不总是有助于检测。实际上,其可能使检测更加困难。如果稳态通量比信号高许多数量级,那么传感器和相关联的电子器件在它们不得不缩小到小的动态范围的情况下将饱和,或在使用大的动态范围的情况

下可能缺乏传感器对小得多的动态范围的敏感度。Vickrey, T. M., “*Liquid Chromatography Detectors*”, 第23卷, CRC Press, 1983年。然而, 如果流通池的几何形状发生变化, 那么我们将注意到, 集光率以及因此光焦度通量随流通池的直径的平方值而变化, 如等式8和等式9所示。

[0142] 假定维持相同吸收长度, 减小流通池66的直径减小了相同因子的平方值所需的最小样本体积。因此, 当降低流通池体积以维持相同信号电平时, 光通量可按比例增加。因此, 由源提供的光焦度结合该源设定流通池体积的下限。在图13中, 我们可看到平均光谱辐照度, 或跨每种类型的光源典型的UVC光谱的每纳米带宽的光焦度。

[0143] 如图13所示, 示出在50cm处的平均UVC辐照度。高温、宽带光源通常对温度变化有高度的敏感性, 并且典型地设计为具有单个操作点。A1N LED对其峰值波长造成的变化很小, 无论该变化是温度变化还是在升高或降低驱动电流时的变化。因此, 我们可通过改变其驱动电流来容易地调制LED的辐照度, 而不会不利地影响其光谱输出。图14示出了各种光源的代表性辐照谱的一小部分。

[0144] 如图15所示, 每种类型的光源都有一系列的功率要求。所有UVC光源都具有相对小的壁上插头效率, 因此可假定其所有功率都作为热量被有效地耗散。传统地, 光源50可具有显著的热输出(10s至100s的瓦数), 该热输出以不会对样本或光谱仪产生不利影响的方式进行管理。通常, 此事实促成了现有检测器的产品架构的很大方面, 从而促成其大小、总体功率要求, 并消除了任何便携性可能性。

[0145] 确定可公平且同等地适用于所有光源的效率并不是直截了当的。本文呈现的方法基于UVC吸收光谱。可选的波长检测器倾向于具有5nm的带宽。因此, 为了比较这些光源的效率, 如图14所示, 从每个光谱辐照度曲线估计250nm与255nm之间的总光焦度输出, 并将此数目除以相应输入功率。结果是每种类型的源将用于UVC吸收光谱时的近似效率。(图16)。

[0146] 虽然LED阵列的效率可相当于汞弧灯或氙闪光灯的效率, 但是其各自的益处在于, 可根据需要而断开和重新接通各个波长。这使LED具有至少两个数量级的原始效率优势。当增加所有LED在它们实际上未被取样时断开的的能力时, LED有可能使其效率比除氙闪光灯泡之外的所有传统光源提高了另两个数量级。

[0147] 光源50的寿命可限定为源的峰值辐照度下降到其初始值的一半所花费的平均时间。图17列出了每种类型的UVC光源的预期寿命的范围。典型传统UV灯的寿命为2000小时。如果UVC A1N LED以其最大驱动电流持续运行, 那么其寿命为约3000小时。然而, 如果驱动电流从100 mA下降到20 mA, 那么其预期寿命延长至8000小时。这些LED在寿命、年限、驱动电流和辐照度之间的权衡可通过为每个LED形成主动驱动器来进行, 主动驱动器随着LED的老化而增加所提供的驱动电流。此光源在其整个寿命期间将具有一致的辐照度, 在其寿命结束时具有强信号, 并且与以更高的亮度开始且在其寿命期间稳定地衰减至一半强度的光源相比, 寿命显著延长。这些权衡对于其他应用诸如用于检测器的软件小工具有很大潜力, 其允许用户自己调整驱动电流。以此方式, 一个装置可同样好地服务那些希望获得更高的亮度的客户(即使这意味着每500小时就要替换灯)以及那些希望延长他们的灯的寿命并在带电时信号较少的客户。

[0148] 类似地, 用于各种光源的平均启动时间在图18中提供。对于大多数等, 启动时间是灯到达热稳态以及因此最大光学稳定性的时间。对于氙闪光灯泡和LED来说, 上升时间可实

现近似全亮度。光源的启动时间是影响系统寿命和效率的一个因子。当光源50需要更长的启动时间时,该光源就消耗更多能量,这些对于吸收光谱都不可用。这降低其总体效率。也用掉了几分钟的光源寿命,这缩短其进行检测的有效寿命。在考虑用户行为时,这些效应是复杂的。长启动时间提示了用户在他们想要开始使用它的时间之前启动机器并促成他们在试验样本中的短时长休息时不将其关闭。这些行为进一步加剧了总体效率和有效寿命的降低。

[0149] 最后,在选择光源50和电源(未示出)时,重要的因素是每个光源和其电源的相对成本,在某些情况下,该成本比光发射器本身成本更高。为了近似图19中所示的光源的相对成本,我们假定在大批量地购买产品时,每个光源可按其零售价格的十分之一购买。LED阵列目前超出任何传统光源成本。然而,在比较这些光源的当前成本时,重要的是要考虑到LED与其他光源之间产品生命周期阶段的差异。虽然某些传统光源是中等成熟技术,但使基于AlN的LED仅才在市场上销售几年。对于新产品开发,务必记住,此图从现在开始三到五年之后可能会看起来不同。

#### [0150] UVC LED

LED 6(有时称为“UVC LED”)通过利用半导体中的带隙产生光。半导体结中的电子跨其带隙进行电激励,并且然后去激励,从而在过程中辐射光。由LED发射的光的波长由其带隙确定。要形成以较低波长发射的LED则需要具有较大带隙的半导体。III族氮化物具有2eV至6eV的带隙,这使它们成为发射UV辐射的LED的理想候选。Ponce等人,“*Nitride-based Semiconductors for Blue and Green Light-emitting Devices*”,*Nature*,第386卷,第351页至第359页,1997年。In具有特别宽的带隙6.1eV,使其非常适于低波长LED的构造。2006年,NTT基础研究实验室的研究人员已能够开发出发射波长为210nm的PIN型AlN LED。Taniyasu等人,“*An Aluminium Nitride Light-emitting diode with a Wavelength of 210 Nanometres*”,*Nature*,第441卷,第7091期,第325页至第328页,2006年。

[0151] 在发射较低波长的AlN LED被开发出时,晶体结构中的缺陷就成为了突出问题。缺陷可为电子提供热弛豫而不辐射的路径。因此,LED 6的效率和光输出下降而其热量输出则增加。许多AlN LED都是在碳化硅或蓝宝石的衬底上构建的。AlN的晶格与这些衬底之间的失配导致每平方厘米108个至1010个或甚至更多的缺陷。Taniyasu等人,“*An Aluminium Nitride Light-emitting diode with a Wavelength of 210 Nanometres*”,*Nature*,第441卷,第7091期,第325页至第328页,2006年;Rojo, G.,“*Report on the Growth of Bulk Aluminum Nitride and Subsequent Substrate Preparation*”,*J. Cryst.Growth*,第231卷,第3期,第317页至第321页,2001年;Muramoto, Y.等人,“*Development and Future of Ultraviolet Light-emitting Diodes: UV-LED Will Replace the UV Lamp*”,*Semicond.Sci.Technol.*,第29卷,第8期,084004,2014年。

[0152] 在单晶AlN上生长的UV LED芯片和衬底本身具有几乎相同的晶格结构,并且因此每平方厘米仅103个到104个缺陷的位错密度是可能的,这相对于在其他衬底上生长的LED是巨大的改进。Rojo, G.,“*Report on the Growth of Bulk Aluminum Nitride and Subsequent Substrate Preparation*”,*J. Cryst.Growth*,第231卷,第3期,第317页至第321页,2001年。LED芯片源具有120°或更大的视角,这使它们具有非常大的数值孔径,对于120°,NA = 0.87。Crystal Is,“*Crystal IS SMD UVC LED*”,第1页至第8页。在耦合到具有

约0.28的数值孔径的UV透射光纤时,这是一个挑战。Bell等人,“*Multimode Fiber*”,第10卷,第1页至第20页,2005年。假定光纤直径大于源(LED芯片)的直径而不包括菲涅尔损失,那么由等式6给出的理论最大耦合效率是6.4%。然而,使用专门设计的折射-反射微透镜有可能使耦合效率提高而升高达百分之四十。反之,我们假定使用此微透镜,那么我们可假定耦合效率为20%。Rooman, C.,“*Reflective-refractive Microlens for Efficient Light-emitting-diode-to-fiber Coupling*”,第44卷,2005年9月,第1页至第5页,2015年。

#### [0153] 波长选择

用于液相色谱的UV吸收光谱检测器4可分为三大类:(1)单波长检测器,诸如基于汞弧灯线的模型;(2)可调谐UV检测器和(3)光电二极管阵列检测器254b。可调谐UV检测器和光电二极管阵列检测器都可实现区分在光的不同波长处的吸收的策略。

[0154] 可调谐UV检测器使用旋转平面光栅和带宽光圈来选择要检测的光波长。如图20所示,光通过入口狭缝12到达镜56,该镜将光聚焦到光栅14上。光从光栅14衍射并从第二镜56反射,该第二镜将光通过带宽孔径聚焦到流通池66上。检测器4倾向于具有5nm至10nm的固定带宽。在可调谐UV检测器4中,一次仅将一小部分光谱发送通过样本。这大大降低了来自多光子相互作用事件的噪声的可能性。其允许了紧接在通过样本前参考完整的光信号,这可显著提高信噪比。

[0155] 由于这些检测器使用电机以旋转其光栅,因此它们无法以任何有意义的方式在波长之间动态切换。固定宽度孔径也不允许被发送通过流通池的带宽具有任何灵活性。另一方面,光电二极管阵列检测器4将来自光源50的光直接地导引到流通池66,从而发送通过整个光谱。在光离开流通池66之后,其被导引通过窄的出口狭缝68而到达凹面光栅214上。光栅14衍射光并将光聚焦到由至少数百个光电二极管组成的阵列上。参见图21。

[0156] 光电二极管阵列检测器一次收集整个光谱的吸收数据。获得样本的总体光谱响应可能是强力的分析方法,尤其相较于在每次样本试验时收集关于仅单波长的信息来说如此。这些检测器仍然参考光信号,然而,由于参考信号一次从整个光谱中拉出,因此无法消除可调谐UV检测器中的参考信号可消除的那样多的噪声。多光子吸收是二阶效应,然而在液相色谱检测器中仍观察到多光子吸收。Vickrey, T. M.,“*Liquid Chromatography Detectors*”,第23期,CRC Press,1983年。通过一次发送整个光谱,我们失去了去卷积多光子吸收的能力和来自常规吸收信号的任何其他更高阶的相互作用效应。

#### [0157] 实施例I

##### UVC LED检测器光学路径

本文提供用于LED检测器的光学路径的策略,其允许在检测期间动态操纵通过样本的带宽和特定波长。若使用此策略,来自一个或多个LED 6的光可耦合到一个或多个光纤,该光纤终止于通向光学工作台的入口狭缝处。进入狭缝的光将入射到球形光栅上,该球形光栅使衍射光跨数字微镜装置的宽度衍射。一旦光以此方式散布在DMD 8上,选择光学带宽和中心波长就变成了使镜的这些柱倾斜到导通位置的问题。如图4所述和所示,从DMD 8,选定的光将被聚焦镜反射通过分束器和流通池66反射以到达参考光电二极管和样本光电二极管。

[0158] 在图22中,示出了未折叠的光学路径、正交方向和NA标记。一旦限定各种部件并进行了光学定位,就可对其进行封装以在检测器的消费版本中实现紧凑占用面积。图23中示

出了经更新的光学路径,其包括了正确地耦合了元件的孔径光阑。

[0159] 若限定了光学路径,元件就可以其折叠配置进行布置,这是光学器件的封装,为消费版本的检测器提供了完整实现方案。

#### [0160] 实施例II

光学工作台组件的光学布局

图24中示出了光学工作台组件40的光学布局的实施方案的。为了构建检测器4,表2提供了可使用的市售部件的规格。列表并不详尽,但是含有与计算此检测器的预期性能有关的规格并主要是为此目的而提供的。表2中出现的两个值得注意的例外是峰值发射低于250nm的AlN LED和UVC反射DMD。在我们撰写时,这些都不是市售的,但是每个在实验室中都得到了证明并且可合理地预期其在不久的将来是可市售的。Taniyasu, Y.等人,“An Aluminum Nitride Light-Emitting Diode With a Wavelength of 210 Nanometres”,Nature,第441期,第7091号,2006年;Fong, J. T.等人,“Advances in DMD-Based UV Application Reliability Below 320nm”,Proc.SPIE,第7637期,2010年;Thompson, J.等人,“Digital Projection of UV Light for Direct Imaging Applications, DLP® Technology is Enabling the Next Generation of Maskless Lithography”,2008年。

#### [0161] 表2

部件规格

<b>LED:</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>• 峰值波长 220nm、230nm、...、320nm</li> <li>• 光焦度输出各自<math>\geq 1\text{mW}</math></li> <li>• 热输出约 1W</li> <li>• FWHM 12nm</li> <li>• 上升时间<math>&lt; 1\text{ms}</math></li> <li>• 封装<math>&lt; 10\text{mm}\varnothing</math></li> <li>• 寿命<math>\geq 2000</math> 小时</li> </ul>	<b>DMD:</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>• 图案速率约 10kHz</li> <li>• 有源阵列宽度<math>\geq 7\text{mm}</math></li> <li>• 微镜节距 5.4<math>\mu\text{m}</math></li> <li>• 总体效率至少 60%</li> <li>• 正交于封装倾斜了 12°</li> <li>• 窗口材料石英玻璃</li> </ul>
<b>球形光栅:</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>• 焦距约 140mm</li> <li>• 线性色散约 25nm/mm</li> <li>• 闪耀 <math>\lambda</math> 250nm</li> <li>• 波长范围 200nm 至 350nm</li> <li>• 效率在整个范围内至少 40%</li> </ul>	<b>光电二极管:</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>• 光谱响应至少 200nm 至 350nm</li> <li>• 长度约 6mm</li> <li>• 上升时间少于 5<math>\mu\text{s}</math></li> <li>• 光敏度约 0.11A/W</li> <li>• 暗电流小于 50pA</li> <li>• 窗口材料石英玻璃</li> </ul>
<b>纤维:</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>• 芯部 <math>\varnothing 100\mu\text{m}</math></li> <li>• 材料熔融石英</li> <li>• NA 0.22</li> </ul>	<b>流通池:</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>• 光导</li> <li>• 流程 10mm</li> <li>• 总体长度约 50mm</li> <li>• NA .28</li> </ul>
<b>入口狭缝:</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>• 宽度 40<math>\mu\text{m}</math></li> <li>• 高度 2mm</li> </ul>	<b>模数转换器:</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>• 取样速率<math>\geq 1\text{MHz}</math></li> <li>• 位<math>\geq 20</math></li> </ul>

[0162] 即将在以下提供了支持UVC LED检测器4的预期规格的计算以及与市售可调谐UV和光电二极管阵列种类的检测器的比较。

#### [0163] 带宽

图24中描绘的检测器4的最小可能带宽是入射狭缝12的宽度乘以球形光栅14的线性色散,这取决于凹面光栅放大率。对于40 $\mu\text{m}$ 的入口狭缝12和25nm/mm的线性色散,最小带宽是1nm。通过将DMD 8的更多个柱(12)倾斜到导通位置,此带宽可以0.135nm的步长增加,此步长由5.4 $\mu\text{m}$ 的微镜节距设定。

#### [0164] 光通量

入射到样本光电二极管上的光焦度可通过将LED源的累积辐照度 $I_0$ 乘以带宽 $\Delta\lambda$ 并乘以每个光学元件的净效率来计算,如等式16中针对n个元件所示。净效率是要素 $\eta$ 的反射效率或透射效率与要素F的填充因子的乘积,其是数值孔径的平方值的比率。

$$\Phi_{\text{photodiode}} = (I_0\Delta\lambda) \prod_{i=1}^n n_i F_i \quad (16)$$

[0165] 表3示出了光路中的每个元件的 $\eta$ 和F的近似值。对于大于1的所有填充因子,F被列示为1。从LED到纤维的总体耦合效率被假定为20%(如果使用如本文所述的折射-反射透镜,那么此假定就应当是可能的),并且被示出为分布在LED透镜和纤维的填充因子之间。

#### [0166] 表3

光学器件的反射、透射和耦合效率

元件	H	F	$\eta_{net}$
LED 透镜	0.9	0.45	0.41
纤维	0.95	0.45	0.43
入口狭缝	N/A	0.5	0.5
光栅	0.55	0.8	0.45
DMD	0.6	1	0.6
镜	0.9	1	0.9
样本路径			
BS	0.9	1	0.9
L1	0.98	1	0.98
LGFC	0.8	0.7	0.56
PD1	n/a	1	1
整个样本路径			0.011
参考路径			
BS	0.1	1	0.1
L2	0.98	1	0.98
PD2	n/a	1	1
整个参考路径			0.002

[0167] 通过使用表3中给出的值求解等式16,我们可算出入射在样本和参考光电二极管62、64上的通量。使用光电二极管的光敏性规格,我们可得到信号电流和参考电流。若干情况的结果汇总在以下表4中可找到。

#### [0168] 表4

针对各种情景的样本和参考光电二极管响应

源和带宽	$\Delta\lambda$ nm	$I_0$ (mW/nm)	$\Phi_s$ mW	$\Phi_r$ mW	$I_s$ mA	$I_r$ mA
单个 LED, 1nm	1nm	0.08	$8.8 \times 10^{-4}$	$1.6 \times 10^{-4}$	$8.8 \times 10^{-5}$	$1.6 \times 10^{-5}$
单个 LED, 5nm	5nm	0.08	$4.4 \times 10^{-3}$	$8.0 \times 10^{-4}$	$4.4 \times 10^{-4}$	$8.0 \times 10^{-5}$
阵列, 1nm	1nm	0.11	$1.2 \times 10^{-3}$	$2.2 \times 10^{-4}$	$1.2 \times 10^{-4}$	$2.2 \times 10^{-5}$
阵列, 5nm	5nm	0.11	$6.1 \times 10^{-3}$	$1.1 \times 10^{-3}$	$6.1 \times 10^{-4}$	$1.1 \times 10^{-4}$

## [0169] 信噪比

使用来自表4和等式15中的电流算出散粒噪声支配的信噪比,我们可计算出同一组的条件下的极限SNR值。这些计算的结果在以下表5中可找到。

## [0170] 表5

各种情景的SNR和噪声水平

源和带宽	SNR	80Hz取样速率	噪声水平
单个LED, 1nm	58,600		$\pm 1.7 \times 10^{-5}$ AU
单个LED, 5nm	131,000		$\pm 7.6 \times 10^{-6}$ AU
LED阵列, 1nm	68,500		$\pm 1.5 \times 10^{-5}$ AU
LED阵列, 5nm	154,000		$\pm 6.5 \times 10^{-6}$ AU

## [0171] 取样速率

检测器将使用80Hz的取样速率来显示色谱图,从而模拟当前方法并且降低散粒噪声。然而,检测器中的电光部件本身能够以高得多的频率操作。如表6所示,DMD可能是系统的限制因子。

## [0172] 表6

用于动态元件的最大操作频率

元件	相关规格	值	最大频率
LED	上升时间	$< 1\mu\text{s}$ (其由驱动电子器件支配)	1MHz
DMD	图案速率	9.5kHz	9.5kHz
光电二极管	上升时间	约 $2\mu\text{s}$	0.5MHz
ADC	样本速率	1MHz	1MHz

[0173] 如果DMD 8被认为是在多个波长间分时,那么显然9.5kHz将支持在80Hz下对118个信道进行连续取样。由于仪器具有1nm的最小带宽为和110nm的范围,因此此特征可允许同时在每一波长处全取样,从而模拟光电二极管阵列检测器功能,同时维持与可调谐UV检测器共用的参考策略的益处。即使在整体范围上全取样,DMD 8也有7%的多余容量,该多余容量可用于在取样时环路中的自动波长和暗电流校准。

[0174] 在DMD 8的能力得到充分利用之后,其余部件具有至少50倍的约10kHz速率可用。此多余容量可用来多次对由DMD 8形成的每个图案进行取样并且使用平均值滤除噪声。散粒噪声与取样速率的平方根成比例增加,并且平均值使噪声减小了样本数目的平方根,因此散粒噪声将不会被改进。然而,信号中存在的其他噪声源可通过此方法被有效地滤除。

[0175] 1MHz的电子取样速率可准确地表征仪器动态。此类信息可用于优化机器特定的操作和故障排除,从而为最终用户提供了提高的性能和可靠性。

## [0176] 预期的分辨率

在实施方案中, DMD 8上的微镜的每个柱22对应于波长中的0.135nm台阶。然而, 入口狭缝12的宽度防止此尺寸的带宽。分辨带宽的此步长实际上是仪器的理论下限。实际上, 若干因子将使此数字增加到凭经验可实现的分辨率。

#### [0177] 分辨率敏感度

为了准确估计检测器4的分辨率, 我们将不得不将其敏感度表征为若干变量: (1) 在入口狭缝12与球形光栅14之间的距离; (2) 在球形光栅14与DMD 8之间的距离; (3) 入口狭缝12的宽度; 和(4) DMD 8与光栅14的谱面之间的角偏差。所有这些可纯粹地按光路的几何形状而确定为一阶。

[0178] 如果我们将 $L_\alpha$ 作为入射狭缝相对于光栅的位置, 那么我们可找到 $L_\alpha$ 的变化与分辨率的变化之间的关系, 如等式17所示, 其中 $R$ 是分辨率并且 $d_l$ 是光栅的线性色散。

$$\frac{dR}{dL_\alpha} = 2 |dL_\alpha| NA d_l \quad (17)$$

[0179] 相同关联可适用于DMD相对于光栅 $L_H$ 的位置 $L_H$ 。我们已知入口狭缝宽度与分辨率之间的关系, 并且在 $d_l$ 是常量的情况下, 它们是彼此成正比。最后, 我们可定义角偏差 $d\theta_{DMD}$ 与分辨率之间的关系。使用小角近似, 我们可得到等式18中所示的表达式, 其中 $L_{DMD}$ 是数字微镜阵列的长度。

$$\frac{dR}{d\theta_{DMD}} = d\theta_{DMD} (L_{DMD} NA d_l) \quad (18)$$

[0180] 综合所有这些因子, 我们可得到关于分辨率对所有这些因子的敏感度的表达式, 如等式19中给出。

$$\frac{\partial R}{\partial L_\alpha \partial L_H \partial w_{slit} \partial \theta_{DMD}} = 2 NA d_l (|\partial L_\alpha| + |\partial L_H|) + \partial w_{slit} d_l + \partial \theta_{DMD} (L_{DMD} NA d_l) \quad (19)$$

[0181] 此敏感度表达式可用作在机械设计期间的误差预算基础以确保具有此光学工作台的检测器的实际的分辨率符合其目标规格。

#### [0182] 与现有液相色谱UV检测器的比较

表7提供了本文提供的检测器4与若干市售检测器的规格的比较。

#### [0183] 表7

具有可调谐UV和光电二极管阵列检测器的  
UVC LED检测器能力的比较

规格	TUV	PDA	UVC LED
波长范围	190nm至700nm	190nm至700nm	在210nm至320nm的范围内变化
取样速度	80Hz	80Hz	在80Hz至9.5kHz的范围内变化
噪声水平	$2 \times 10^{-6}$ 至 $6 \times 10^{-6}$	$3 \times 10^{-6}$	$6.5 \times 10^{-6}$ (散粒噪声, 无滤波器)
带宽	5nm至6.5nm	1.2nm至4nm	在1nm至110nm的范围内变化
分辨率/准确度	$\pm 1$ nm	$\pm 1$ nm	$\pm 0.2$ nm
源辐照度	$0.1 \mu\text{W nm}^{-1} \text{cm}^{-2}$	$0.1 \mu\text{W nm}^{-1} \text{cm}^{-2}$	在最多至 $1.5 \mu\text{W nm}^{-1} \text{cm}^{-2}$ 的范围内变化
自参考	是	否	是
自校准	5分钟 (在暖机时)	5分钟 (在暖机时)	0.05秒 (任何时间)
启动时间	20分钟	20分钟	<1分钟

[0184] 基于AlN的LED与传统UV光源相比具有许多优点诸如增加的寿命、每单位带宽的较

高强度、低发热量,并且可快速地进行调制。DMD 8允许在多个波长上的分时、可变带宽、和多种类型的自动校准的可能性。

#### [0185] 实施例III

##### 预示性光学检测器

在实施方案中,检测器4包括多个LED(有时也被称为“块组”)作为光源50。LED具有氮化铝(AlN)衬底以在与氙UV灯的波长相当的低UV波长范围内发射光。为了覆盖更宽范围的波长,检测器4可具有最多至多个LED 6(即,最多至12个)以产生在210nm与320nm之间的峰值波长的任何组合。可通过记录在一个或多个特定波长处吸收的UV辐射的量来确定样本中的特定物质(本文称为“成分”或“化合物”)的存在和浓度。可使用熔融石英光纤(未示出)将来自LED 6和板上汞弧校准灯(未示出)的光传输到入口狭缝12。

[0186] 在实施方案中,入口狭缝12具有1mm长且40微米宽的单个孔径以将光投射到球形全息光栅上。光栅将根据其波长来衍射光并且将使光束58聚焦到数字微镜装置(“DMD”)8上。DMD 8可选择单波长或某个范围的波长并将光束58朝球面镜56反射。未被选择的波长可被导引到光转储54上。入射在球面镜56上的光可朝分束器60反射,分束器进而将小部分光朝参考光电二极管62导引。其余的光将通过流通池66导引到主要光电二极管64。参考光电二极管62可通过直接消除不同形式的噪声来增强经处理的数据的信噪比(“SNR”)。检测器4可以是多功能的,具有与TUV或PDA类似(或改进)的能力。即将在以下表8中示出UV-LED检测器的建议规格:

表8

UV-LED检测器规格

规格	UV-LED检测器
波长范围	在210 $\mu\text{m}$ 至320 $\mu\text{m}$ 的范围内变化
取样速度	在80Hz至9.5kHz的范围内变化
噪声水平	$6.5 \times 10^{-6}$ (散粒噪声,无滤波器)
带宽	在1nm至110nm的范围内变化
分辨率/准确度	$\pm 0.2\text{nm}$
源辐照度	在最多至 $1.5\mu\text{W nm}^{-1}\text{cm}^{-2}$ 的范围内变化
自参考	是
自校准	0.05秒(在运行期间的任何时间)
启动时间	<1分钟

#### [0187] 实施例IV

##### 光学工作台组件的设计考虑

##### 材料选择

用于光学工作台组件40的特定材料的属性可以包括表征预期维修所需的材料的一组物理、机械和化学性质。材料选择的Ashby材料选择方法具有四个步骤:(1)将设计要求变换为定量和定性的术语,诸如功能、约束、目标和自由变量;(2)基于从约束得到的属性限制对材料进行初始筛选;(3)根据材料指数对筛选出的材料进行排序,这是最大化或最小化目标的优良标准;和(4)根据支持信息诸如可用性、成本、工作环境中的行为对材料进行最终筛选以得到排名在前的材料。参见Ashby, M. F., “*Materials Selection in Mechanical*

Design”，第三版，第3版，2005年。

#### [0188] 变换

任何工程部件都有许多功能，诸如：支撑荷载、传导热量、承受压力等。这些功能可以在经受由设计规定的某些约束诸如最大尺寸、厚度、最大荷载能力等的情况下实现。在设计过程中，设计人员期望实现他或她的设计目标（诸如使部件更轻或更便宜），并且为了实现这些目标，他或她都可以自由操纵未受到设计要求约束的变量。这些被称为是自由变量。因此，材料选择的第一步骤是根据功能、约束、目标和自由变量重新解释设计要求。

#### [0189] 筛选

初始筛选消除不符合由约束设定的基本要求的材料。这些约束被称为是属性限制。筛选在绘出感兴趣性质（例如，杨氏模量对密度或强度对密度）的组合的材料选择图表的帮助下且通过绘出被每个材料类别占据的属性空间中的字段和由单个材料占据的子字段来进行。属性限制在材料选择图表上以水平线或竖直线绘制。位于由属性限制限定的最佳区域中的材料匹配设计要求并且有可能将用于最终产品/设计。

#### [0190] 排名

为了对筛选出的候选进行排名，得到称为材料指数的优化标准，其测量材料与设计要求的匹配程度。它是限定性能的属性或属性组，因此最大化材料指数将最大化给定设计的性能。

#### [0191] 支持信息

在对满足所有设计约束且满足客观要求的最佳候选进行排名并简短地列出之后，其他细节对于为设计选择最终最佳材料是必需的。所需的细节是特定环境中的腐蚀行为、可用性和定价信息、材料过去历史方面和确定的用途、内部专业知识或用于制造的机械工具的可用性等。

#### [0192] 制造工艺选择

类似材料选择过程，制造工艺通过将设计要求转换为功能、约束、目标和自由变量进行选择。功能限定最终成品的意图。可基于设计要求来设定约束，诸如材料、形状、质量、截面厚度、公差要求和年生产量。目标限定制造工艺的哪个参数（成本、质量时间等）需要被最大化或最小化。自由变量通常是可满足目标的同时也可满足约束的制造工艺或制造工艺链的选择。在执行初步筛选时，不满足基本设计要求的工艺将被淘汰。选择图表诸如工艺材料矩阵、工艺形状矩阵、属性条形图用于选择适当制造工艺。在选择最适合的制造工艺时，也考虑到另外信息，诸如特定制造工艺的可达性和基础设施可用性。

#### [0193] 实施例V

##### 光学工作台组件构造和可维修性

在光学工作台组件40中，产品正常运行所需的零件可包括易于对准和组装的零件。部件可以是在插入时阻力小或没有阻力的部件。可提供倒角以引导插入两个配合零件。优选地，可提供大间隙并小心地避开间隙，这将导致零件在插入期间堵住或停下的倾向。公共零件、工艺和方法可以在所有型号并甚至是产品线中被标准化以允许使用通常导致更低产品成本的更大批量生产工艺。零件可经设计成，使得其在被释放之前进行定位。

[0194] 当零件在其正确定位之前在其组装地点被释放时产生潜在问题来源。在这些情况下，依赖对零件的轨迹的充分重复以确保其一致性。应当尽可能地避免在操纵子组件期间

或在放置另一零件期间按住部件的必要性。对于手动组装, 接取和视觉都优选地不受到限制。对于自动组装, 从上方直线插入是优选的。

[0195] 为了避免与光学工作台组件40的可制造性、可靠性、可维修性相关的问题和争论, 以较早期模型来考虑问题或争论可以防止重复相同错误。Anderson, D. M., “*Design for Manufacturability: How to Use Concurrent Engineering to Rapidly Develop Low-Cost, High-Quality Products for Lean Production*”, CRC Press, 2014年。组装顺序可在设计产品时同时进行设计。针对容易的零件制造、材料处理和产品组装进行设计是主要的设计考虑因素。即使劳动力成本据报为销售价格的一小部分, 制造、加工和组装中的问题也会产生巨大开销成本, 导致生产延迟, 并且需要宝贵时间资源。

[0196] 过度约束装置导致高公差要求。它也在组装中引起应力。过度约束也是高成本的, 从而导致质量问题 and 功能折损, 因为该设计将只会在以极为严格的公差制造零件时才起作用。另一方面, 欠缺约束可以具有一个或多个不固定自由度, 并且因此导致零件松散组装。建议避免过度约束组装或对组装欠缺约束。Whitney, D. E., “*Mechanical Assemblies: Their Design, Manufacture, and Role in Product Development*”, 第1期, Oxford University Press, 2004年。

[0197] 光学工作台组件40的部件和组装零件可以被设计成使得存在用于进入此装置的无障碍路径, 从而防止损坏部件、零件或光学工作台组件40。另外, 无论是工人还是机器人臂, 工具和工具操作人员都可无障碍地接取工具来进行组装和修理。在手动组装产品过程中出现的令人棘手的扭曲可能导致员工疲劳、通量减慢、产品质量差, 并甚至使导致工人受伤。Anderson, D. M., “*Design for Manufacturability: How to Use Concurrent Engineering to Rapidly Develop Low-Cost, High-Quality Products for Lean Production*”, CRC Press, 2014年。优选地, 单独部件和/或子组件是可独立替换的, 其优点是易于替换零件而无需先移除其他零件。组装顺序就可更灵活, 因为零件可按任意顺序添加。可独立替换的零件的另一优点是可稍后在工厂或现场容易地添加选件。在供应链方面, 这有助于应对零件短缺, 从而允许构建产品的其余部分以及部件或零件不可用的情况。

[0198] 考虑到组装顺序, 平均故障时间最短的部件优选地在末端处组装(特别是对于不能单独替换的部件的组件) 并且最容易从组件移除, 使得可容易地替换组件而不造成太多麻烦。在实施方案中, 未来升级和其他零件选项可容易地组装到产品中而不需要进行完整重新设计。这通过增加未来升级提高了总体产品寿命并且即使在产品生命周期后期阶段也有助于产生更多利益。对未来升级的考虑包括允许用于增加的零件的空间、安装孔、零件入口、工具入口、软件重新配置、额外公用设施容量等。

[0199] 产品架构可根据需要构建为模块和子部件。子组件可构建在专门部门中并与总体产品分开测试。这简化了制造和组装过程。另外, 子组件也简化了产品测试, 因为单独的子组件可预测试和/或不需要在最终组装期间进行大量重新测试。用子组件识别产品中的故障模式和质量问题也更容易。然后, 诊断注意力可集中在最有可能发生故障的子组件上。由于有缺陷的组件或零件可容易地修理或替换为新的, 因此子组件也可改进可维修性。模块化设计允许用升级的模块替换旧的模块, 从而提高产品的寿命和性能。

[0200] 最终, 应当避免使用液体粘合剂和密封剂进行组装。用粘合剂和密封剂达长干燥时间可折损流程制造。相反, 可考虑到替代方案, 诸如涂有保留化合物的螺钉或螺母、带变

形螺纹的紧固件、锁定垫圈、柔顺垫圈或甚至有效的设计策略诸如最佳外壳和内置密封件。

#### [0201] 热管理

因热梯度或因温度随时间而变化造成的部件的热扭曲是部件中的不可重复性和尺寸不稳定性的常见原因。这因热引发的错误而不利地影响产品功能。以下即将讨论一些提高热稳定性的指导原则。Hale, L. C., “*Principles and Techniques for Designing Precision Machines*”, MIT, 1999年。

#### [0202] 敏感度降低

光学工作台组件40的部件可以使得在对称结构中实现对称温度分布的方式来组装,这进而减少了热扭曲。具有低热膨胀系数的材料可以用于减少因温度变化造成的几何形状的变化。具有最关键温度敏感度的部件可位于进气口附近以提供最冷的空气流。

#### [0203] 热源管理

热源放置在受控环境外,并且如有可能,可以消除不必要的热源。可使用小风扇来散热以避免热点。耗散较少热量的组件优于高热量耗散的部件。热源可与其他敏感部件隔离,并且可以防止除热流体流过系统的其他敏感零件。通过将部件放在外壳出气口附近,可实现具有高热量耗散部件的隔离。具有受控环境的热源可以保持不变,而热量耗散量不随时间变化。

#### [0204] 对机器环境的控制

可控制房间/实验室空气温度以减少光学工作台组件的温度变化。可防止热量泄漏进出房间/实验室以减少房间空气温度的变化。光学工作台组件40的结构可被隔离,并且计量环路的温度可被控制。流过子组件/部件的温度受控的流体可用于调节其温度。也可考虑粘性发热在高速流体流动中的影响。实际上,人体标示约100瓦的热源。因此,建议使用绝缘服装诸如手套用于精确应用。可通过光学工作台组件外壳加压或吹气使灰尘保持在光学工作台组件40外壳外。可使用尽可能大的滤波器以增加灰尘容量且降低压降。温度控制是减少热误差的最可靠、最有效且最便宜的方法。设计挑战是如何以最小的成本来提供充分控制。

#### [0205] 震动隔离

机械震动是机械系统的突然且严重的非周期性干扰,其导致了可能损坏该系统的显著的力。震动荷载在被施加到部分或整个的光学工作台组件40时可导致光学外壳的弹性变形或非弹性变形、光学对准的损伤和/或易碎光学部件的故障。在装运过程中常常遇到此类状况,例如在运输卡车遇到凹坑或凸块时、或在某人在移动光学工作台组件40的情况下使光学工作台组件意外掉落时。系统中的震动的主要原因中的一些包括:(1)因突然引入能量造成的系统能量水平的突然变化;(2)突然的力的施加;和(3)系统的运动、速度或加速度的突然变化。被称为震动脉冲的短时间瞬态荷载具有复杂波形。为了简化分析,可以将复杂波形近似为具有已知响应的最接近的简单波形。输入震动脉冲以最大振幅、持续时间和近似形状表征。

[0206] 遇到物体的大部分的震动脉冲可分类为半正弦震动脉冲、正弦震动脉冲、矩形震动脉冲、三角震动脉冲、跌落/自由落体震动、速度脉冲、加速度脉冲和力脉冲。抗震性是由其脆弱性限定的,而脆弱性继而表达为表现为最高加速度水平,超过最高加速度水平,设备就将无法在规格内进行操作。防震安装架用于吸收输入加速度并且在更宽时基上释放震动

能量,从而降低输出加速度。防震安装架不应允许输出加速度超过组件中的最脆弱的部件的易碎水平。光学工作台组件40规格一般在呈重力倍数的加速度方面限定脆弱性。与正常手动处置光学仪器相关联的震动水平在3G左右。Yoder, P., “*Opto-Mechanical Systems Design, Fourth Edition, Volume 1: Design and Analysis of Opto-Mechanical Assemblies*”, 第1卷, CRC Press, 2015年。

#### [0207] 振动隔离

每个结构都具有在某些频率下振动的倾向,这些频率称为自然频率或谐振频率。一台设备的固有频率由等式1给出,其中k是硬度并且m是设备的质量。

$$f_n = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{m}} \quad (20)$$

[0208] 每个固有频率与被称为模式形状的某个形状相关联,模式形状是模型在该频率下振动时倾向于假定的。共振是其中结构或部件由在其固有频率中的一者下的动态载荷激励而造成部件中的大位移和应力的状态。对于未阻尼系统,共振在理论上导致无限运动。然而,阻尼限制因谐振荷载造成的结构响应。

[0209] 振动能量流动效率用可传输率来量化,可传输率被限定为动态输出与动态输入的比率。换句话说,可传输率量化强制振动可产生激励振动的效率性。隔振通过维持干扰频率与该系统的固有频率之间的适当关系实现。可传输率测量隔离器在减少振动方面的有效性。

[0210] 图25示出了相对于干扰频率与该系统的固有频率的比率绘制的可传输率。在图25中,曲线显示干扰频率低于该系统的自然频率,可传输率接近1。当干扰频率接近固有频率时,可传输率高。这暗示了输出高于输入。当干扰频率与固有频率的比率大于  $\sqrt{2}$  时,可传输率小于1并且系统因输出低于输入被隔离。常常使用弹性体弹簧隔振。大多数隔振器也有阻尼,但使程度不同。在无阻尼的情况下,即使激励荷载移除,系统也会继续以其谐振频率振动延长的时间段。在有阻尼的情况下,由于激励能量中的一些被转化为热量,振荡迅速衰减。阻尼的量越大,共振时的可传输率越低。阻尼在系统以自然频率或接近自然频率操作时是有利的,因为它减小了共振时的峰值响应。

#### [0211] 可维修性设计

如图26所示,光学工作台组件40可以被设计成使得各个子组件可独立地进行替换。可独立替换的部件和子部件存在有多个优点。首先,其允许子组件诸如光栅组件和镜组件在被组装到光学工作台之前被独立地校准和测试。其次,改进光学工作台组件40的可维修性,使得组件中的非功能零件可移除以进行修理,或者其可用新的零件来替换,而不必首先移除任何其他部件。第三,组件和零件可以任何顺序添加,而无需按任何特定组装顺序。使用可独立替换的子组件的另一优点是,单个零件的任何兼容未来升级均可与当前系统无缝集成,从而延长检测器的产品生命周期。最后,光学工作台组件40可以用于具有类似光学布局但具有不同部件零件规格的其他检测器。

#### [0212] 实施例VI

##### 光学工作台组件

如本文所述,光学工作台组件40包括光学部件和结构部件(有时统称光学工作台组件

40部件或部件)。光学工作台组件40的光学部件可包括：(1)光入口狭缝12；(2)球形光栅14；(3)数字微镜装置(DMD)8；(4)凸球面镜56；(5)分束器60；(6)参考光电二极管62；(7)主要光电二极管64；和(8)流通池66。本文所述的光学工作台组件40的结构部件包括：(1)光转储54(在本文中有时称为“光转储器/遮光罩”或“遮光罩”)；(2)光学工作台组件壳体44；(3)光学工作台组件盖70；(4)镜；(5)光栅安装机构71；(6)多个安装支架72；和(7)多个紧固件73。

[0213] 在光学工作台组件40中，可定位光学部件以消除安装在台上的任何两个部件之间的相对运动。每个部件都可与波长范围从150nm到1000nm的光(UV到IR)兼容。光学工作台组件40可以包括光转储54以吸收或以其他方式抑制任何杂散光或充当光束收集器。另外，在本文所述的实施方案中，每个光学部件与振动、震动、外部热源、环境温度变化、灰尘和空气污染物、湿度、以及因溶剂和化学品造成的腐蚀、以及磨损/侵蚀隔离。在光学工作台组件40的实施方案中，可将部件中产生的热量传走。如本文所述，光学工作台组件40可以被制造和组装成允许容易校准和可维修性。在实施方案中，有效维修生命周期可以超过15年。

[0214] 在实施方案中，光学工作台组件40的几何形状由经由UV-LED检测器的光学布局确定的光学部件的相对位置和空间布置来确定。图27描绘了UV-LED检测器的光学布局的实施方案。除了光学部件的空间布置之外，可制造性、组装和可维修性是可确定光学工作台组件40的布局的其他因素。另外，光学工作台组件40的总体高度可由检测器4或检测器模块的高度限制。

[0215] 如图28所示，光学工作台壳体44是将光学元件保持在一起的刚性外壳。光转储54(其可吸收来自光狭缝的任何杂散光)，DMD 8和光栅也可以是光学工作台壳体44的部分。另一特征是光学工作台壳体44中均等地间隔的安装支脚或安装支架72。安装支脚72将光学工作台组件40连接到检测器框架74并且IR充当用于隔震器和隔振器的安装点。光学工作台组件40的侧壁75具有一个或多个狭槽，光学组件通过狭槽进入光学工作台壳体44。狭槽比光学组件的最大尺寸大至足以提供容易的可达性并且防止在组装期间对于光学组件造成损坏。

[0216] 光学工作台组件40可构造成子组件。子组件包括球面镜组件56、光栅14、DMD 8、分束器60和参考光电二极管62、以及流通池66。分成子组件允许在组装到光学工作台组件40之前对镜56和光栅14进行单独的校准和测试。子组件允许在专门部门中构建零件，或将零件外包给成本更低或质量更好的供应商，而不影响光学工作台组件40中的其他零件。选择将子组件连接到光学工作台壳体44的合适方法同样重要。永久性的连结方法并不合适，因为一些光学部件诸如DMD 8和球形光栅14比其他部件的平均故障时间少，并且将需要在它们预期使用寿命大大缩短之后进行替换。

[0217] 因此，连结方法允许所有部件的组装和拆卸。另一方面，某些部件在操作过程中可刚性地固定到位并且不会因轻微振动而松动。例如在光学仪器或检测器中的光学部件的相对定位和取向是关键。光学部件也可单独安装并且在光学工作台上精确对准。鉴于所有上述限制，带螺纹紧固件优选用于进行组装。

[0218] 如图29所示，可使用两个准确地加工的定位销76来定位每个光学部件并且用两个紧固件将其保持在光学工作台42上的适当位置。部件可直接栓接到精确机械加工的光学工作台壳体44上。定位销76可压配合在光学工作台组件40上的机械加工的孔中。在组装过程中，销可有助于部件或零件的对准和取向。销(未示出)还可减少组装所需的紧固件73的数

目并且缩短总体组装时间。光学部件可手动地组装到设计的光学工作台42和部件上,使得组装人员的接取和视觉不受任何其他部件限制。除了在顶盖中之外,紧固件73可以所有子组件中针对公制M4尺寸螺栓而标准化。标准化紧固件73有助于实现规模经济并还简化组装过程。光学工作台壳体中的狭槽具有足够的间隙来实现无阻碍的组装路径并且防止在组装期间对光学部件造成损坏。

[0219] 最后,光学工作台组件40可由可具有以下性质的材料制成:(1)低热膨胀系数以维持尺寸稳定性;(2)高热导率以最小化因热梯度造成的扭曲;(3)高硬度以最小化振动敏感度;和(4)高强度和韧性以最小化在冲击荷载期间的变形。热膨胀可通过具有将光学工作台组件40的平均温度维持在可接受的限制内的有效且稳健的热管理系统来补偿。热梯度导致无法补偿的部件和零件扭曲。因此,在选择材料过程中,可优先考虑到最小化热梯度。另外,振动引起自然激励,自然激励引起噪声进入LC系统2,由此可能严重影响检测器4的功能。在选择最终合适材料时,材料成本和易用性也是重要考虑因素。材料选择的Ashby方法用来为光学工作台找到最合适的材料。

[0220] 表9

用于材料选择的变换图表

功能	支持和保护光学部件
常量	光学工作台的形状和尺寸
目标	最大化热导率、最小化振动敏感度、最小化在冲击荷载期间的变形
自由变量	材料

[0221] 光学工作台组件40可用能容易地消除内部部件操作期间产生的热的材料制成,以防止在光学工作台42内形成高温。这可以通过使用具有高导热系数值的材料实现。在第一筛选步骤,排除导热系数小于10W/mK的材料。如图30所示,在第一筛选步骤后,只有金属和大部分陶瓷能够作为合适的材料。通过考虑流过光学工作台壁的一维热流的简单情形来确定出性能指数。式21给出了稳态Fourier定律,其中:

$$q = -\lambda \frac{dT}{dx} \quad (21)$$

[0222] 最小化热梯度的材料指数

通过考虑流过光学工作台壁的一维热流获得性能指数。式22给出了稳态Fourier定律,其中q是热流, $\lambda$ 是材料的导热系数, $\frac{dT}{dx}$ 是温度梯度。

$$q = -\lambda \frac{dT}{dx} \quad (22)$$

[0223] 式23给出了由于温度梯度产生的应变,其中 $\alpha$ 是材料的线性膨胀系数,并且 $\Delta T$ 是光学工作台壳的温度与环境温度的差值。

$$\epsilon = \alpha \Delta T \quad (23)$$

$$\frac{d\epsilon}{dx} = \alpha \frac{dT}{dx} \quad (24)$$

[0224] 式25是组合式23和式24得到的,其中 $\frac{d\epsilon}{dx}$ 是由温度梯度造成的变形的度量。

$$\frac{d\epsilon}{dx} = q \left( \frac{\alpha}{\lambda} \right) \quad (25)$$

[0225] 现在可以通过最小化  $\frac{\alpha}{\lambda}$  的值或者选择具有大  $M_1$  指数值的材料最小化热梯度,  $M_1$  在式26中给出。

$$M_1 = \frac{\lambda}{\alpha} \quad (26)$$

[0226] 为获得良好的尺寸稳定性并最小化热梯度造成的变形, 材料应具有低热膨胀系数和高导热系数。图31表明, 指数  $M_1 = \frac{\lambda}{\alpha}$  的值在向图右下方移动时增加。参数限值设置为  $\lambda = 10 \text{ W/mK}$  and  $M_1 = 10^7 \frac{\mu \text{ stain/K}}{\text{W/mK}}$  以排除具有低导热和高热膨胀的材料。金属例如铝、

铜、钨合金、硅和技术陶瓷例如碳化物、碳化硅、氮化铝满足上述条件。

[0227] 最小化振动敏感度的材料指数

通过最大化部件的天然频率最小化对外部刺激的敏感度。为简明起见, 假设光学工作台安装在两个装配支架上, 激发力通过其重心作用。这等效于b侧的一个轻而硬的方梁, 受到三点弯曲负载。上述条件中梁的硬度由式27给出, 其中F是作用于梁的力,  $\delta$ 是梁的偏移, E是梁材料的杨氏模量, L是梁的长度, I是面积的二次矩, 由  $\frac{b^4}{12}$  或  $\frac{A^2}{12}$  给出, A是梁的横截面积, C是常数, 其值由负载类型决定。

$$S = \frac{F}{\delta} = \frac{CEI}{L^3} \quad (27)$$

[0228] 梁的质量由式28给出, 其中 $\rho$ 是梁材料的密度。

$$m = \rho AL \quad (28)$$

[0229] 将硬度和惯性二次矩的式与质量式组合, 得到式29。

$$m = \left( \frac{12S}{C} \right)^{1/2} (L)^{5/2} \left( \frac{\rho}{E^{1/2}} \right) \quad (29)$$

[0230] 弯曲振动具有最低频率, 正比于  $\frac{E^{1/2}}{\rho}$ 。Ashby, M. F. *Materials Selection in Mechanical Design Third Edition*, 第三版, 2005. 因此, 可以通过选择具有大  $M_2$  指数值 (在式30中给出) 的材料最小化振动敏感度。

$$M_2 = \frac{E^{1/2}}{\rho} \quad (30)$$

[0231] 图32表明, 指数  $M_2$  的值在向图左上方移动时增加。参数限值设为  $E = 1 \text{ GPa}$  和

$M_2 = 1 \frac{\text{GPa}^{1/2}}{\text{Mg/m}^3}$  以排除低硬度材料。满足上述条件的一些材料是陶瓷、大部分金属、复合

物和一些天然材料诸如木材。

[0232] 最小化冲击负载期间变形的材料指数

在冲击负载中,假设质量为m的光学工作台在重力作用下从高度h掉落。在与地面接触后,光学工作台由于产生的应力变形。变形的量取决于部件的硬度。冲击后势能U的改变在式31中给出。

$$U = mgh \quad (31)$$

[0233] 此能量被材料通过部件变形吸收。这称为应变能,由式32给出,其中 $\sigma$ 是冲击载荷造成的应力, $\epsilon$ 是材料中发生的应变,V是部件的体积。

$$\text{应变能} \propto \sigma\epsilon V \quad (32)$$

[0234] 式33中给出了Hooke关系定律。

$$E = \frac{\sigma}{\epsilon} \quad (33)$$

[0235] 用式32减去式33,得到单位体积弹性应变能,其表达在式34中给出。

$$\text{单位体积储存的弹性应变能} \propto \frac{1}{E} \sigma^2 \quad (34)$$

[0236] 如果冲击负载后产生的应力 $\sigma$ 超过材料的破坏强度 $\sigma_f$ ,光学工作台将永久变形。因此,为避免变形,冲击负载后部件中产生的应力可小于材料的破坏强度。此限制由式35表示。

$$\sigma \leq \sigma_f \quad (35)$$

[0237] 可储存在物体内而不造成永久变形的最大应变能称为弹性极限应力 $U_m$ ,由式36给出。因此,目标是最大化物体的最大能量密度或弹性极限应力。

$$U_m \propto \frac{\sigma_f^2}{E} \quad (36)$$

[0238] 因此,可以通过选择具有大 $M_3$ 指数值(在式37中给出)的材料最小化冲击负载后的变形。

$$M_3 = \frac{\sigma_f^2}{E} \quad (37)$$

[0239] 图33表明,指数 $M_3$ 的值在向图右方移动时增加。参数限值设为 $E = 1 \text{ GPa}$  和

$M_3 = 100 \frac{\text{MPa}^2}{\text{GPa}}$  以排除具有低杨氏模量和低强度的材料。满足上述条件的一些合格材料

是陶瓷,诸如碳化钨、碳化硅、大部分金属、复合物和聚合物诸如PMMA、PC、聚氨酯和聚酰胺中的至少一些。

[0240] 材料性质比较

表10中列出了材料性质用于比较。表4中给出的材料指数 $M_1$ 、 $M_2$ 和 $M_3$ 的值源自表10。

[0241] 表10

排名前列的材料和常见材料的机械性质

材料	E (GPa)	屈服强度 (MPa)	导热率 (W/mK)	热膨胀率 (10 <sup>-6</sup> /K)	密度 (10 <sup>3</sup> kg/m <sup>3</sup> )
碳化硅	350	3125	155	4	3.1
氮化铝	320	2335	140	5	3.29
铝	72.4	170	151	21.4	2.67
铜	130	265	275	17	8.93
锌	80	265	117	25	6
钢	200	750	15	16	7.8
PEEK	4	50	0.25	133	1.31
块状模塑料 (BMC) 940 [11]	9.5	28	13	30	1.89

[0242] 表11

排名前列的材料和常见材料材料指数

材料	$M_1 = \frac{\lambda}{\alpha}$ ( $\frac{W/mK}{10^{-6}/K}$ )	$M_2 = \frac{E^{1/2}}{\rho}$ ( $\frac{(MPa)^{1/2}}{Mg/m^3}$ )	$M_3 = \frac{\sigma_f^2}{E}$ ( $\frac{(MPa)^2}{GPa}$ )
碳化硅	38.75	6.0	27902
氮化铝	28.00	5.4	17038
铝	6.95	3.2	936
铜	16.17	1.3	540
锌	4.68	1.5	878
钢	0.94	1.8	2813
PEEK	0.002	1.5	1600
块状模塑料 (BMC) 940	0.43	1.6	83

[0243] 如表10和表11所示,碳化硅具有用于光学工作台应用的最好的总体性质,其次是氮化铝和铝。聚合物不适合主要是因为导热率与热膨胀率的比值差,这在高工作温度下会导致变形和尺寸不稳定。

[0244] 材料选择的支持信息

#### UV兼容性

由于检测器使用UV-LED作为光源,用于光学工作台42的材料的一个基本要求是UV兼容并在长期UV暴露下抗光降解。这对于光学台的长寿命也是必要的,因为UV不稳定的材料会随时间降解,变得易碎、裂开、脱色、弯曲等。可以通过用防止UV降解并吸收/抑制任何离散或散射UV辐射的其他材料涂覆基材显著改善UV兼容性。陶瓷和金属与聚合物相比,远不易受到基于UV的破坏。因此,陶瓷例如SiC或AlN和金属诸如铝是比聚合物适于光学工作台的材料。

[0245] 材料成本

图34展示了不同材料类别的单位重量成本。铝和陶瓷(SiC和AlN)的近似成本比较(单位重量成本)显示,陶瓷成本比铝合金高至少5倍。这一成本差异比陶瓷优于铝的性质优势更重要。因此,由于其过高的成本,使用陶瓷作为光学工作台的材料不现实。

## [0246] 可用性

铝及其合金与陶瓷相比,更易获得,并且更广泛使用。铝的生产基础也很成熟,便于获取,并且与陶瓷相比,铝加工更便宜。

## [0247] 铝合金的选择

铝是适于光学工作台的材料的分析考虑了多种因素,例如强度、尺寸稳定性、振动敏感度和成本。铝合金比纯铝具有好得多的用于光学-机械应用的性质。常用的铝合金有Alloy 1100、Alloy 2024、Alloy 6061、Alloy 7075和Alloy 356。其中,Alloy 356是用于通用光学仪器的最适合合金。铝356的主要合金组分是7%的硅和0.3%的镁。该合金的更高纯度的变体(化学组成方面)用数字356前的A表示。铝A356的性质有良好的砂模铸造性、永久铸模和拉模铸造方法使其成为精细和复杂铸造的优秀候选,包括:良好的机械加工性能;中至高强度;出色的抗腐蚀性和良好的焊接性能。铝A356的常用机械性质在下表12中列出。

## [0248] 表12

铝合金A356的机械性质

材料	杨氏模量 (GPa)	屈服强度 (MPa)	导热率 (W/mK)	热膨胀系数 ( $10^{-6}$ K)	密度 ( $10^3$ kg/m <sup>3</sup> )
Al A356	72.4	>165	151	21.4	2.67

## [0249] 实施例VII

## 光学工作台组件的工程分析

可在3D CAD软件模拟中进行跌落测试分析以检测光学工作台42(如本文所述的光学工作台组件40中所用)在受到冲击负载时能否维持其结构完整性。如图35所示,此测试可在假设光学工作台42从1000mm的高度在重力加速度的影响下自由掉落到硬地面上的基部下进行。测试参数符合“Optics and Photonics-Environmental test methods - ISO 9022”(附录A,方法33自由落体测试);Yoder, P., *Opto-Mechanical Systems Design*,第四版,第一卷:*Design and Analysis of Opto-Mechanical Assemblies*,第一卷, CRC Press, 2015.

可分析光学工作台外壳44中由于冲击负载产生的应力的量并与铝A356的屈服强度比较。光学工作台42应被设计为在冲击后不仅维持其形状和外形,而且能保护安装在其内部的组件的部件。为简化组合和分析,光学部件建模为具有与原部件相同质量的立方体。

[0250] 在一个实施方案中,测试了壁厚度为4mm的光学工作台42的冲击负载。壁厚度为4mm的光学工作台42的跌落测试的结果如图36所示。结果表明,最大应力值是233.6MPa。此值远大于铝壁(A356)的屈服强度,后者为约170MPa。结果表明,应力的最大值发生在光栅和镜子安装区域。这不仅会导致光学工作台42的永久变形,也会破坏其中包含的光学部件。

[0251] 因此,在光学工作台42的安装点和检测器框架46的基部应使用多个防震安装架48(震动和振动隔离器)以在发生冲击时保护精密的光学部件。防震安装架也作为光学工作台组件40的振动隔离器。防震安装架48建模为直径25mm长20mm的用氯丁橡胶制成的圆柱体。对从4mm至8mm的不同壁厚度的弹性防震安装架(也称为减震器)的跌落测试分析的结果如图37所示。结果表明应力值显著降低。图37A表明,具有4mm壁厚度的光学工作台42的最大应力值为6.864MPa。这低于铝A356的屈服强度(170MPa)。光学玻璃可以承受6.9MPa(1000psi)

的拉伸应力和345MPa (50000psi) 的压缩应力而不发生问题或损坏,因此,目标是将应力水平控制住6.9MPa以下。Schwertz, K., *Useful Estimations and Rules of Thumb for Optomechanics*, The University of Arizona, 2010.可以通过选择光学工作台42的最优壁厚实现进一步降低最大应力值。

[0252] 光学工作台外壳44在冲击中产生的最大应力与壁75的厚度的曲线如图38所示。曲线表明,跌落测试中,最大应力值在壁厚度为7mm时达到最小值。壁厚度的增加增加了光学工作台组件40的总重量,从而增加了材料成本。因此,6mm和7mm之间的厚度值是最小化应力值和将部件重量维持在可接受限值内的良好的折衷。对于此范围内的厚度值,带有防震安装架48的光学工作台部件40中冲击的最大应力约为5MPa。此值低于玻璃的破坏强度(6.9MPa)。

#### [0253] 振动分析

不可控的振动源例如风扇、空调、泵、马达、公路和铁路交通等可导致精密光学部件中振动引起的性能下降。由于UV光的波长约0.2微米,即使是亚微米范围振幅的振动也会导致有价值的的数据与振动引起的噪声重叠,严重影响检测器的性能。因此,必须将严苛地排布的光学部件与上述振动干扰隔离。

[0254] 光学机械设备中的共振可通过设计高硬度部件,从而使其天然振动频率显著高于预期的驱动力。在3D CAD软件程序中进行频率分析,找到最大化光学工作台的天然频率和硬度的最优壁厚度。在此分析中,光学工作台的安装点固定,让台组件在不同天然频率模式下振动。光学工作台组件40的前5种振动模式在图39中展示。在这前五种振动模式中,模式3是主要问题,因为光学部件振动时相对彼此移动。此模式会影响检测器的性能,因为该模式改变了光学部件之间的相对距离,这会导致分辨率和灵敏度损失。

[0255] 振动分析的结果表明,光学工作台组件40在不同模式中的天然振动频率各自高于1400Hz。此频率范围远高于环境振动干扰,后者通常在4-100Hz的范围内。激发频率和共振频率之间如此大的频率差阻止了光学工作台组件40与其支撑结构之间的能量耦合。因此,光学工作台组件40可以与环境振动干扰隔离。不同光学工作台外壳厚度下光学工作台组件40的模式3(临界模式)天然频率的变化如图40所示。高天然振动频率的部件具有较高的硬度,对外部振动干扰较不敏感。因此,具有最优壁厚度的光学工作台组件40将最大化天然振动频率。

[0256] 频率分析的结果表明,增加壁厚度增加天然振动频率。跌落测试表明,8mm的壁厚度增加冲击负载中的应力值,也增加重量和材料成本。6mm至7mm的壁厚度是良好的折衷,带来跌落测试中的低应力,高天然振动频率(约1800Hz)并使光学工作台组件40的重量在可接受限值内。根据跌落测试和振动分析结果,为光学工作台选择6.35mm(1/4英寸厚)的壁厚度。在可制造性方面,6.35mm壁厚的光学工作台也可以用常规或现金铸造方法方便地制造。

#### [0257] 振动隔离

光学工作台组件40可具有尽可能高的天然共振频率并加阻尼。阻尼是通过选择合适的振动隔离器实现的。振动阻尼器通过将振动能量转移到其他池导致固体物体中的振动衰减到0振幅。阻尼帮助最小化外部振动的的时间和振幅。选择振动隔离器的第一步是确定光学工作台组件40要使用的环境的严苛程度和应用的严苛程度。这两个因素决定光学工作台组件40所需要的隔离级别。

[0258] 液相色谱仪器通常在实验室环境中工作,因此外部振动干扰通常在4-100Hz的范围内。光学工作台的主要振动源是检测器模块中的冷却风扇、驱动进样针驱动机构的马达以及样本管理器中的泵和马达。考虑到风扇和马达的额定速度在1500-3000rpm范围内,激发频率在25-100Hz范围内。因此,可通过使用振动隔离器隔离高于25Hz的所有频率。低于25Hz范围的任何激发频率对检测器系统没有显著影响。

[0259] 在计算振动隔离器的正确规格时,考虑最低干扰频率。这是因为如果最低频率被隔离,那么所有其他更高的频率也将被隔离。本文中说明了振动隔离的理论。下文说明了为光学工作台系统寻找合适的振动隔离器的计算。从3D CAD模型获得的光学工作台组件40的质量W是3.086kg。假设光学工作台组件40的重心位于水平面中央,每个安装点的负载 $W_L$ 在式38中给出。

$$W_L = \frac{W}{4} \quad (38)$$

[0260] 如本文所述,为将光学工作台与振动干扰有效隔离,在式39中给出了最大隔离器天然频率 $f_n$ ,其中 $f_d$ 是最小干扰频率。

$$f_n = \frac{f_d}{\sqrt{2}} \quad (39)$$

[0261] 此天然频率的静态偏移 $\Delta_s$ 在式41中给出,其中g是重力加速度。

$$f_n = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{g}{\Delta_s}} \quad (40)$$

$$\Delta_s = \frac{g}{(2\pi f_n)^2} \quad (41)$$

[0262] 安装点处的隔离器需要的弹簧刚性系数在式42中给出。

$$K = \frac{\text{负载/安装架}(W)}{\text{偏移 } \Delta_s} \quad (42)。$$

[0263] 表13说明了计算的值,可提供所需隔离水平的振动隔离器的 $f_d$ 、 $f_n$ 、 $\Delta_s$ 和K。

[0264] 表13

#### 振动隔离器的选择

每安装点负载 $W_L$ (kg)	外部干扰频率 $f_d$ (Hz)	最大隔离器天然频率 $f_n$ (Hz)	静态偏移 $\Delta_s$ (mm)	隔离器弹簧刚性系数K (kg/mm)
0.772	25	17.677	0.8	0.965

[0265]  $f_n$ 低于17.677Hz的隔离器将隔离光学工作台组件40与外部振动干扰。许多匹配表13中所示规格的振动隔离器可从网上购买。如图41所示的Tech Products的Bubble安装架具有8Hz的天然频率。所述安装架是用氯丁橡胶制成的,氯丁橡胶抗大部分溶剂,每个安装架可承受2kg的负载。该隔离器的尺寸也兼容光学工作台安装脚的尺寸。

[0266] 选择的隔离器的可透性在式43中给出。

$$f_n = \left| \frac{1}{1 - \left(\frac{f_d}{f_n}\right)^2} \right| \quad (43)$$

[0267] 表14表明,所选的振动隔离器将为光学工作台提供88.59%的隔离。

## [0268] 表14

## 振动隔离器的可透性

诊断隔离器天然频率 (Hz)	可透性	隔离 (%)
8	0.11408	88.59

## [0269] 热分析

## 自然对流换热系数的计算

在进行热分析前,可估计自然对流换热系数。为简化计算,光学工作台42假设为如图42中所示的239×112×261mm的盒77。自然对流换热系数计算的理论由Çengel说明。Çengel, Y. A., *Heat and Mass Transfer: A Practical Approach*, 第3版, McGraw-Hill, 2007。

环境室温假设为27℃ (300K)。DMD中的微镜阵列是光学工作台组件40的主要热源,它的最大工作温度约为60℃。Texas Instruments, *DLP4710 0.47 1080p DMD 1*, no. 1, 2015。因此,光学工作台部件和环境空气的最大温差是 $\Delta T=33^\circ\text{C}$ 。盒的所有侧面可假设为112mm高的竖直表面。竖直表面的自然对流换热系数 $h_1$ 在式44中给出,其中 $\Delta T$ 是温差, $L_1$ 是特征长度。

$$h_1 = 1.42 \times \left(\frac{\Delta T}{L_1}\right)^{0.25} \quad (44)$$

[0270] 表15示出了特征长度为0.112m的光学工作台侧表面的自然对流换热系数。

## [0271] 表15

## 光学工作台竖直表面的自然对流换热系数

特征长度 $L_1$ (m)	温度差 $\Delta T$ (°C)	竖直表面的自然对流换热系数 $h_1$ ( $\text{W}/\text{m}^2\text{°C}$ )
0.112	33	5.88

[0272] 类似地,顶面和底面可以假设为长方形水平表面。水平表面的特征长度 $L_2$ 在式45中给出。

$$L_2 = \frac{4A}{P} \quad (45)$$

[0273] 表16示出了面积为0.0623m<sup>2</sup>并且周长为1m的顶面和底面的特征长度。

## [0274] 表16

## 光学工作台顶面/底面的特征长度

顶面/底面的面积A (m <sup>2</sup> )	顶面/底面的周长P (m)	特征长度 $L_2$ (m)
0.0623	1	0.249

[0275] 底面和顶面的自然对流换热系数在式46中给出,其中 $\Delta T$ 是温差, $L_2$ 是特征长度。

$$h_2 = 1.32 \times \left(\frac{\Delta T}{L_2}\right)^{0.25} \quad (46)$$

[0276] 表17示出了特征长度为0.249m的光学工作台42的底面和顶面的自然对流换热系数。

## [0277] 表17

## 光学工作台组件水平面的自然对流换热系数

特征长度L (m)	温度差 $\Delta T$ (°C)	水平表面的自然对流换热系数 $h_2$ ( $\text{W}/\text{m}^2\text{°C}$ )
-----------	---------------------	--

0.249	33	4.48
-------	----	------

[0278] 上述自然对流换热系数值可用于热分析。

#### [0279] 光学工作台组件中的热的热源

所提出的UV-LED检测器具有最多11个LED,每个LED额定功率为1mW。如本文所述,来自每个LED的光通过光纤传输到光纤台42上的光缝。从单个光学部件耗散的热量的量可以根据这些效率值计算。DMD是光学工作台组件40中最显著的热源。DMD阵列的最大热输出功率是1.1W。Texas Instruments, *DLP4710 0.47 1080p DMD 1*, no. 1, 2015.光学工作台中的部分热源在图43中说明。

#### [0280] 稳态热分析

稳态热分析结果在图44中示出。结果表明,台中的最大温度梯度不超过0.388K。由于铝A356的热膨胀系数为 $21.4 \times 10^{-6} \text{m/mK}$ ,光学工作台的最大线性尺寸为约261mm,小于或等于0.388K的温度差会导致小于或等于 $2.167 \times 10^{-6} \text{m}$ 的差异膨胀。

[0281] 上述结果也表明,光学工作台的稳态温度接近环境温度(在此案例中是300K)。改变环境温度的更多分析表明,环境温度变化会导致光学工作台组件40的稳态温度的变化。因此,为使检测系统有效有效工作,需要解耦大气温度变化的影响,将光学工作台的温度维持在恒定值。这可以通过设计良好的热管理系统实现。

#### [0282] 实施例VIII

##### 热管理考虑

光学部件对热变形极为敏感。由于光学工作台所需的精密度与UV波长相似,即使轻微的热变形也会严重影响检测器光源的正确工作。因此,热管理系统和可靠的设计策略对维持光学工作台的尺寸稳定性并将其与环境温度变化隔离极为重要。光学工作台的热管理策略是:(1)材料选择降低热变形;(2)热管理的组件设计考虑;以及(3)检测器热管理系统。

#### [0283] 材料选择中的热管理考虑。

[0284] 如本文所述,为获得良好的尺寸稳定性并最小化热梯度造成的变形,选择具有低热膨胀系数和高导热系数的材料。铝A356具有高导热系数 $\lambda$ (151W/mK)和不高的热膨胀系数 $\alpha$ ( $21.6 \times 10^{-6} \text{/K}$ ),这导致与其他金属和聚合物相比的高 $\frac{\lambda}{\alpha}$ 比值。这使得铝成为光学外壳的优选和常用材料。

#### [0285] 热管理的组件设计考虑

光学工作台组件40设计为所有各个部件的热源(DMD阵列、热池、电子电路和光源)在光学工作台外壳外。这允许外部热管理系统快速冷却部件。部件例如镜子、光栅和DMD也由于受到UV辐射而变热,因此它们与光学工作台主体热连接,光学工作台主体则提供较大的表面积,可用风扇冷却。

#### [0286] 检测器热管理系统

检测器的热管理系统包括按策略放置的风扇、热池和排气口,在光学工作台组件40内提供湍流气流,用于对流冷却。风扇和排气口的位置如图45所示。热分析结果显示,光学工作台内的热梯度不明显。主要问题是由于环境温度变化引起的温度变化。因此,热管理系统可解耦大气温度变化的影响,将光学工作台的温度维持在恒定值。

[0287] 检测器模块可分为两个单独的腔室；一个用于光学工作台组件40，而另一个用于电源电子和控制电路。光学工作台腔没有直接的新鲜空气入口。这允许将光学工作台组件40与环境变化隔离。新鲜空气首先在电源和电子电路腔中调整到合适的温度，然后内部风扇循环光学工作台腔室内的空气。这将腔室内的温度维持在恒定值。为更好地控制温度，可在光学工作台基部添加硅树脂电热丝式加热器。电热丝式加热器的受控加热和风扇的冷却将光学工作台的温度维持在最优工作温度范围内。

#### [0288] 实施例IX

##### 制造工艺选择和考虑

通过工程分析确定光学工作台组件40的最优壁厚度后，可根据选择的材料、设计复杂度、公差要求和成本选择适当的制造工艺。

[0289] 在本实施方案中，为光学工作台组件40选择的材料是铝合金A356。光学工作台组件40的几何形状由检测器系统的光学设计决定。光学工作台外壳和盖在图46中示出。光学工作台外壳是不规则的盒状结构，用一块板作为顶盖。CAD软件给出的带顶盖的光学工作台外壳重量是约2.4kg。光学工作台组件40的基本功能是精切地安装和定位光学部件。需要的尺寸准确度接近光的波长。因此，安装孔和定位栓要求的制造公差在 $\pm 0.01\text{mm}$ 的量级。光学工作台的年制造量预计为约1000套。光学工作台组件40生产的设计要求和限制在表18中示出。

#### [0290] 表18

##### 光学工作台制造的设计要求和限制

功能	光学工作台
限制	材料: 铝 A356 形状: 3D 固体, 碟状, 平板顶盖 重量: 2.4kg 截面厚度: 6.35mm 最小公差要求: $\pm 0.01$ 年生产量: 1000
目标	最小化制造成本
自由变量	制造工艺的选择

[0291] 如图47所示，铝可以用除了用于聚合物的制造工艺例如热成型、注塑、吹塑等外的多种工艺成形、连接和终处理。

[0292] 光学工作台外壳44具有不规则的盒状形状和平的顶盖。如图48所示，光学工作台组件40的底壳是3D中科的固体形状，可用砂模铸造、拉模铸造、熔模铸造或低压铸造工艺制造。顶部的平光学工作台组件盖70是板状的，可用板料成形、电加工或常规机械加工工艺制造。先进制造工艺诸如水喷射、磨料喷射或激光切割也可用于从铝板切割顶盖形状。

[0293] 光学工作台组件40的底壳的质量约是1.8kg，并且顶盖的重量约是0.5kg。根据该重量，图49示出了可用于底壳和顶盖的大部分金属成形工艺。粘合剂、金属焊接和紧固件是合适的连接工艺。

[0294] 光学台外壳44和顶盖70最大截面厚度为6.35mm。在图50中，竖直的黑线示出了所有可行的工艺。由于表面张力和热流限制了最小截面厚度，对于此水平的厚度，砂模铸造工

艺不可行。只考虑截面厚度时,所有其他金属成型工艺对于光学工作台的底壳和顶盖都是可行的。

[0295] 实现 $\pm 0.01\text{mm}$ 的精确公差水平是选择光学工作台组件40的制造工艺的一个关键限制。如图51所示,没有金属成型工艺能够实现要求的公差水平。此种公差可通过终处理工艺诸如精密加工、研磨、磨削和抛光实现。因此,光学工作台组件40的制造必须是两步工艺。第一步,通过金属成形工艺例如铸造或挤出获得近净形,然后精密加工具有严格的公差要求的特征诸如表面、孔、槽和栓。

[0296] 最重要的考虑之一,也是制造工艺选择的最终决定条件是成本。通常,制造成本取决于多个变量,例如模具、间接费用和设备成本。这些变量的影响可以用一个参数表示,即经济批量。Ashby, M. F., *Materials Selection in Mechanical Design Third Edition*, 第3版, 2005. 其基于每年要制造的部件套数来帮助确定最有成本效益的制造工艺。光学工作台的年制造批量预计为约1000套。如图52中所示,对于1000套的经济批量,对于铝可行的制造工艺是砂模铸造、熔模铸造、消失模铸造、低压铸造、锻造和常规机械加工工艺。对于1000套的批量,模铸和粉末方法不是可行的制造工艺。

[0297] 根据前文的分析,可知光学工作台组件40的底壳的最佳制造工艺是铸造之后进行精密加工。顶盖可通过水喷射机械加工工艺用原料铝板制造。由于光学工作台组件40的底壳的高精密度和公差要求只能用精密加工工艺满足,铸造工艺的选择由成本和部件复杂度决定。由于光学工作台的几何结构是相当复杂的,最适合的铸造工艺是消失模或熔模铸造工艺。这些工艺可以实现高水平的尺寸准确性、良好的表面终处理和近净形。

#### [0298] 实施例X

##### 光学工作台组件的制造设计

在设计光学工作台组件40时,考虑消失模组织的指南。如图53所示,在光学工作台外壳设计中,用圆角半径消除了尖锐的转角,没有尖锐的角。壁厚度尽可能保持均一的 $6.35\text{mm}$ ,并避免界面区域的突然转变。

#### [0299] 表面涂层的选择

尽管铝具有良好的机械性质例如良好的导热性、良好的导电性、良好的机械加工性质;铝也有一些缺点,诸如其易被氧化、磨损,与其他金属相比相对较软。因此,用铝制造的部件需要进行表面涂覆以减轻或消除这些缺点,避免性能降低,防止外观退化,延迟部件使用寿命。除了这些功能需求,光学工作台的涂层应吸收任何杂散光,防止其从表面反射。只有黑色涂层适合此应用,因为黑色物体是辐射的良好吸收物,并且材料越黑,辐射的热越多。Dunbar, Brian, NASA-NASA Develops Super-Black Material That Absorbs Light Across Multiple Wavelength Bands.

选择光学涂层的考虑包括基底材料类型、光谱要求、性能要求、对系统其他部分的影响、可制造性、环境降解、维护和成本。光学工作台的表面涂层优选地抗腐蚀、抗磨损、抗溶剂和化学品、具有对从UV到IR的宽范围的光的高吸收和低反射,抗UV降解。适当的表面涂层优选地具有宽工作温度范围内的高热稳定性、高热导率以及对铝基底的良好粘附。电极区域或作为高精度应用的配合表面的参考表面的区域可在涂覆操作中遮蔽。铝表面涂覆的方法包括阳极氧化/电镀/化学薄膜、涂漆和蒸汽沉积。传统的黑漆不适于光学应用。黑漆只能吸收90%的入射光。阳极氧化是常用的表面涂覆方法。多种阳极氧化涂层/硬涂层系统用于

UV、可见和IR光减弱应用,也在宽光谱范围上与铝兼容。这些涂层具有微凸起和凹陷,使得表面不规则造成辐射的多次反射和散射。Yoder, P., *Opto-Mechanical Systems Design*, 第四版,第1卷: Design and Analysis of Opto-Mechanical Assemblies, Volume 1, vol. 1, CRC Press, 2015.适于光学工作台组件40的涂层包括对从低UV至高IR范围的光的低反射;薄涂层,以便符合尖锐边缘并增强精确部件公差的符合性,包括多种热和振动稳定性、由于其无机特性的高抗UV降解。

#### [0300] 对灰尘、空气传播污染物和湿气的防护

水分和湿气通过在光学表面凝结或腐蚀光学部件对光学设备的完整性和性能有破坏性影响。水以液体或蒸汽的形式在光学工作台组件40内的其他有害影响包括;加速应力相关的破裂发展,由于吸收或散射阻碍透射或反射的辐射。水分中的高盐含量,特别是沿海区域,可以加速光学和结构部件上的涂层腐蚀和损坏。

[0301] 常见的光学表面污染源是指纹、皮肤油脂、烟和灰尘。污染物通过散射、反射和吸收降低光传输和强度,从而降低性能。在具有温暖气候和高湿度的热带国家常见的另一个典型的污染物是真菌或霉菌的局部沉积物和膜的生长。这些微生物的微小的孢子到处存在,可在即使充分清洁的剥离表面出芽生长。这些有机污染物通过引起散射降低光学性能,或者通过在材料中蚀刻出图样永久破坏光学表面。Yoder, P., *Opto-Mechanical Systems Design*, 第四版,第1卷: Design and Analysis of Opto-Mechanical Assemblies, Volume 1, vol. 1, CRC Press, 2015.

光学工作台组件40的设计中有多个特定将光学部件与灰尘、湿气和空气传播污染物隔离。隔离和保护在两个水平,即检测器模块水平和光学工作台组件40水平。首先,检测器新鲜空气入口处具有适当尺寸的滤网。滤网防止大至中等尺寸的污染物和灰尘颗粒进入检测器外壳。其次,热管理系统被设计为通过向检测器腔吹入空气将其加压,避免灰尘进入。第三,为应对湿气和水分,在光学工作台外壳44和盖70之间使用弹性衬垫将光学工作台腔防水密封。如图54所示,衬垫80形状适合光学工作台的开口。衬垫材料具有高化学和UV抗性。含氟弹性体衬垫具有高化学惰性和出色的UV抗性,适于上述应用。第四,频繁使用干燥气体清洗在敏感的仪器内部创造低露点。新生产的光学工作台组件40可用干燥气体例如氮气或氦气冲出内部的气体和液体污染物。光学工作台腔可抽真空并用同样的新鲜干燥气体回填。

[0302] 在定期的维护和包养时,光学工作台腔41应抽真空并用干燥气体恢复压力。如图55所示,光学工作台外壳44具有干燥气体清洗填料阀门82,用于清洗或加压光学工作台腔室41。不建议反复或不必要的清洁光学工作台,因为清洁不可避免地降解光学仪器上的薄膜涂层。清洁时,只能使用经批准的与光学仪器兼容的程序、材料和溶剂。

[0303] 光学工作台组件40的性能在控温温度的环境中提高。因此,应鼓励终端用户在具有HVAC系统控制温度和湿度的实验室环境中使用光学工作台组件40以获得更好的性能和一致的结果。

#### [0304] 误差估算

误差估算是根据功能性、可行性和成本对多种来源分配可允许误差的实践。它用于预测部件和光学工作台组件40的准确性和可重复性,以确定为提供足够的性能光学工作台组件40应规定的适当的公差。在光学工作台组件40中,最重要的性能的度量是分辨率。光学工

作台组件40中影响分辨率的主要误差源是以下差异：(1)入射狭缝宽度( $\Delta w_{slit}$ )；(2)入射狭缝12和光栅14 ( $\Delta L_{\alpha}$ )；DMD 8和光栅之间的距离( $\Delta L_H$ )和DMD和光栅的光谱平面之间的角度排列( $\Delta \theta_{DMD}$ )。图56中示出了说明距离 $L_{\alpha}$ 和 $L_H$ 以及DMD 8相对于光栅的光谱平面的朝向的光学设计。

[0305] 入射狭缝宽度变化完全是制造差异的结果。入射狭缝12和光栅14之间的距离以及DMD 8和光栅14之间的距离可由制造差异、热膨胀和振动干扰造成。通过使用如本文所述的振动隔离器最小化振动引起的误差，与由于制造差异和热膨胀造成的误差相比不显著。因此在误差估算中不考虑它。DMD的角度误差主要由制造差异造成。

[0306] 式47-50给出了用误差的物理来源表示的各个差异。入射狭缝宽度 $\Delta w_{slit}$ 的最大差异及其与双边制造公差 $t_{slit}$ 的关系在式47中给出。

$$\Delta w_{slit} = t_{slit} \quad (47)$$

[0307] DMD和光栅的光谱平面之间的角度误差的最大差异 $\Delta \theta_{DMD}$ 及其与双边制造公差 $t_{\theta_{DMD}}$ 的关系在式48中给出。

$$\Delta \theta_{DMD} = t_{\theta_{DMD}} \quad (48)$$

[0308] 狭缝和光栅之间距离的最大差异 $\Delta L_{\alpha}$ 及其与双边制造公差 $t_{\alpha}$ 和热膨胀的关系在式49中给出，其中 $\alpha_{Al}$ 是铝A356的热膨胀系数， $\Delta T$ 是光学工作台温度的最大允许变化。

$$\Delta L_{\alpha} = t_{\alpha} + L_{\alpha} \alpha_{Al} \Delta T \quad (49)$$

[0309] DMD和光栅的光谱平面之间距离的最大差异 $\Delta L_H$ 及其与双边制造公差 $t_H$ 的关系在式50中给出。

$$\Delta L_H = t_H + L_H \alpha_{Al} \Delta T \quad (50)$$

[0310] 本文所述的分辨率灵敏度在式51中给出，其中NA是数值孔径， $d_l$ 是光栅的线性散射， $L_{DMD}$ 是DMD阵列的长度。

$$\frac{\partial R}{\partial L_{\alpha} \partial L_H \partial \theta_{DMD} \partial w_{slit}} = 2 NA d_l (\partial L_{\alpha} + \partial L_H) + \partial w_{slit} \partial_l + \partial \theta_{DMD} (L_{DMD} NA d_l) \quad (51)$$

[0311] 将式47-50中的差异的表达带入式51，得到对制造公差和温度差异的分辨率灵敏度，如式52所示。

$$\frac{\partial R}{t_{\alpha} t_H t_{\theta_{DMD}} t_{sw}} = 2 NA d_l (t_H + t_{\alpha} + \alpha_{Al} \partial T (L_H + L_{\alpha})) + t_{slit} d_l + t_{\theta_{DMD}} (L_{DMD} NA d_l) \quad (52)$$

[0312] NA、 $d_l$ 、 $L_{DMD}$ 、 $L_H$ 和 $L_{\alpha}$ 的值由检测器的光学设计决定，如表19中所示。

[0313] 表19

NA、 $d_l$ 、 $L_{DMD}$ 、 $L_H$ 和 $L_{\alpha}$ 的数字值

NA	$d_l$ (nm/mm)	$L_H$ (mm)	$L_{\alpha}$ (mm)	$L_{dmd}$ (mm)
0.21	24.3	131.45	137.1	5

[0314] 光学系统的分辨率是由DMD的显微镜节距决定的固有分辨率 $R_0$ 和由于误差造成的分辨率的增加 $\partial R$ 之和，如式53中所示。

$$R = R_0 + \partial R \quad (53)$$

[0315] 对于光学设计，固有分辨率是0.135nm。误差估算的目的是找出将误差控制在规定

限制内的公差的最优范围。光系统的目标分辨率是1nm。因此,如式53所示, $\partial R$ 可小于或等于0.865nm,这是所允许的误差造成的最大分辨率增加。分辨率对制造公差和温度改变的灵敏度从式52得出,在图57中说明。分辨率不敏感的误差源指定了较宽松的公差以允许制造中更多的灵活性并降低成本。即使小改变也显著影响分辨率的误差源指定了较严苛的公差值,以不影响检测器的功能。

[0316] 如图57所示,分辨率对 $t_H$ 和 $t_\alpha$ 最敏感。两者对分辨率影响相似,因此在图57中重叠。因此,为这些因素指定的公差可严苛,因为大差异会严重影响分辨率。在 $t_H$ 和 $t_\alpha$ 之后,分辨率对温度改变 $\Delta T$ 最敏感。因此,需要热管理系统将温度维持在指定的窗口。分辨率对 $t_{slit}$ 和 $t_{DMD}$ 不敏感,因此对这些因素常规制造公差就足够。

[0317] 利用式52和式53,考虑目标规格、分辨率灵敏度、设计、制造工艺能力和预期工作条件估算了公差值。表20示出了光学工作台的误差估算以实现检测器光学系统1nm的目标分辨率。

[0318] 表20

影响分辨率的因素的误差估算

$R_o$ (nm)	$\Delta R$ (nm)	$t_H$ (mm)	$t_\alpha$ (mm)	$\Delta T$ (K)	$t_{狭缝}$ (mm)	$t_\theta$ DMD (度)
0.135	0.835	$\pm 0.025$	$\pm 0.025$	$\pm 3$	$\pm 0.002$	$\pm 0.25$

[0319] 如表20所示,公差 $t_H$ 和 $t_\alpha$ 在 $\pm 0.025$ mm的范围内。DMD的角度误差可在 $\pm 0.25^\circ$ 内。光学设计说明的入射狭缝宽度为40微米。制造商为此宽度规定了 $\pm 2$ 微米的公差水平。温度差异可用可靠的热管理系统保持在 $\pm 3$ K内。可使用精密加工和校准的组合实现所需的分辨率水平并使误差最小化。光学工作台外壳可用消失模熔模铸造工艺制造。消失模熔模铸造工艺的典型线公差是0.005mm/mm。光学工作台的台的最大线尺寸是约250mm,因此铸造的台的公差是约 $\pm 1.25$ mm。这远高于所需的 $\pm 0.025$ mm的公差。

[0320] 因此,铸造之后可进行精密机械加工。为适应机械加工后的步骤,在光学工作台铸模的设计中可整合足够的机械加工余量。用5轴铣床机械加工实现的公差为 $\pm 0.01$ mm至 $\pm 0.005$ mm。Ashby, M. F. *Materials Selection in Mechanical Design Third Edition*, 第三版,2005。Woldman, N. E. and Gibbons, R. C., *Machinability and Machining of Metals*, McGraw-Hill, 1951。接近下限的公差更常见,可通过高精度高成本机械实现更严格的公差。因此,在机械加工后,可实现公差为 $\pm 0.025$ mm的光学工作台。但是这一水平的公差会导致成本增加。如果成本是限制因素,可以通过降低光系统的分辨率降低机械加工的公差。机械加工的操作顺序可如下:(1)将光学工作台组件40顶部开口朝下夹住;(2)加工四个脚和安装孔;(3)将台通过固定孔固定到具有精密栓的转台,安装脚朝向台面夹住;和(4)关键表面和孔的加工可在此步骤在5轴铣床上进行。

[0321] 在机械加工后,可组装光学工作台。角朝向的制造公差也在设计规格内。使用超大的DMD将允许大部分校准自动完成。为实现 $L_H$ 和 $L_\alpha$ 所要求的公差,光系统可人工校准。因此,校准精力和时间应集中在如图58中所示的线性距离 $L_H$ 和 $L_\alpha$ 。

[0322] 校准机制84在图59中说明。螺纹轴86允许光栅14线性移动并调整距离 $L_H$ 和 $L_\alpha$ 。光栅14的轴和 $L_H$ 之间以及轴和 $L_\alpha$ 之间的角度很小。因此,沿螺纹轴线性位移会导致沿 $L_H$ 和 $L_\alpha$ 分别89%和99%的位移。在实现所需分辨率后,光栅可用夹具或螺纹紧固扣88锁定到准确位置。上述方案需要原型和扩展测试检测和验证。

### [0323] 实施例XI

#### 光学工作台组件的最初原型

用融化沉积建模 (FDM) 工艺3D打印获得光学工作台组件40的外观一致物理原型以检查组织和检修中的问题。原型的照片在图60中示出。光学工作台外壳、盖和安装支架都是3D打印的。将所有其他标准和定制的光学部件例如镜56、光栅14、光电二极管62、64、流动槽66、光入射狭缝12和分光镜60安装到打印的部件上。在部件安装中没有观察到重大问题。安装的部件没有抵触,并且安装过程是无缝的。光学工作台42中的槽有足够的空间允许无障碍的安装途径,使光学部件进入光学工作台42内而没有刮擦或损坏。用于安装的工具也存在无障碍的通道。但在安装过程中需要最大限度的仔细,可在具有干燥环境的清洁房间中进行,以防止光学部件的污染。

[0324] 光学工作台组件的机械设计是基于基于UV-LED的液相色谱检测器的光学设计的。光学工作台组件分解为含有光学和结构部件的较小的子组件。这些子组件用紧固扣连接到光学工作台外壳,并用精密加工的定位栓对齐和定位。所有子组件设计为可独立替换的以便于检修。组件也设计为光电部件的热源位于光学工作台外壳外。

[0325] 铝A356是光学工作台组件40的适合的材料,可最小化振动灵敏度、热变形和冲击负载中的变形。此材料也抗UV降解,可方便获取,也有成本效益。在跌落测试和振动分析后,发现均一的6.35mm(0.25英寸)的壁厚度提高了光学工作台的硬度和天然频率,远高于干扰频率并最小化跌落测试中的应力。组件的重量在可接受限值内。

[0326] 为将组件与振动干扰隔离并在冲击负载中保护光学部件,在组件中整合了防振和防震安装架。热分析显示光学工作台中由于光电设备产生的热和辐射吸收形成的热梯度不明显。但发现光学工作台温度对环境温度变化敏感,因此需要热管理系统解耦环境温度变化的影响,将光学工作台的温度维持在恒定的工作温度。

[0327] 根据选择的材料、设计复杂度和功能需求,消失模或熔模铸造然后进行精密加工和水喷射切割铝板是光学工作台底壳和顶盖的适合的制造工艺。用Martin黑染料阳极氧化涂覆或用Acktar optical black™真空沉积涂覆光学工作台防止腐蚀和磨损,也吸收漫反射UV辐射。也整合了诸如用含氟弹性体衬垫防水密封台并用干燥气体清洗以保护光学部件免受污染物、灰尘和水分的功能。

### [0328] 检测器的应用多样性

图61给出了HPLC系统2013年市场需求的饼图。该图部分是用通过领先的液相色谱设备制造商的市场部门从美国药典委员会(“USP”)获得的数据产生的。USP是科学非营利机构,其制定要在全世界生产、销售和消费的药物、食品成分、膳食补剂等的一致性、强度、质量和纯度标准。

[0329] USP承担开发和维护多种药物、食物成分、膳食补剂等专著。专著是一个标准,其详细说明物质并提供其名称;其定义;包装、储存和标签要求;以及关于确保物质具有适当的强度、质量和纯度所需要的测试的所有信息。States,等人, USP FACT SHEET, *USP Standards: Monographs (Written Standards) What is a Monograph?* (2008). 专著中的关键信息包括建议检测物质(本文中也称为“成分”或“化合物”)的特定波长。

[0330] 如图62所示,数据表明有多种测试方法利用特定波长,例如近30%的注册LC方法使用254nm的波长。有一些此类优选的波长,使用此类波长在多种物质的标准检测中是最常用

的。另一方面,公司对新的和未知物质对全光谱(UV-可见)的响应越来越感兴趣,需要波长选择中更大的灵活性。目前的UV吸收检测器通常设计在180nm至350nm的波长范围,并且已知许多物质吸收此范围内的光。Scott, R. P. W., *Liquid Chromatography Detectors*, Journal of Chromatography Library, 第1版, vol. 11, Elsevier, 1986.根据上述获得的信息和数据,我们确定了本文说明的检测器的3个客户群,如表21所示。

[0331] 表21

检测器的建议客户群

编号	客户群需求
1	单波长需求
2	UV范围内波长变化能力需求
3	UV-可见范围内波长变化能力需求

[0332] 检测器的建议配置

考虑到客户群,提供了三种检测器配置和预期市场份额,如下表22所示。

[0333] 表22

确定的检测器配置

编号	配置	预期市场份额
1	单波长配置,必要时能够改变波长。	50%
2	UV范围扫描能力。	40%
3	UV-可见范围光扫描能力。	10%

[0334] 为估计市场份额,我们假设90%的QC/QA和分析服务群体对单波长配置感兴趣。对于其余客户,我们推测80%的需求可被有UV范围扫描能力的检测器满足,其余的需要UV-可见范围扫描能力。预期市场份额为检测器的可能销售场景提供了一些提示。

[0335] 现有UV光检测器

固定波长检测器设计和制造相对简单,此类检测器的光路图如图63所示。对于扫描检测器,描述其工作的基本示意图如图64所示。在此类检测器中,棱镜/散射光栅通过马达机构运动,以选择不同的波长。但是,由于棱镜/光栅和马达机构的惰性,不能告诉切换波长。

[0336] 对于光电二极管阵列检测器,基本示意图如图65所示。此检测器是市售的UV吸收检测器中最贵的,主要成本来自光电二极管阵列。

[0337] 现有的用于UV检测器的光源

如本文所述,用于液相色谱的UV-可见光检测器的光源随时间演进。最早的光源是金属-蒸汽放电灯,产生离散的光谱。常见的是汞蒸气灯,其产生253nm的峰值波长,被认为是历史遗留,因为它是多种现有色谱方法的基础。由于此类灯具有离散的光谱,它们在制造固定波长检测器中受欢迎。它们现在被气体放电灯和白炽灯代替,二者都产生连续光谱,用于扫描和光电二极管阵列类型的检测器。

[0338] UV LED和检测器架构影响

本文说明的检测器4可使用高功率UV LED作为光源50。现在可获得在近紫外范围(300至400nm)发射光的高功率LED(毫瓦及更高范围)。它们是通过在蓝宝石基材上沉积氮化镓或氮化铝镓制造的。基于AlN-AlGa<sub>N</sub>的LED深UV LED已被证明具有210nm至360nm的波长。Hirayama, H., 等人, *Development of 230-270nm AlGa<sub>N</sub>-Based Deep-UV LEDs*,

Electron. Commun. Japan, Vol. 93 (2010). 但是, 此类LED与传统可见光LED相比效率显著低。通过使用金属-有机物化学蒸汽沉积方法在蓝宝石上生长高质量的AlN缓冲层, 证明了261nm和227.5nm, 功率分别为1.65mW和0.15mW的LED。Id.

高功率深UV LED是相对新的产品。深UV LED使用AlN作为基材本身, 光输出为0.5mW或1mW。由于材料的相似性导致更低密度的位移, 在低密度大量AlN上生长的AlGaN UV LED表现出光输出和热管理的显著改善。Ren, Z., 等人, *Heteroepitaxy of AlGaN on Bulk AlN Substrates for Deep Ultraviolet Light Emitting Diodes*, Appl. Phys. Lett., Vol. 91, No. 5, 90-92 (2007). 如图66所示, 现在可获得深UV或UVC LED, 峰值波长从250nm至280nm。但是, 由于UV LED是正在开发的技术, 这些LED在决定产品架构, 特别是模块性中有更重要的影响。

[0339] 在考虑检测器的产品架构的同时, LED使用的一个关键方面是它们与氙UV灯相比有限的波长范围, 使其成为技术限制。这些LED的半强度范围基本上是LED峰值波长的 $\pm 6$ nm, 因此单个LED可覆盖12nm的带宽。如图67所示, 峰值波长是260nm的UV LED的近似光谱分布。UV LED也比UV灯显著地小。它们可以近似为直径9mm高6mm的圆柱。Crystal IS, *High Performance UVC LEDs for Instrumentation*.

深UV LED技术目前处于其生命周期的新生阶段, 预期在今后数年中成熟。从成本角度, 尽管当前的LED循环较贵, 预计随着技术成熟和大规模生产的普及, 它会变得便宜。

[0340] 这两方面: (1) 短光谱范围; 和 (2) UV LED技术的当前状态应在设计检测器4的架构时考虑到。这两个考虑使得UV LED作为检测器4的部件的模块化方向发展。UV LED满足本文所述的模块性标准。

#### [0341] UV LED光纤和检测器架构影响

使用光纤作为光传输机制允许产品架构的灵活性。使用光纤, 对光源50布置靠近其余光学元件的需求较低, 因为光纤可方便地从光源将光导向其余光学元件。

[0342] 对于低至200nm波长的UV光应用, 适合使用硅玻璃作为主要材料, 四氟乙烯-六氟丙烯同聚物或甲基聚硅氧烷作为鞘材料制造的光纤。此类光纤系统除了在1400nm处的吸收带之外, 在200nm至2200nm范围光透明。此类光纤在高至250°C的温度热稳定并不损失传输效率。Dislich, H., 等人, *Light Guide Systems for the Ultraviolet Region of the Spectrum*, Angew. CHEMIE Int. Ed. English, Vol. 12, No. 6, (1973).

#### 数字微镜装置

如上所述, DMD实质上是调光器, 用微镜阵列构成, 每个微镜可独立移动。此设备在镜阵列下有记忆单元, 其中加载了静电控制各个镜的倾斜角度的数据。每个镜有两个状态,  $+x$ 度或 $-x$ 度, 其中 $x$ 通常是12度或17度。DMD中的镜阵列被透明窗覆盖用于保护和控制入射光性质。各个镜朝向改变的速度从最基础的约4kHz到最先进的约32kHz。第一个DMD由Texas Instruments制造, 参见美国专利5,504,575, 以引文并如本文。DMD是相对成熟的技术, Texas Instruments在1996年将DMD引入商业产品。DMD用于数码相机、HD电视、数码投影仪。图68示出了DMD的镜阵列。

[0343] 尽管现有的DMD专门用于仅在可见光至红外光范围工作, 将这些设备用于UV应用的研究正在进行。此研究尤其受到DMD在无掩膜光刻设备中的使用的推动。已证明具有低至390nm的可靠工作性质的DMD, Texas Instruments正在致力于将DMD的工作范围扩展到

200nm范围。Thompson, J.等人, *Digital Projection of UV Light for Direct Imaging Applications, DLP Technology is Enabling the Next Generation of Maskless Lithography*, 2008.此领域研究也证明具有专门的蓝宝石或石英窗的DMD的可行工作低至265nm波长。Fong, J. T.等人, *Advances in DMD-Based UV Application Reliability Below 230nm*, Proc.SPIE, Vol. 7637 (2010).因此,预期开发出能在深UV区工作的可行的DMD是合理的。

[0344] 如本文所述,检测器可使用衍射光栅将来自UV LED的光谱照射到DMD,然后通过打开所需的微镜行并将其余微镜阵列置于关闭位置将其余光导向其他方向,选择所需的光带宽。由于微镜的尺寸与马达安装的衍射光栅相比极小,检测器能以极高的速度切换波长。本检测器无此能力。

#### [0345] 功能示意图

如图69所示,在分解过程之后,将21个已识别的功能元件安排在功能示意图中,以显示检测器应如何工作。图69描绘了检测器中可能发生的不同类型的交互。存在光源50与参考波长光源50一起产生不同波长的光。来自这两个源的光被收集并通过模仿点源而被发送经过系统。这对于获得如本文讨论的良好光学分辨率是必要的。然后光被分成其组成波长,并且所需的波长被选择并聚焦。这种聚焦的光被分成样本光束和参考光束,在样本光束穿过液相色谱样本之后,样本光束被记录下来以供与样本光束进行比较。

[0346] 要运行检测器4,必须为其供电。必须将进入的电力转换为所需的电压,以便将不同的部件分配给它们,然后必须控制各种部件,特别是电子部件。必须解读光测量结果,并且必须将该数据传送给控制软件以及来自液相色谱系统其余部分的输入。

#### [0347] 实施例XII

##### 配置1的建议架构方案

如本文所描述的,配置1是单波长型检测器(如果需要,其具有切换波长的能力)的实施方案。这适用于大多数时候使用单波长但仍希望能够在需要时改变波长的QC/QA客户和分析客户。检测器4的功能部件在图70中示出。检测器4的物理部件的实施方案的示意图在图71中提供。这种架构具有单个LED 6,代表了操作光的有效方法。在检测器4的该实施方案中,仅考虑了单个UV LED,其可具有约12nm的半高波长范围。通过使用可将半高带宽缩小到2nm的窄通道滤光器,可进一步将该范围缩小到所需的波长。LED 6可具有微芯片来将其识别到系统。另外,因为该配置以单波长工作,所以不需要参考光源50,因为参考光源将是多余的并且与LED本身连接在一起。然后,可使用镜子或透镜来将光聚焦到分束器上,分束器将光分成用于参考光电二极管的参考光束以及将穿过流通池并由样本光电二极管记录的样本光束。光学工作台组件40可将光学部件支撑并保持在适当位置。温度传感器将测量检测器4的内部温度,并且适当放置的风扇将调节内部的温度。电力将通过电源线提供给检测器,并使用电源单元(可能是现成的部件或定制的构造)转换为所需的电压。对于电子控制,将使用包含微控制器的电路,该微控制器具有用于光电二极管的必要模数转换器。该电路还将与液相色谱系统其余部分和控制软件进行通信。最后,产品底盘将封闭检测器4以保护其免受外界条件的影响。关键的创新点在于使LED模块化,以便允许客户在需要时改变波长。

#### [0348] 实施例XIII

### 配置2和3的建议架构方案

对于配置2和3,功能元件与物理部件的连接在图72中示出,从这组选择导出的示意图在图73中示出。配置1和2都允许扫描一系列波长,同时测量液相色谱样本对各种波长的响应。如本文所讨论的,目前的方法使用可转动的棱镜/光栅或者在光通过样本之后将其分散到光电二极管阵列上。提出了将数字微镜装置(“DMD”)与衍射光栅组合使用以高速切换波长。由于检测器所需的波长范围将超出单个UV LED所提供的波长范围,因此需要这种LED阵列。在该阵列中,LED将是模块化的,并且每个LED都具有微芯片来将其本身识别到系统。

[0349] 对于配置2,数字微镜阵列将覆盖UV光范围,而对于配置3,数字微镜阵列将覆盖UV和可见光范围两者。要收集和合并来自这些LED的光,将使用光纤。这些光纤将终止于一个狭缝上,该狭缝将充当点源并确定系统分辨率的下限。然后光束将被分成其组成波长并且跨过DMD 8入射。通过控制数字微镜阵列,高速选择特定波长以及波长带宽是可能的。然后选定的光将入射到分束器上并被分成参考光束和样本光束。参考光束将由参考光电二极管记录,并且样本光束将通过携带液相色谱样本的流通池66。其余的功能元件连接到与配置1类似的物理元件。该示意图被映射到设计结构矩阵(“DSM”)上,用于研究在系统级别定义产品架构的关键交互。

#### [0350] 通过用于系统级别架构的DSM进行聚类

对于配置2和3,检测器中的关键交互是光交互和空间交互。配置1并未考虑DSM分析,因为它是相对简单的设计。由于电力和信息可通过软线轻松传输,因此这些交互不考虑系统级别分组。应当注意,这些聚类并不是最终的,而是一种用于研究所提出的聚类对各个子系统之间交互的影响的方法。

#### [0351] 基于光交互作用的建议聚类

检测器4中用于光交互的聚类DSM在图74中示出。介于目前讨论的各种考虑,已经手动完成了该聚类,并且由于UV LED必须保持模块化以满足技术上的考虑,因此它们不包括在任何聚类中。聚类1由光纤和参考光源(小型汞灯,在254nm处产生光)组成。它将与UV LED连接。聚类2由所有其余的光学元件以及将光学元件保持在一起的光学工作台组成。这种分组允许大量交互实现内化,并且每个聚类的设计团队将不得不特别考虑2个光学交互—LED到光纤的交互以及光纤到光学工作台中的狭缝的交互。

#### [0352] 基于空间互作用的建议聚类

检测器中各个部件的空间交互被映射到DSM上,并且如图75所示进行聚类。这些交互涉及各个部件之间的邻接关系。用于空间交互的聚类DSM表明,即使采用建议的聚类,仍然存在大量的块外交互。

[0353] 考虑到市场、技术和关键交互,开发了三种配置中的每一种配置的最终架构。

#### [0354] 配置1的产品架构

具有选定部件和子系统的配置1的产品架构在图76中示出。本文讨论的这些检测器的光学和机械设计人员出于技术考虑和讨论完成了该分组。

#### [0355] LED模块

对于配置1,LED模块包括LED、用于选择单波长的窄通道滤光器以及用于将LED模块的波长识别到系统的微芯片。这使客户能够购买他们感兴趣的波长的LED模块。

#### [0356] 光学工作台组件40

光学工作台组件40包括用于保持其余光学元件(镜子/透镜、分束器、参考光电二极管和样本光电二极管)的光学工作台外壳。光学外壳还将具有用于LED模块和流通池模块的接口。外壳应以这样的方式设计:在光学元件磨损的情况下容易更换。

#### [0357] 流通池

每个液相色谱系统制造商都有自己的各种流通池,其光路长度和暴露在光下的样本体积不同。流通池可适应各种流通池,并提供其到光学工作台的标准接口。

#### [0358] 热管理系统

热管理系统将由温度传感器和风扇组成,以保持检测器内部温度稳定。热管理系统必须设置成能够考虑所有来源的热量。

#### [0359] 电源线

电源线保持为单独的模块,因为其设计将因国家而异。

#### [0360] 电源单元

电源单元可以是标准的现成部件或定制单元,其将壁电力输入转换成其他部件所需的各种电压。

#### [0361] 电子控制系统

电子控制系统将由包括微控制器、模数转换器和各种辅助电子器件的电路组成,以控制检测器,并与控制软件和液相色谱系统其余部分进行通信。

#### [0362] 产品底盘

产品底盘将封闭整个检测器并保护其免受外部元件的影响,并且应具有与光学工作台连接的用于LED模块的适当插座。

#### [0363] 配置2和3的产品架构

对于检测器4的配置2和3,开发的产品架构在图77中示出。

#### [0364] LED模块

配置2和3的LED模块包括LED以及将特定LED识别到系统的微芯片。LED模块可具有电气和信息接口,用于供电并允许系统读取微芯片。

#### [0365] 光学总线

光学总线是一个LED阵列保持器,其具有适合LED模块的插座。光学总线还可具有小型汞灯作为系统的参考源。来自插座和汞灯的光纤可将光带到光学工作台的入口。此处应当注意,光学总线中的插座必须被设计成使得它们可向LED模块供电并读取它们中的微芯片以识别它们发射哪些波长。光学总线可以是公共总线块,并且LED模块将具有与光学总线的总线模块化架构。配置2可具有约11个LED插座来覆盖UV范围,而配置3可具有更多数量的插座来将该范围扩大到可见光谱。

#### [0366] 光学工作台

配置2和3的光学工作台可以更大,以容纳更多的光学元件。光学工作台的外壳可保持所需宽度的狭缝以确定系统的分辨率,来自光学总线的光纤将与该狭缝交界。该外壳还可根据光学设计要求保持其余的光学元件,这些元件是衍射光栅、DMD、聚焦镜、分束器、参考和样本光电二极管。应当注意,在这两种配置中,光学工作台组件40还必须吸收DMD为未选择的波长分流的光。此外,光学工作台组件40将具有用于流通池模块的适当接口。外壳设计时考虑到了组装和可维修性问题。如果在其设计中遵循插槽模块化架构,每个光学元件装

配到其自己的特定插槽并且易于更换,那么这将是有益的。

#### [0367] 流通池

每个液相色谱系统制造商都有自己的各种流通池,其光路长度和暴露在光下的样本体积不同。流通池块应能够适应这些不同的流通池,并提供其到光学工作台的标准接口。

#### [0368] 热管理系统

热管理系统将由温度传感器和风扇组成,以保持检测器4内部温度稳定。热管理系统必须以这种方式设置以考虑所有热源。该系统对于配置2和3将更加关键,因为DMD也会在这些配置中产生热量。

#### [0369] 电源线

电源线将为单独的模块,因为其设计将因国家而异。

#### [0370] 电源单元

电源单元可以是标准的现成部件或定制单元,其将壁电力输入转换成其他部件所需的各种电压。

#### [0371] 电子控制系统

电子控制系统将由包括微控制器、模数转换器和各种辅助电子器件的电路组成,以控制检测器4,并与控制软件和液相色谱系统其余部分进行通信。

#### [0372] 产品底盘

产品底盘将封闭整个检测器4并保护其免受外部元件的影响,并将光学总线暴露给客户以切断LED模块。

#### [0373] 检测器架构的相关项

##### 产品变更

随着技术的成熟,检测器4中可能需要升级的关键元件有两个:UV LED和DMD。通过使架构中所示的LED块完全模块化,制造这种检测器的公司有可能在可用时立即为客户提供升级。另一方面,DMD是光学工作台组件40的一部分,而光学工作台组件的设计应考虑到可维修性问题,任何涉及DMD尺寸的变化都将导致重新设计光学工作台。仍处于开发阶段的DMD中的关键特征是覆盖微镜阵列的窗口,其用于UV区域中。今后,也许有可能用检测器中改进的窗口升级相同尺寸的DMD。

#### [0374] 产品种类

如上所述,已经确定了三个关键客户群并且针对三种产品配置开发了合适的产品架构。表23示出了三种配置的差异化计划并且表示出了三种产品在不同组块方面对客户和市场将是不同的。

#### [0375] 表23

##### 三种检测器配置的差异化计划

不同属性	单波长	UV区域扫描	UV可见区域扫描
LED模块	带滤波器的LED:优化用于单波长	具有完整的可能发射光谱的LED	具有完整的可能发射光谱的LED
光学总线	不适用	更小的光学总线以覆盖UV线范围	更大的光学总线以覆盖UV可见范围
产品底盘	较小底盘	大型底盘	大型底盘

#### [0376] 部件标准化

表24示出了三种检测器4配置的通用计划。该计划考虑了所有块并且示出了不同块在三种配置中将是共同的还是不同的。对于每个配置,示出了将在其中使用的块的类型。

[0377] 表24

## 三种检测器配置的通用计划

块	类型数量	单波长	UV区域扫描	UV可见区域扫描
LED模块	2(取决于波长,具有多个子类型)	类型I	类型II	类型II
光学总线	2	不适用	类型I	类型II
光学工作台	3	类型I	类型II	类型III
流通池	1(取决于液相色谱系统,具有子类型)	类型I	类型I	类型I
电子控制系统	2	类型I	类型II	类型II
热管理系统	1	类型I	类型I	类型I
电源线	1	类型I	类型I	类型I
电源单元	2	类型I	类型II	类型II
产品底盘	2	类型I	类型II	类型II

[0378] 在完成架构方案后,选择配置2进行详细说明。尽管配置1具有简化的设计,但是配置2和3具有复杂的设计,其结合数字显微镜装置以及UV LED并且共享相似的块。此外,据估计该配置在本文讨论的市场上会吸引约40%的市场。

[0379] 发明内容。

[0380] 总而言之,开发了使用UV LED代替传统氙灯的液相色谱检测器的实施方案的架构。已经确定了三种可能的产品配置,并且开发了两种架构方案并在本文提供的实施例中对其进行了描述。

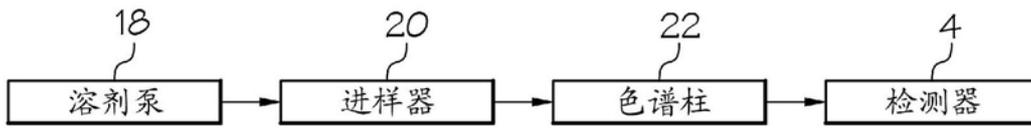


图 1

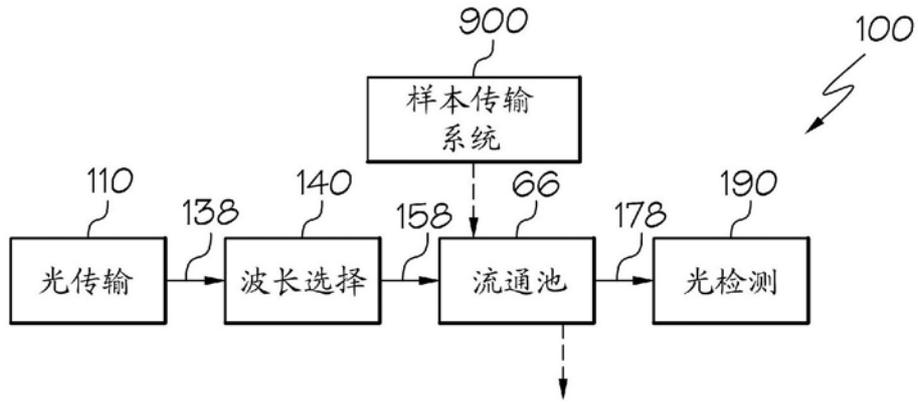


图 2A

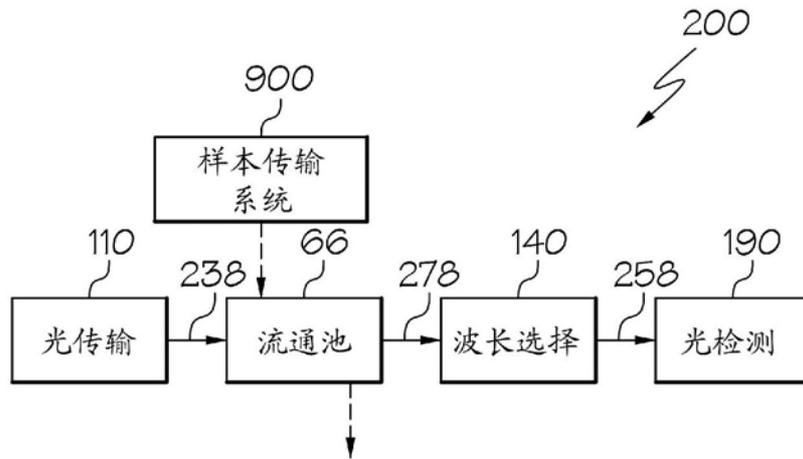


图 2B

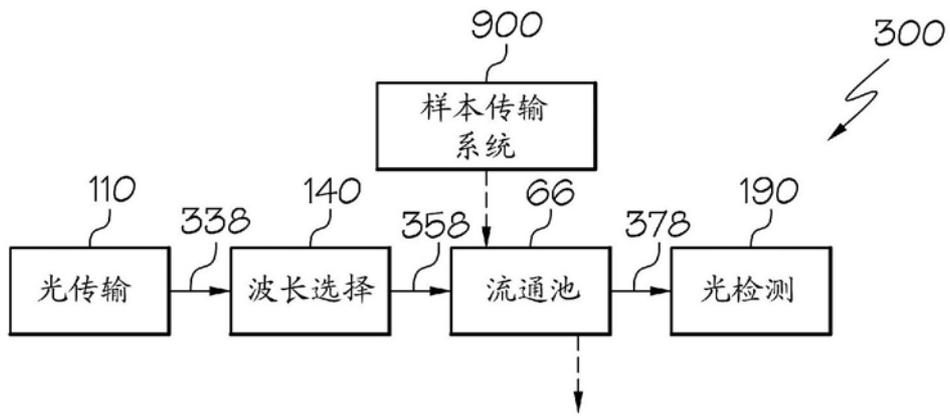


图 2C

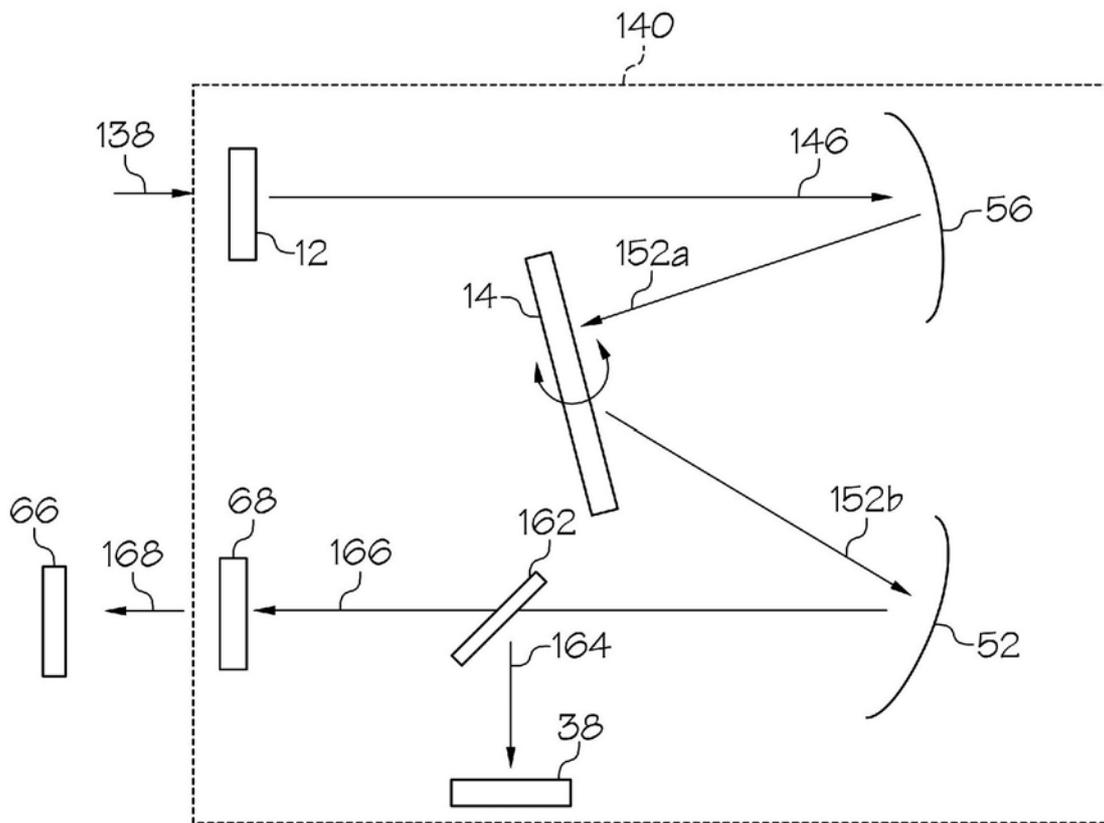


图 3A

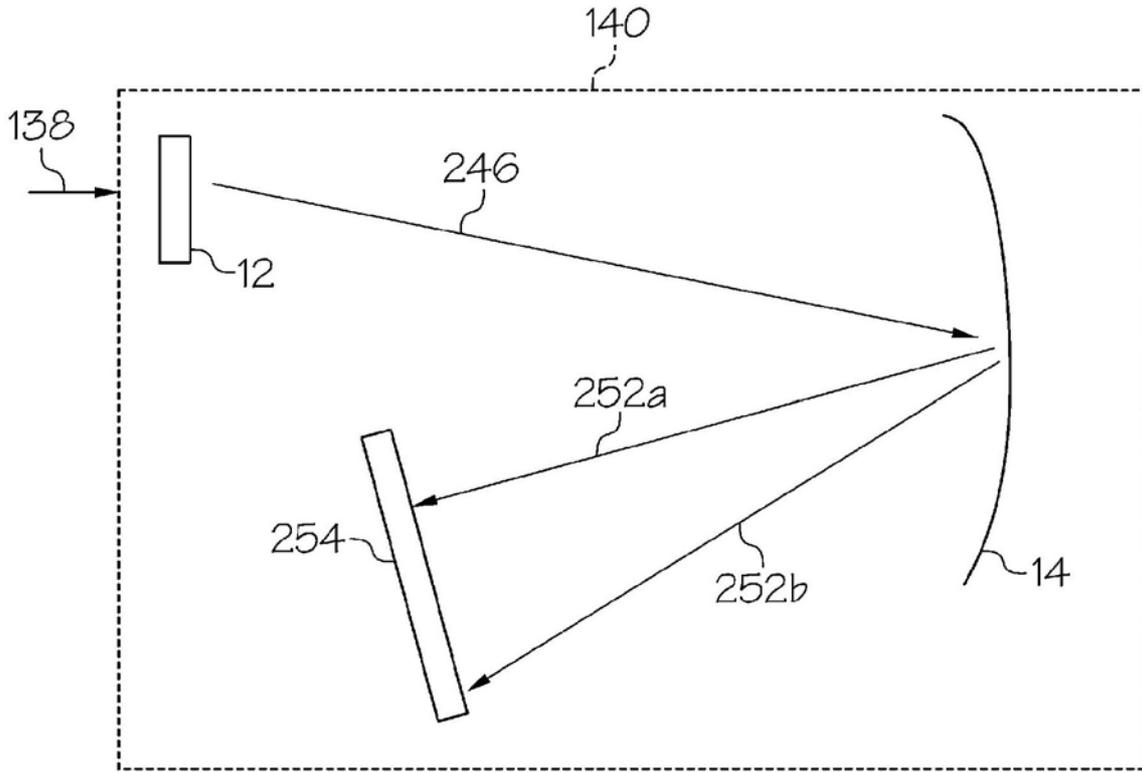


图 3B

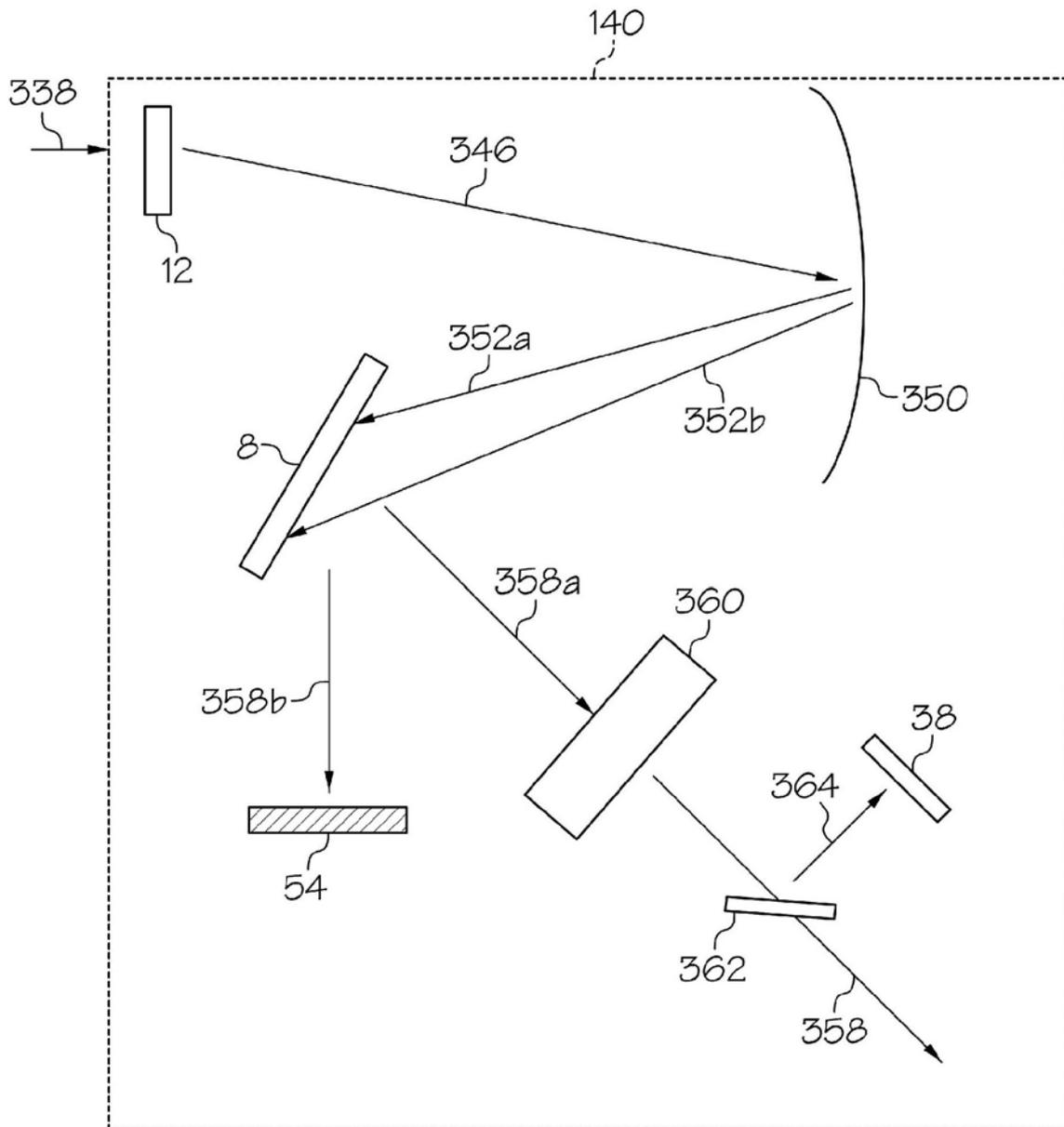


图 4

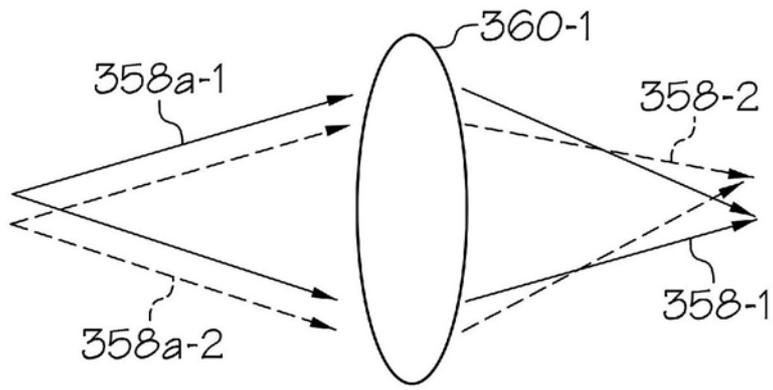


图 5A

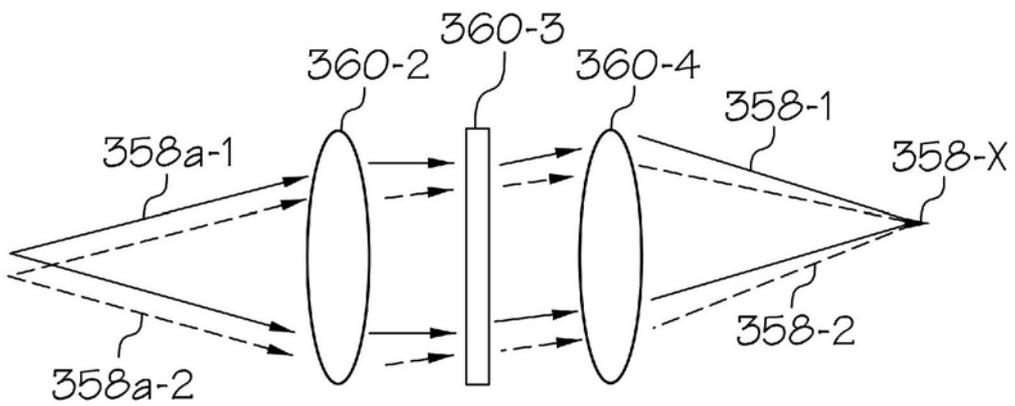


图 5B

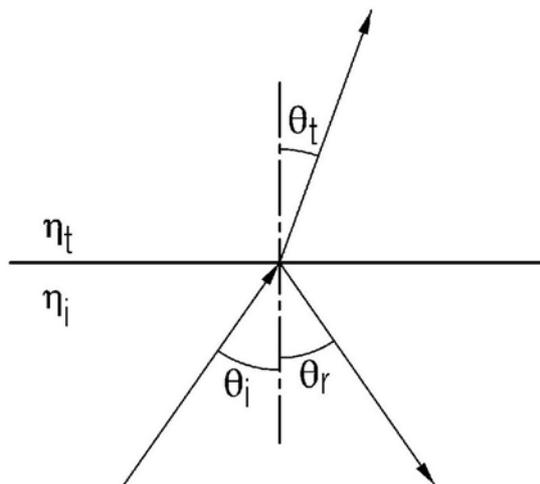


图 6

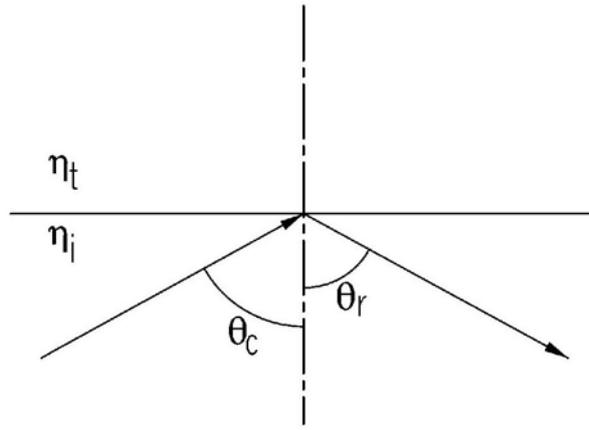


图 7

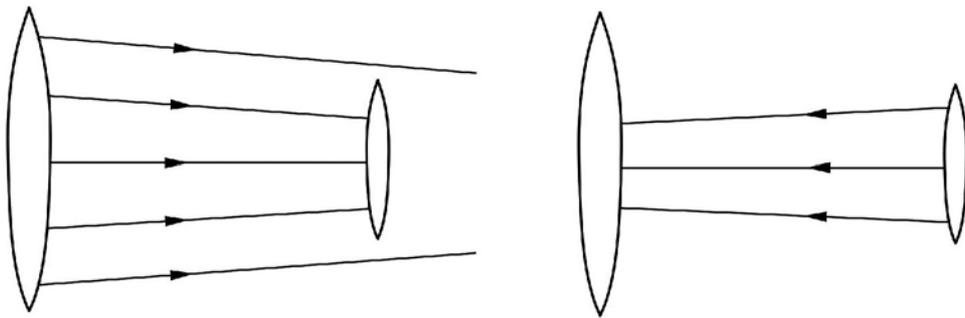


图 8

单缝衍射图案

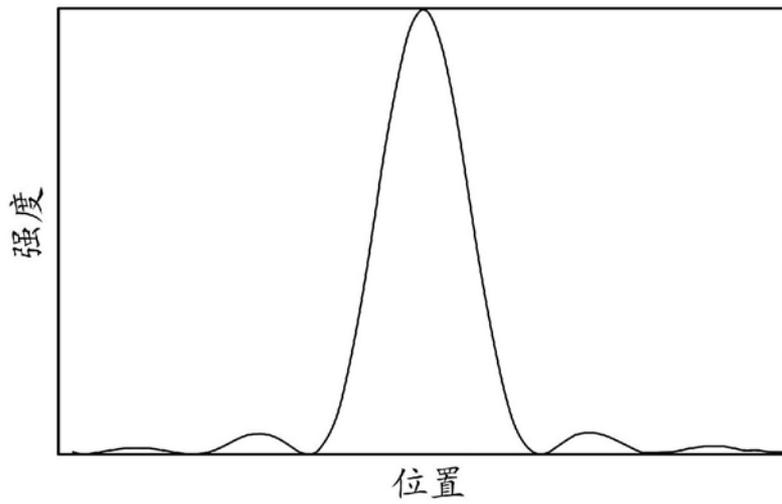


图 9A

双缝衍射图案

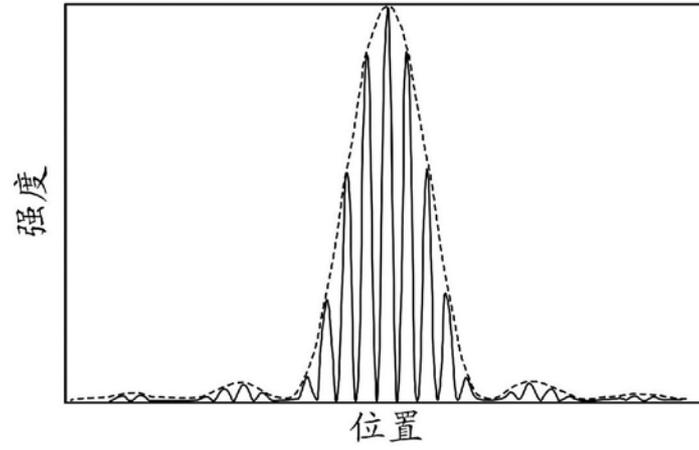


图 9B

十缝衍射图案

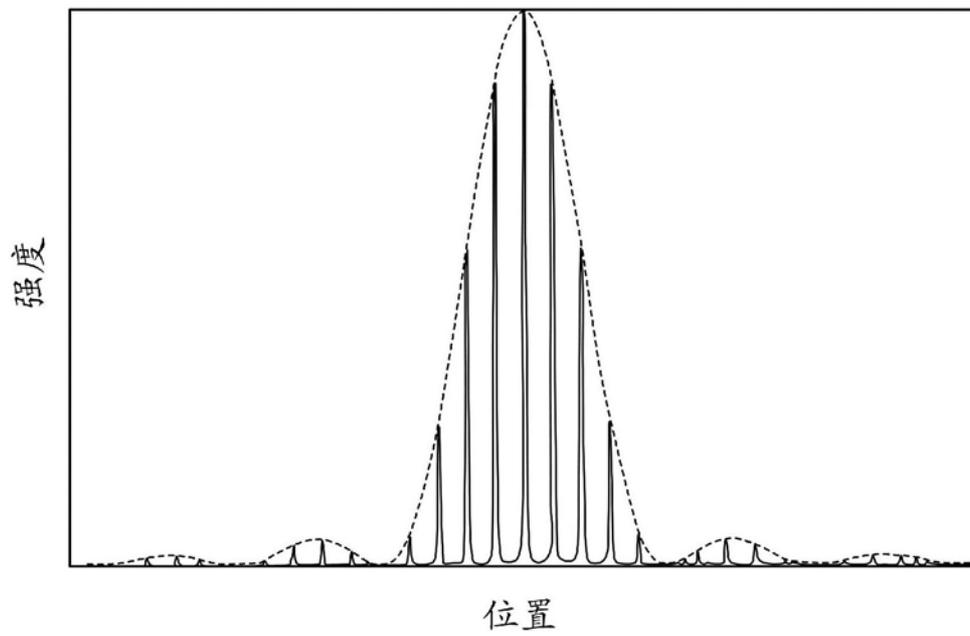


图 9C

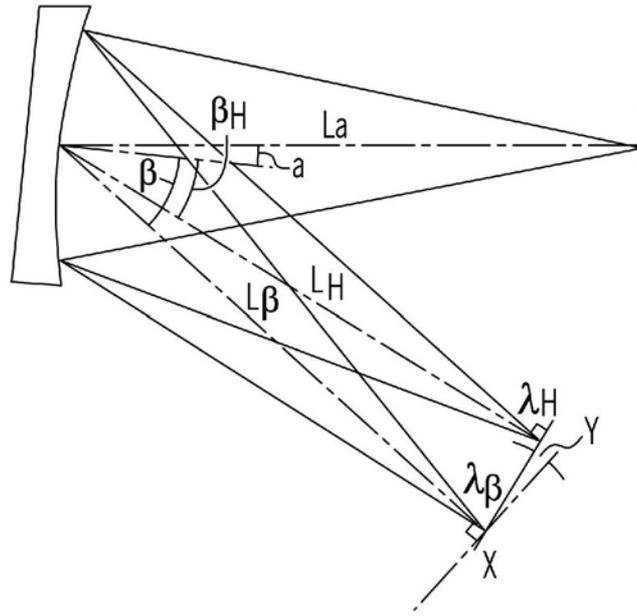


图 10

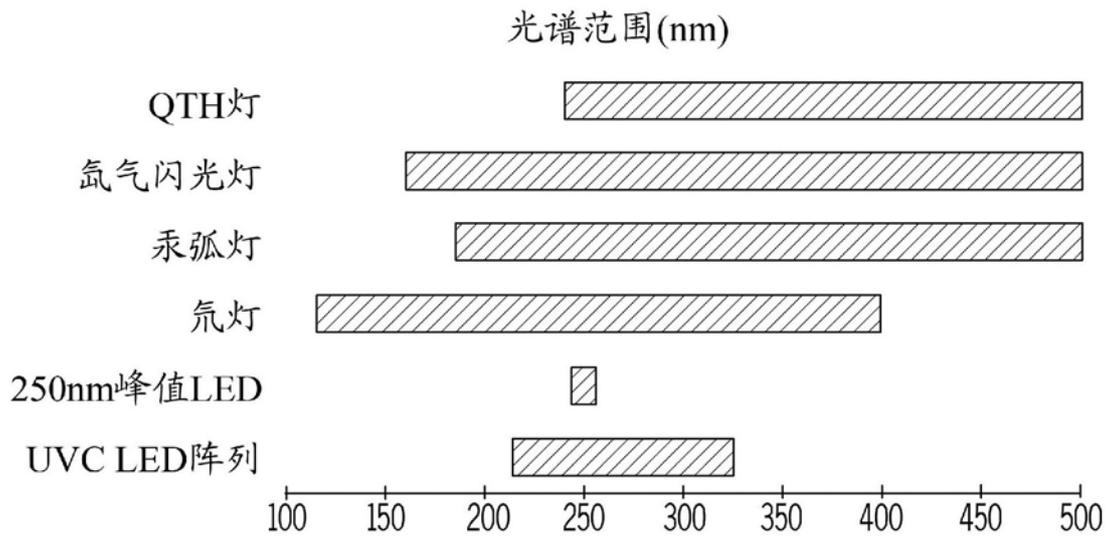


图 11

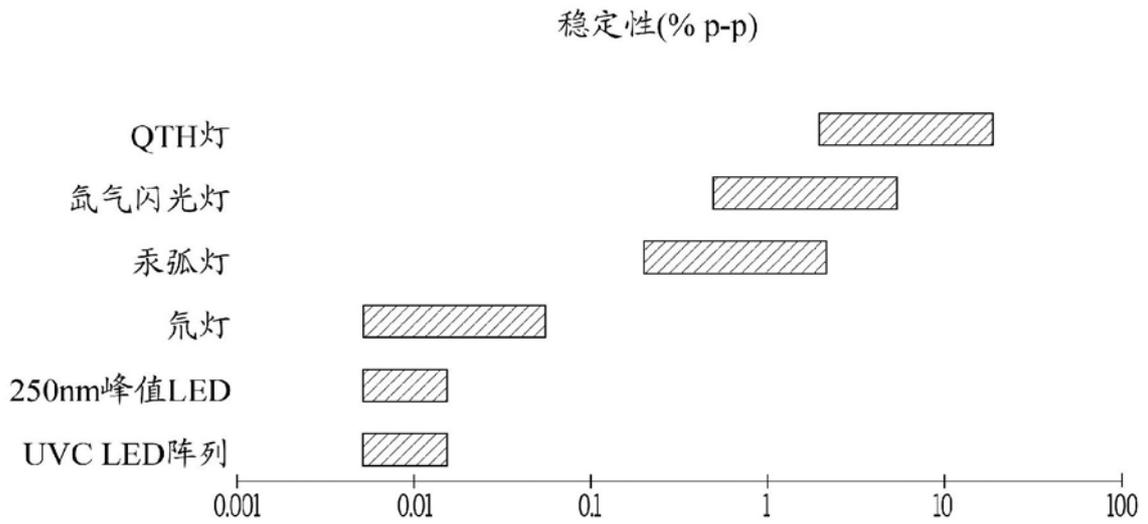


图 12

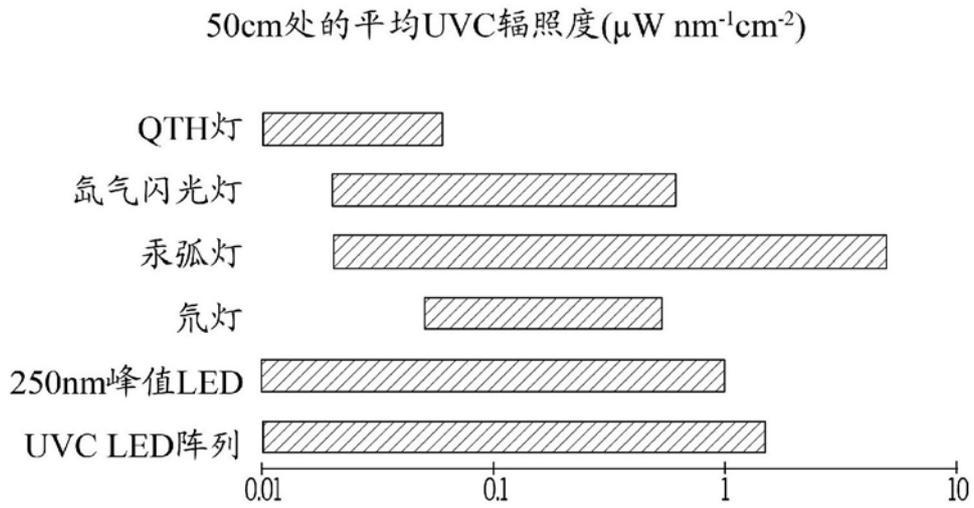


图 13

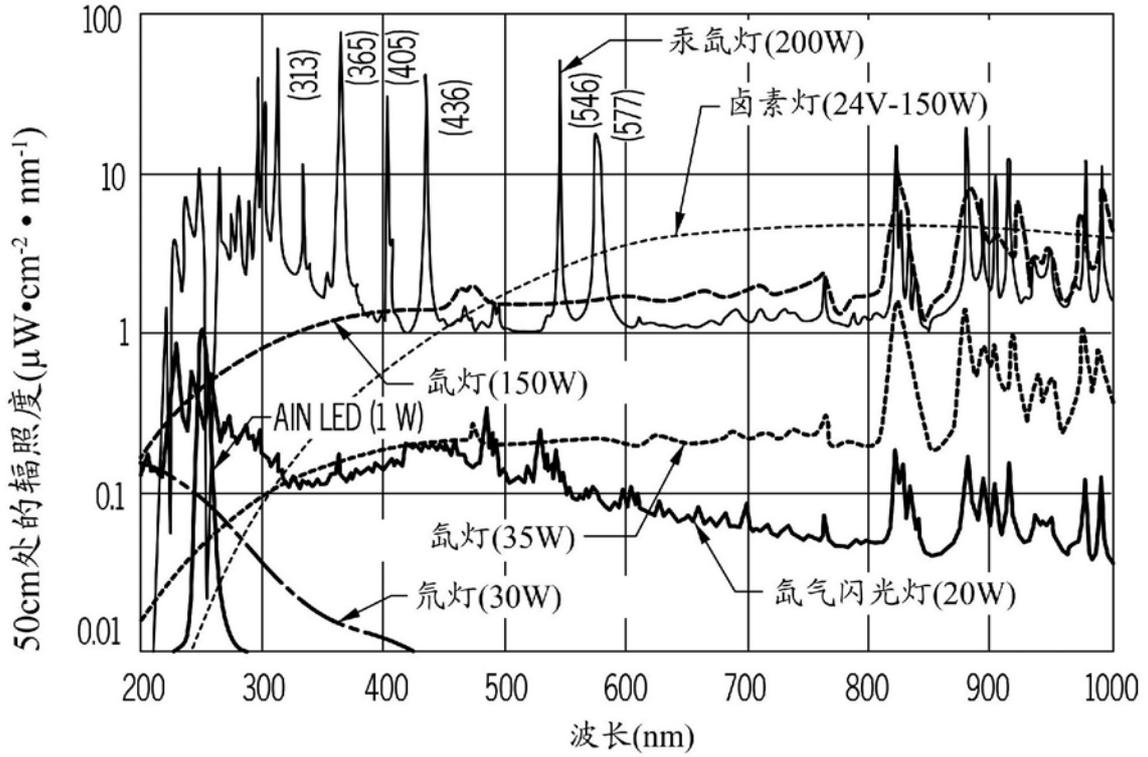


图 14

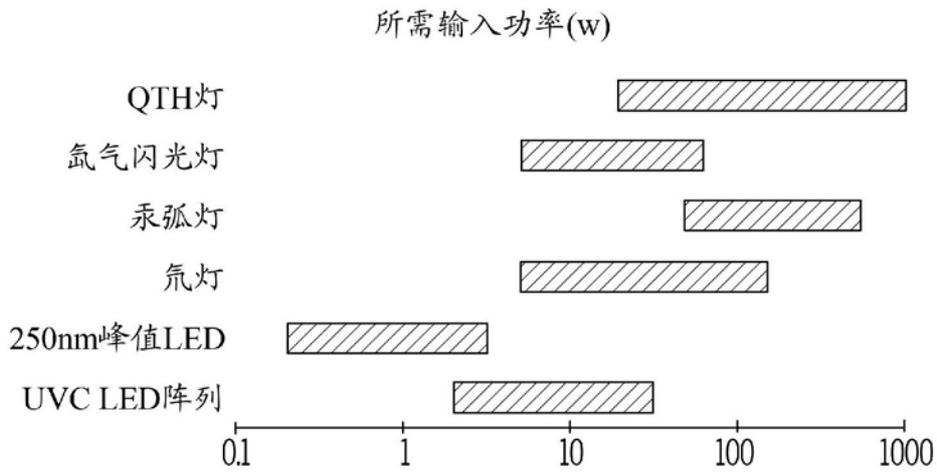


图 15

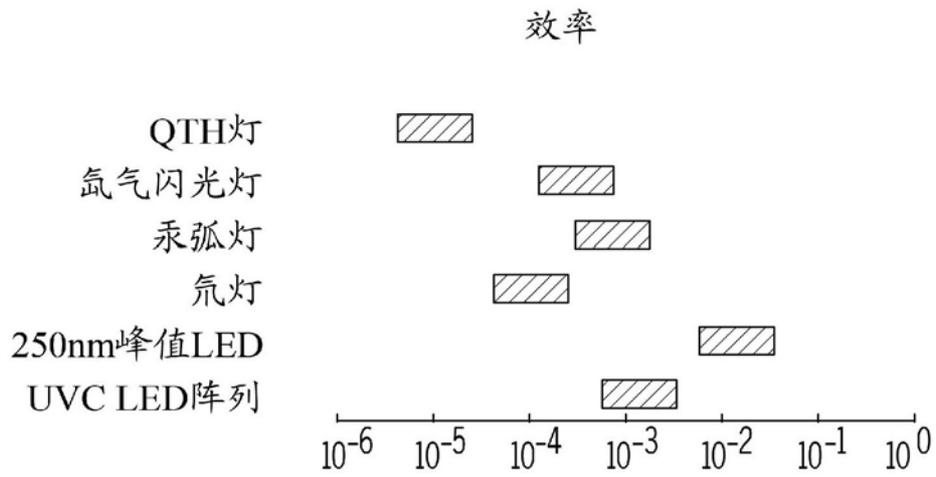


图 16

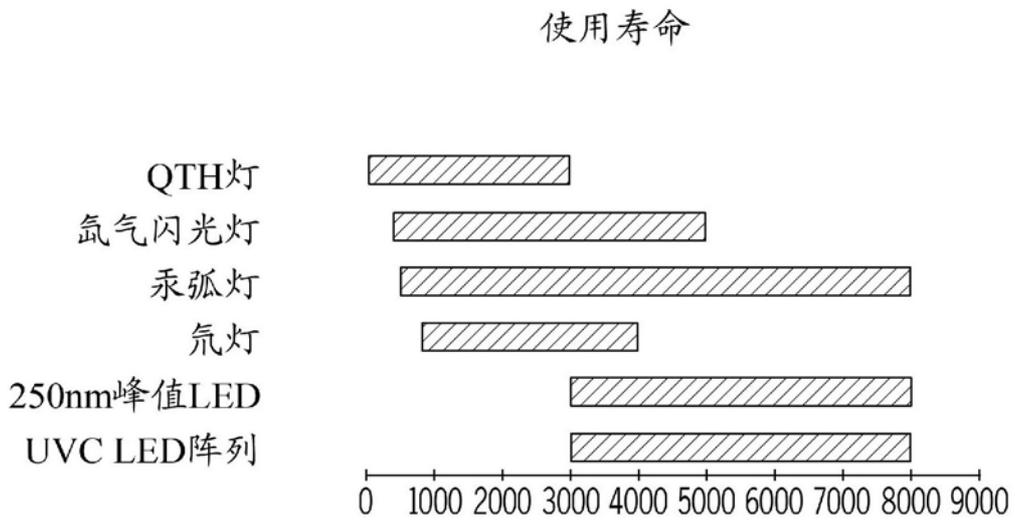


图 17

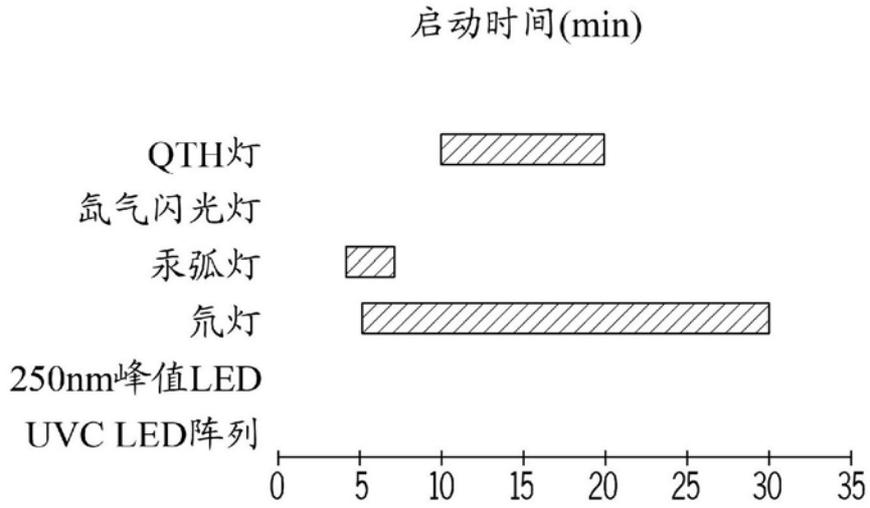


图 18

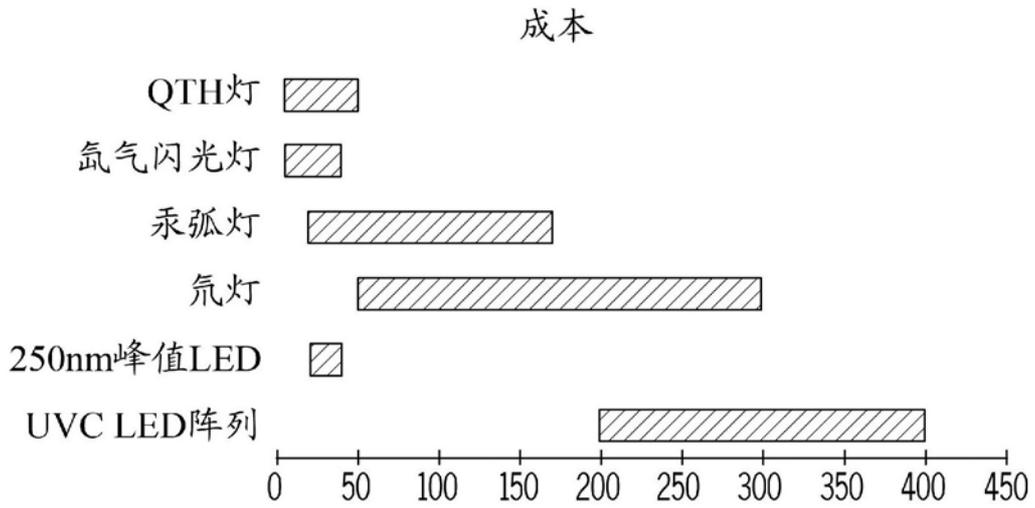


图 19

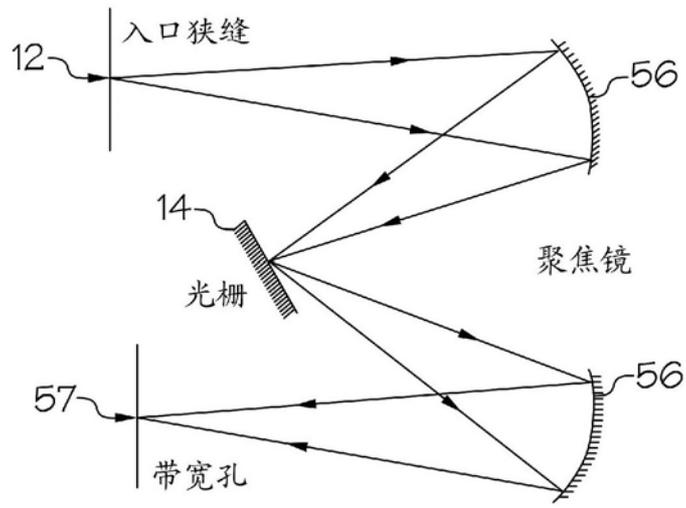


图 20

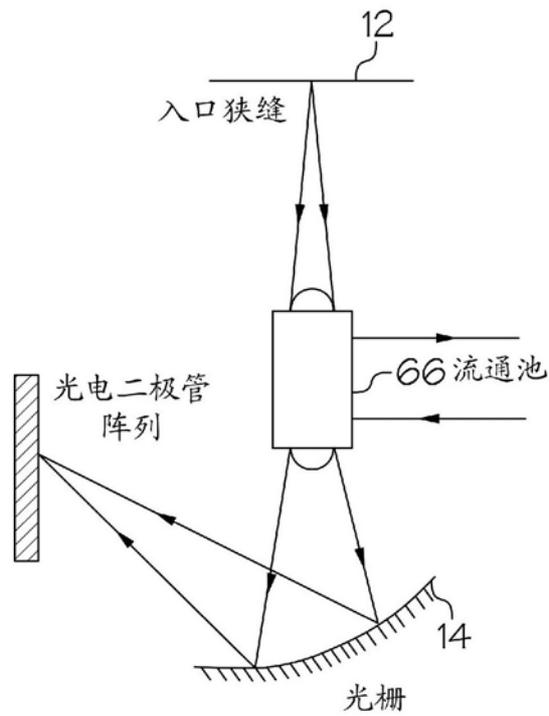


图 21

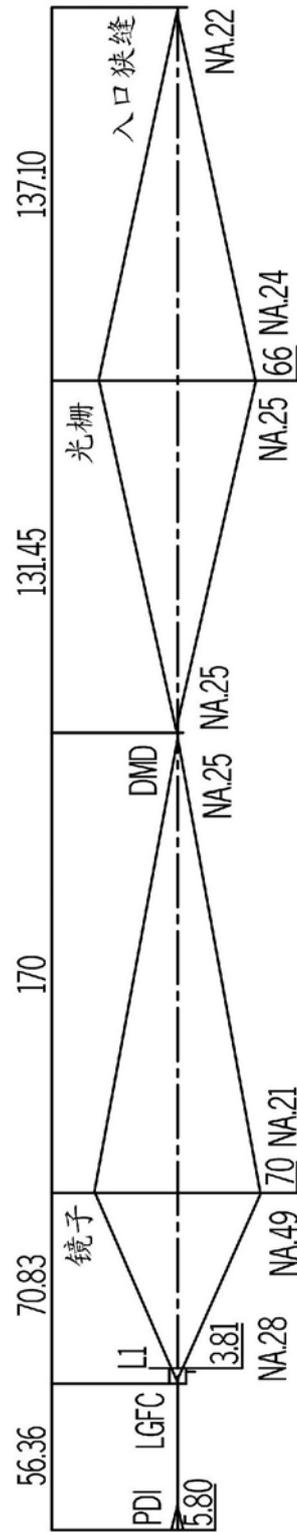


图 22

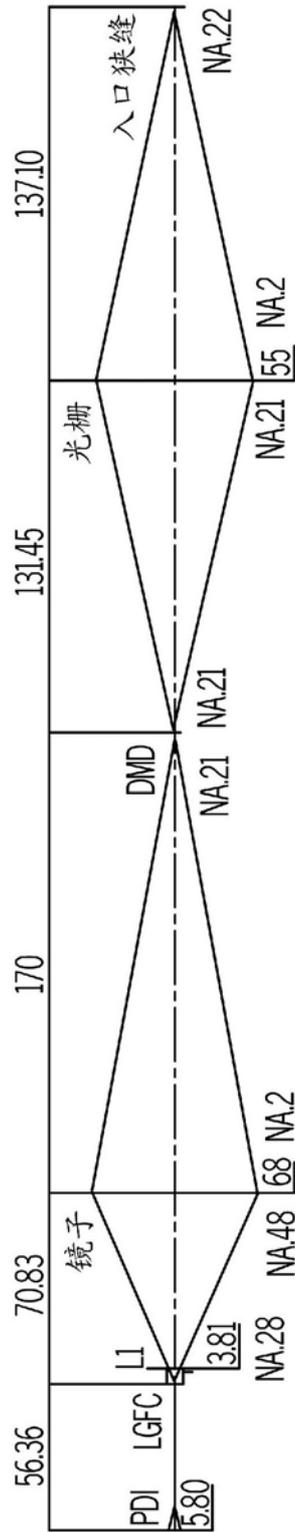
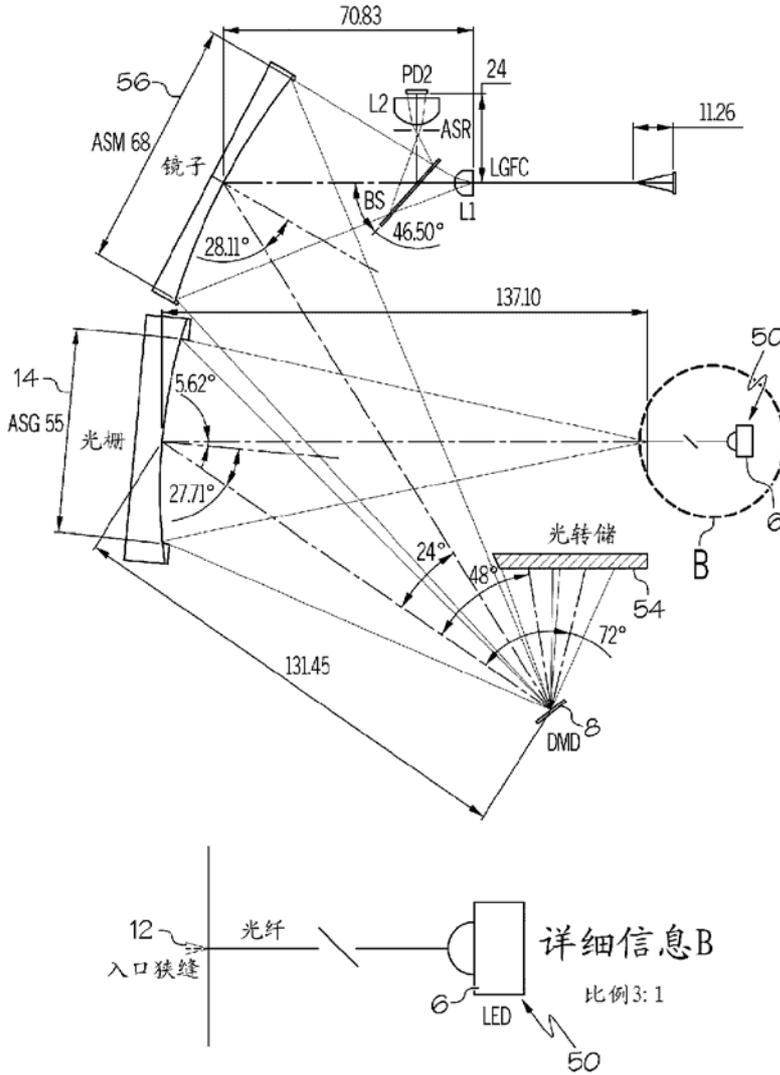


图 23



名称	说明
LED	模块化LED光源组
光纤	0.22NA熔融石英光纤, 100 $\mu$ m $\varnothing$
入口狭缝	0.040 $\times$ 2mm的孔
光栅	285g/mm R曲率=139.19 $\lambda$ 闪耀=250nm
DMD	L有源 $\sqrt{7}$ mm 节距5.4 $\mu$ m 12 $^\circ$ 正交倾斜 石英窗口
镜子	球面镜 L.f=100mm
BS	分束器板0.50mm
L1	折射-反射 透镜, FC入口 NA入=.48, NA出=.28 CT=5.512mm, 6.60 mm $\varnothing$ , 3.81mm $\varnothing$ CA
LGFC	光引导流通池 L流体=10mm, 0.275NA
PD1	样本光电二极管 5.8mm方形有源区 (PD1和PD2按照 匹配配对购买)
L2	平凸透镜, 参考光电二极管 ROC=7.8mm, CT= 5.25mm, 12.7mm $\varnothing$
PD2	参考光电二极管 5.8mm方形有源区 (PD1和PD2按照 匹配配对购买)
光转储	涂有高度紫外线 吸收涂层的铝制 构件
ASG	光栅孔阻挡件55mm $\varnothing$
ASM	镜子孔阻挡件68mm $\varnothing$
ASR	参考光电二极管 孔阻挡件2mm $\varnothing$

图 24

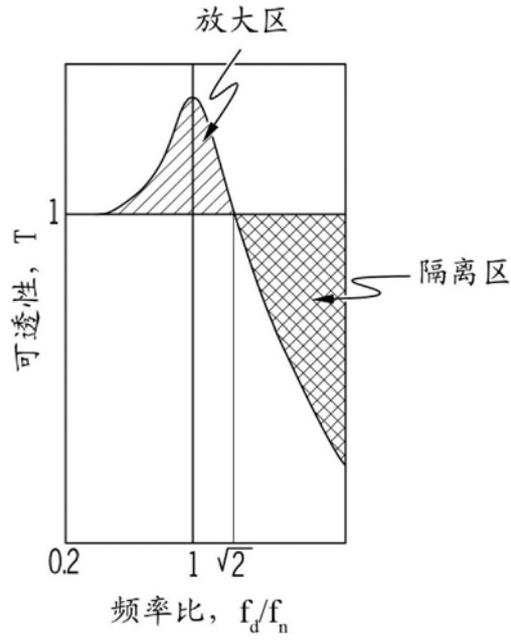


图 25

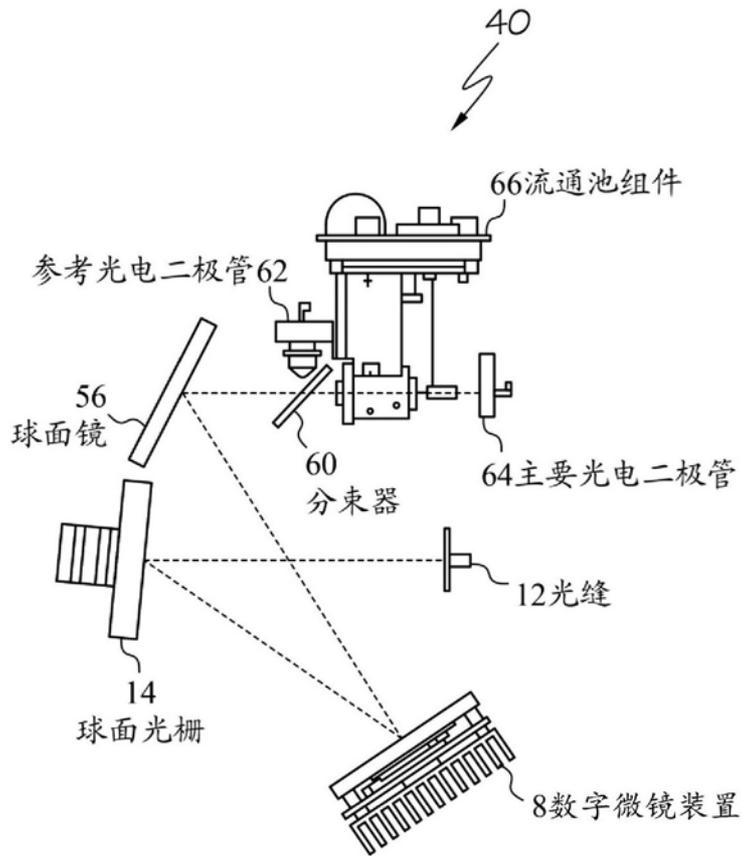


图 26

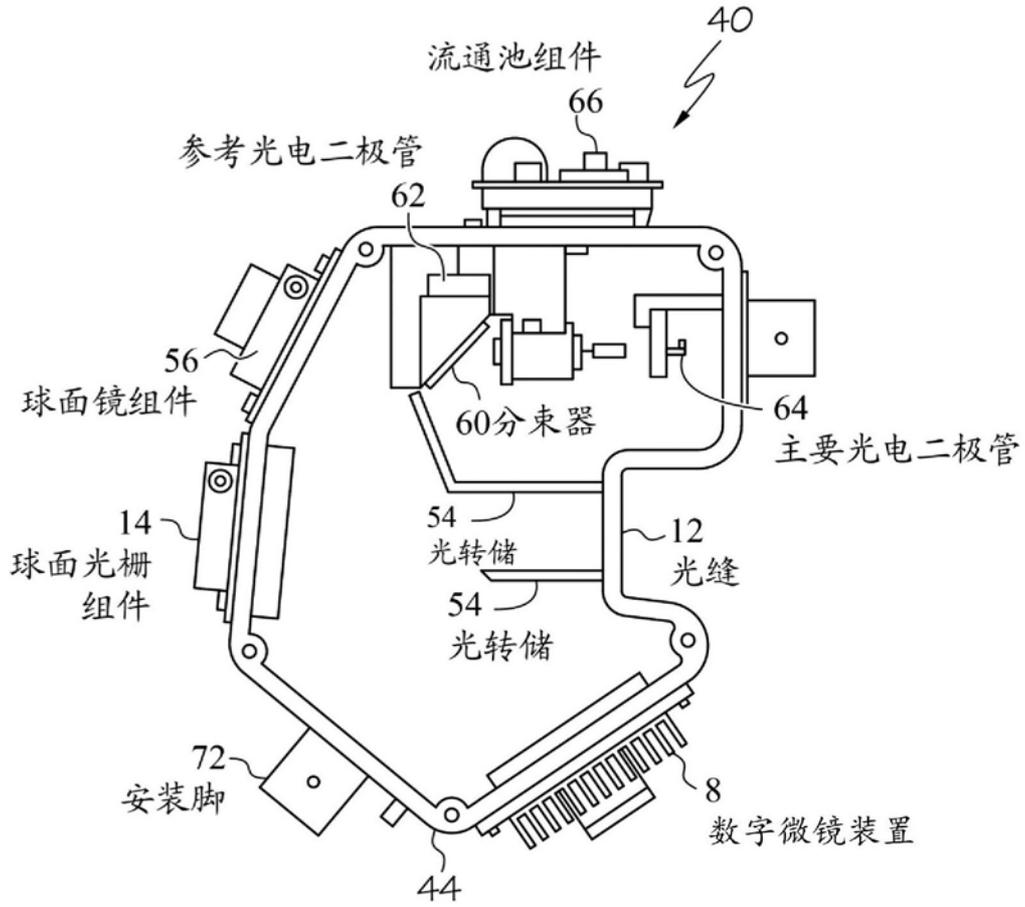


图 27

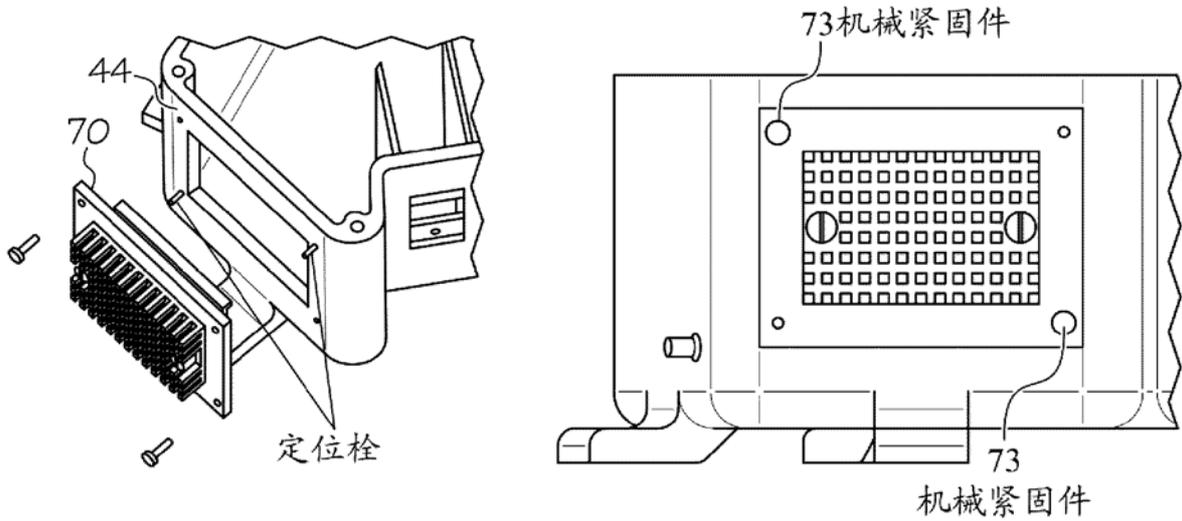


图 28

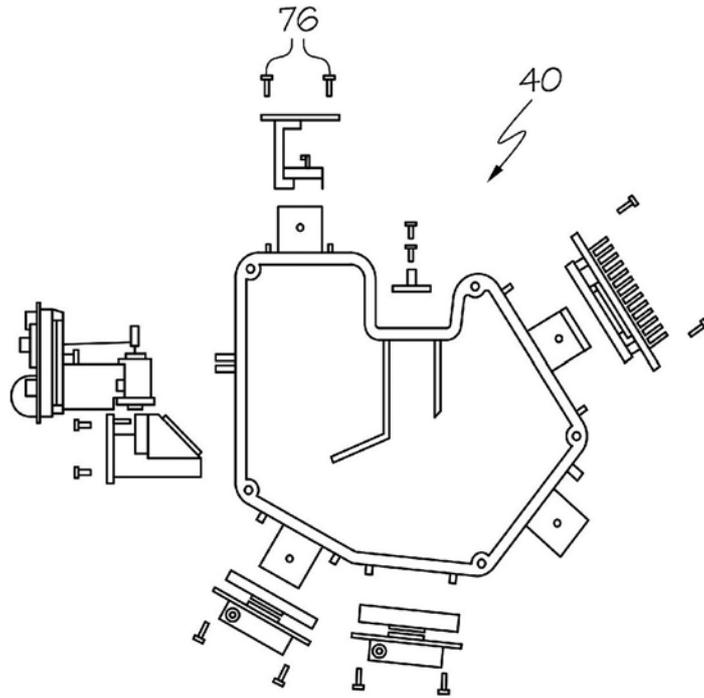


图 29A

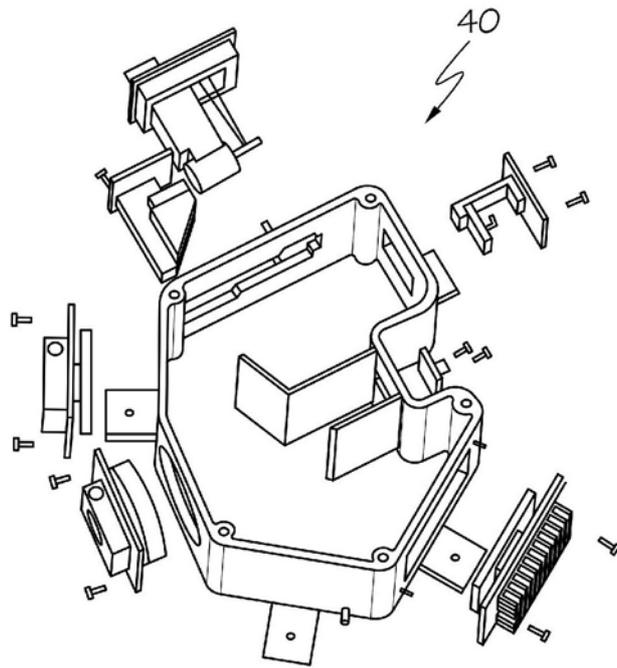


图 29B

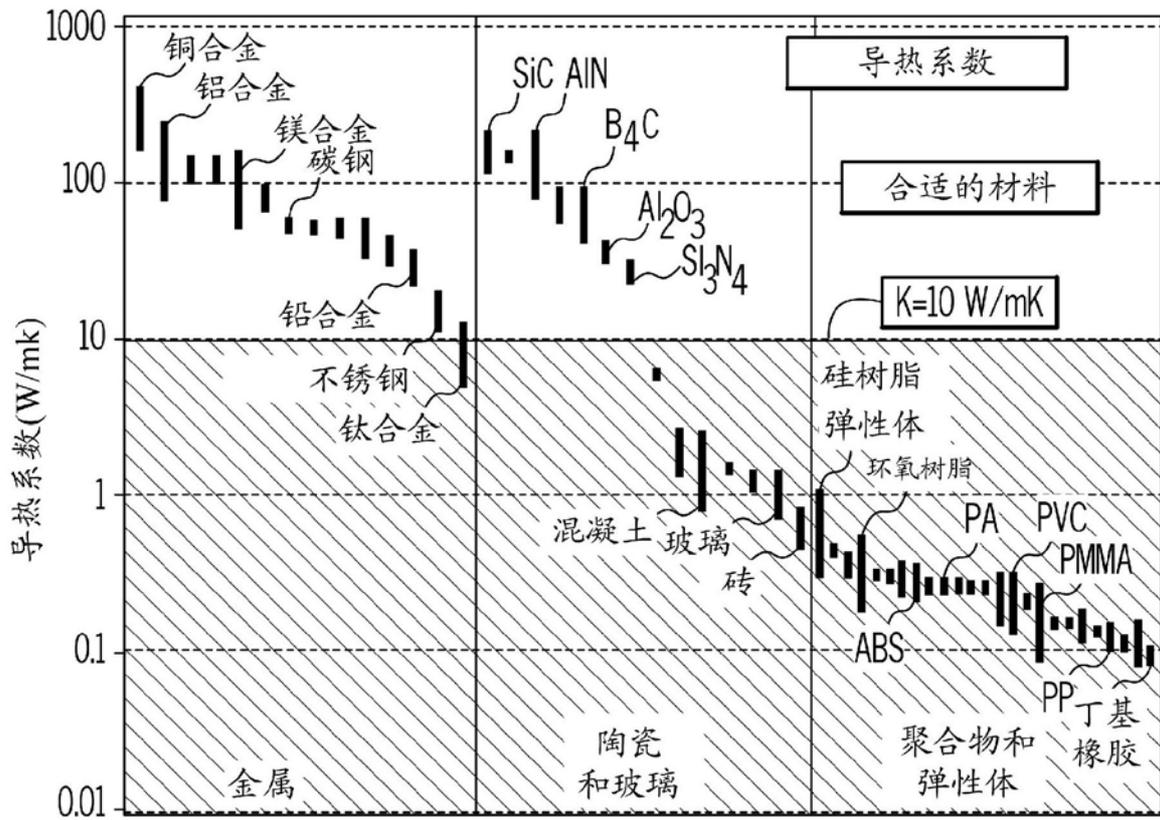


图 30

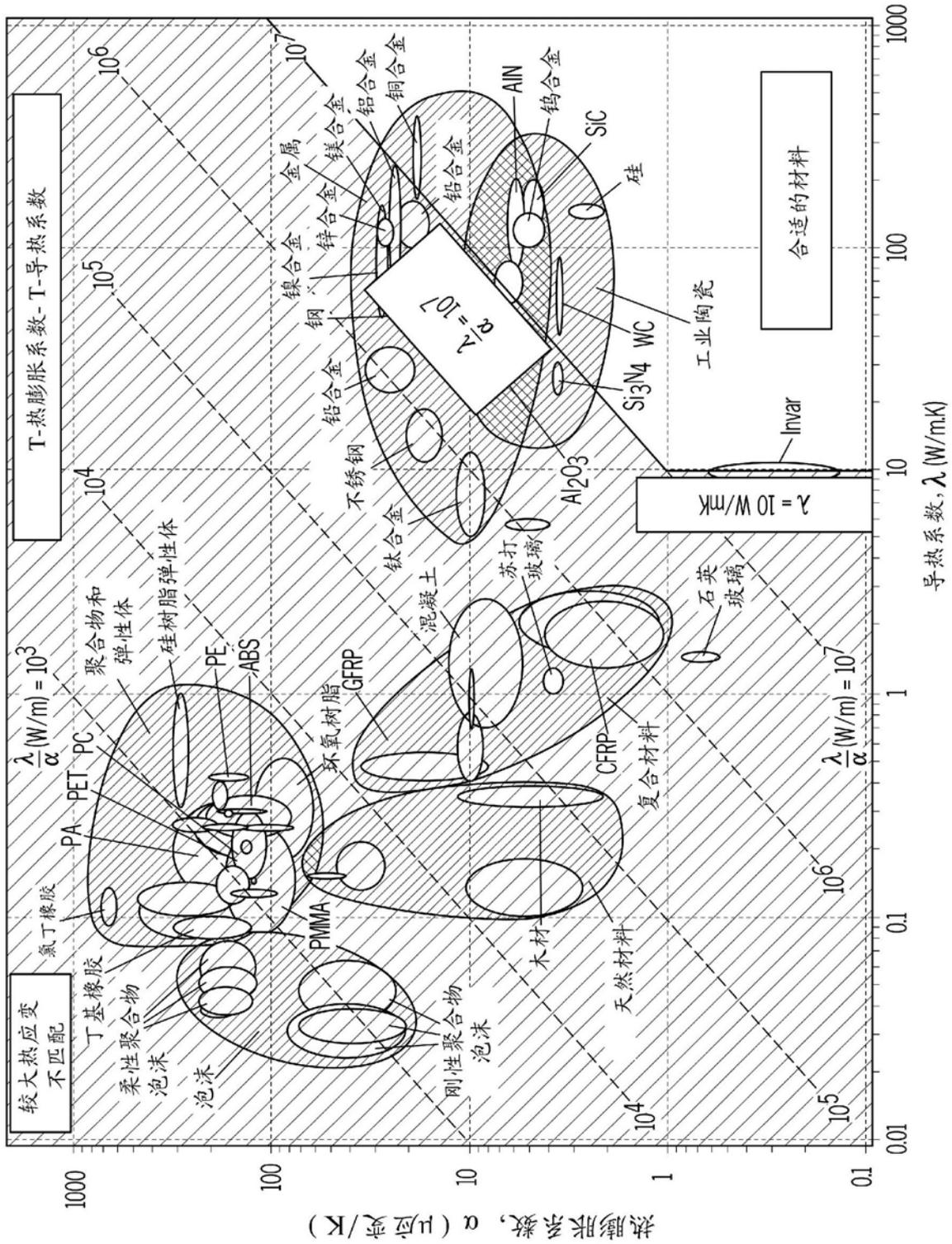


图31

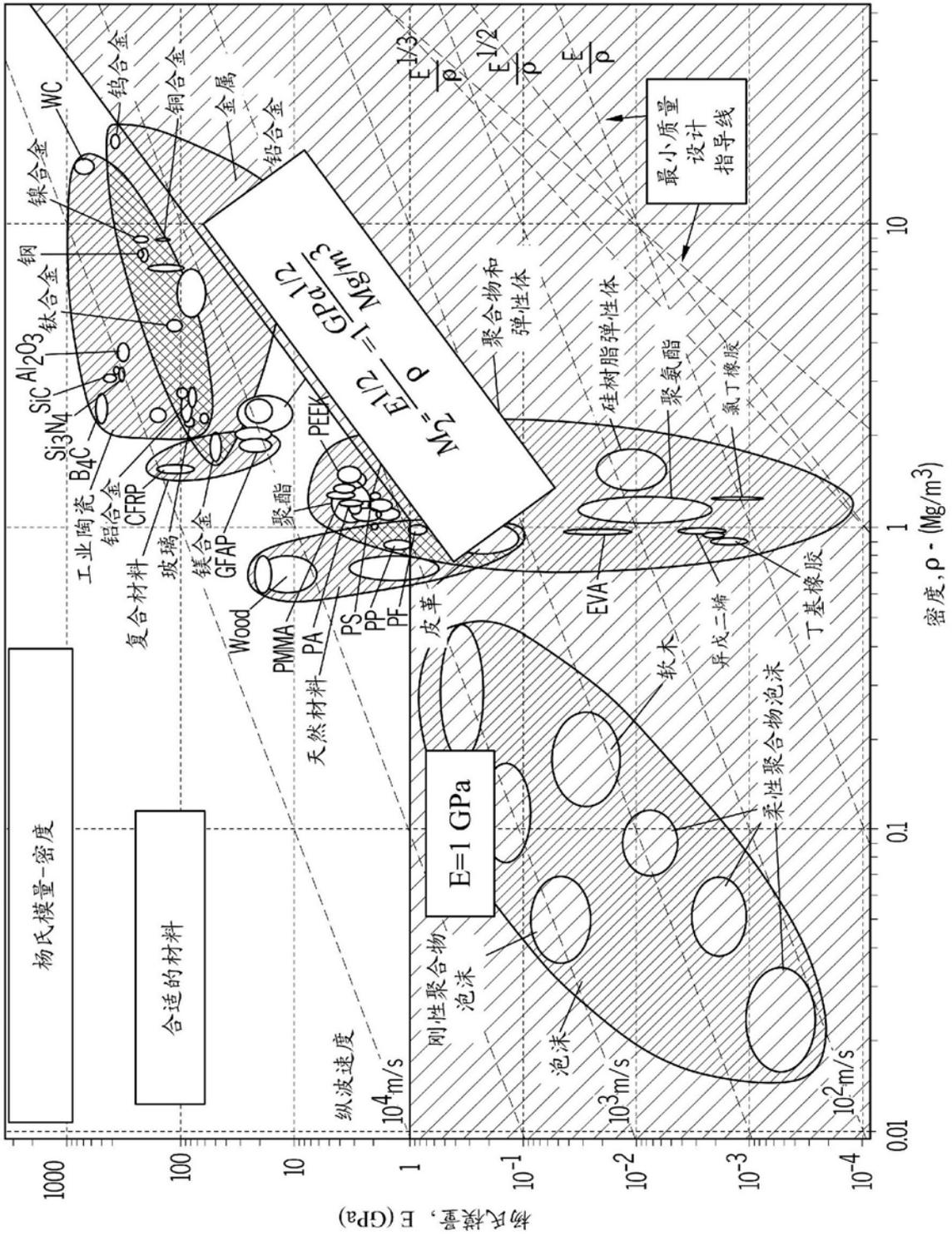


图 32

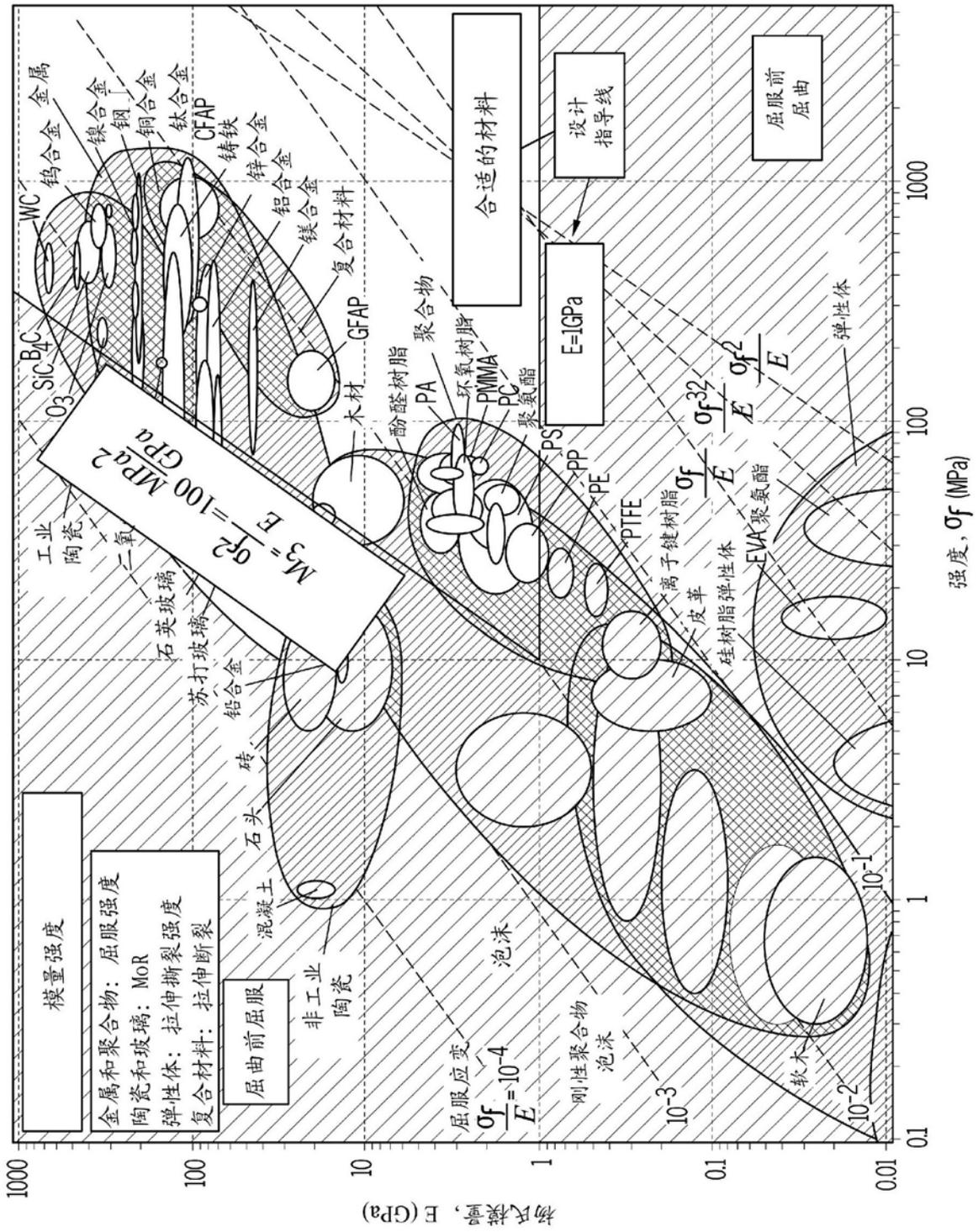
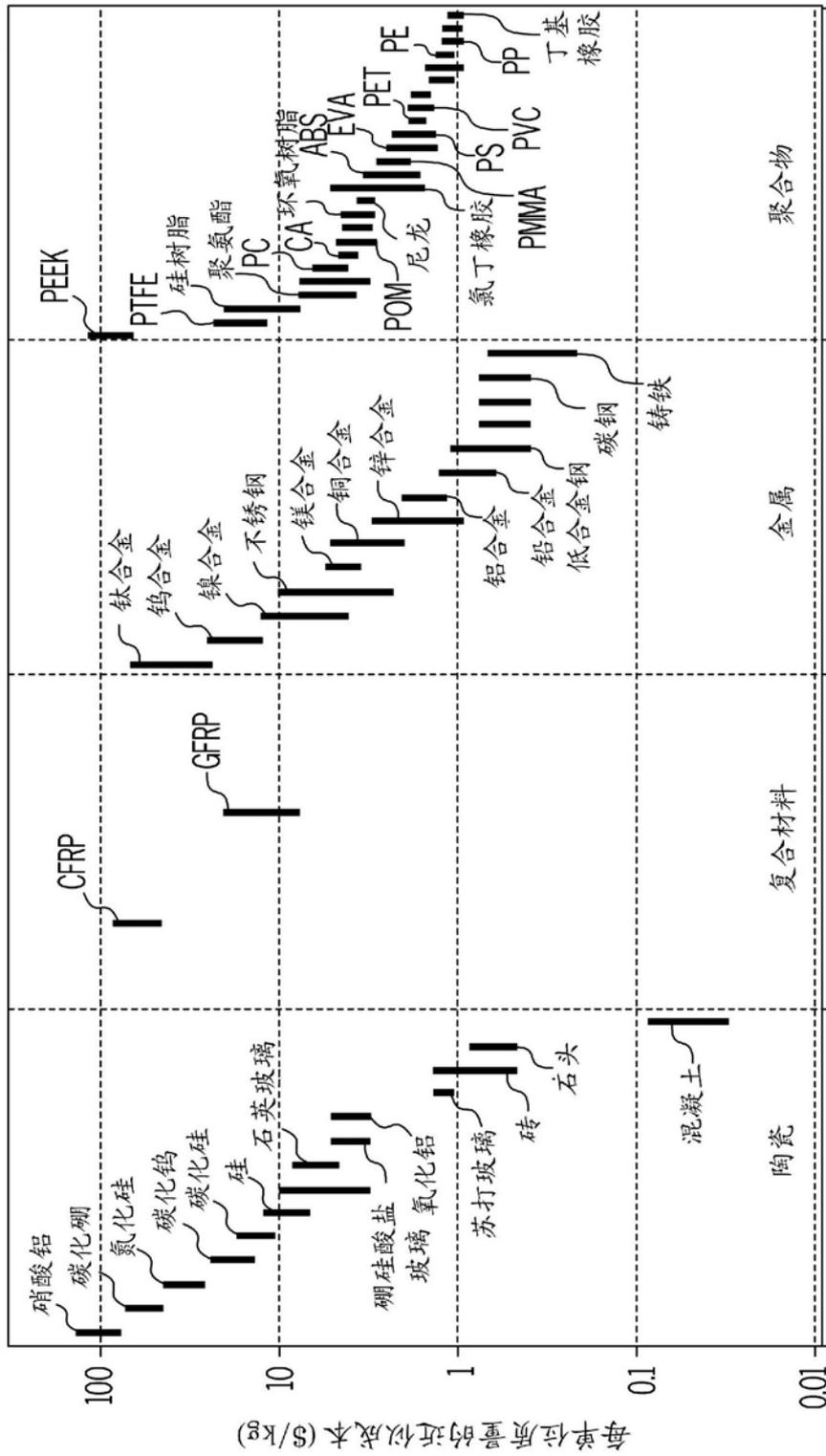


图 33



材料分类

图 34

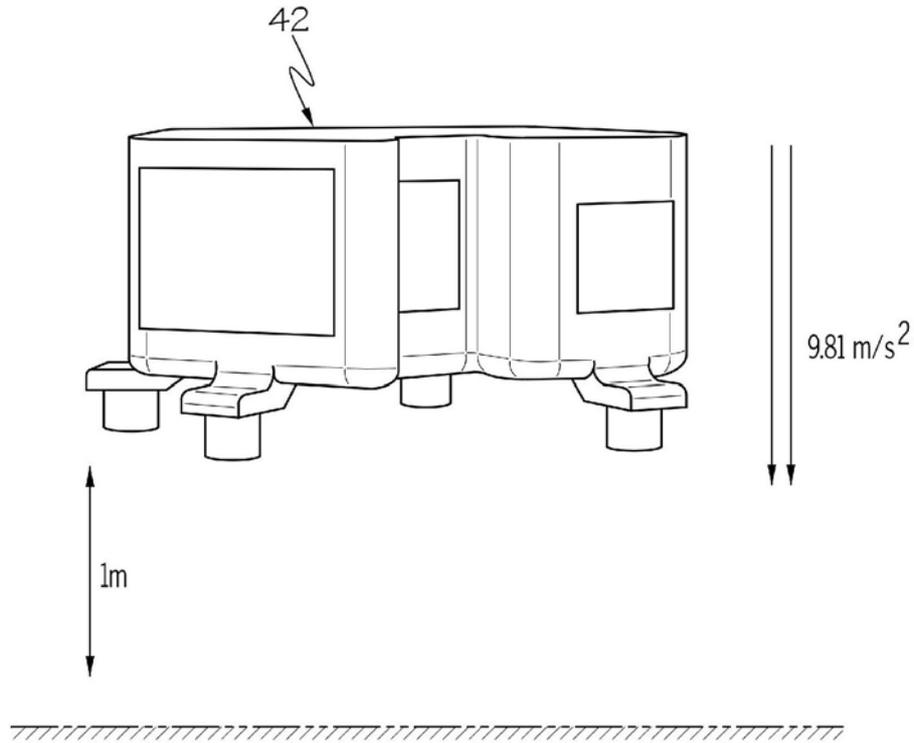


图 35

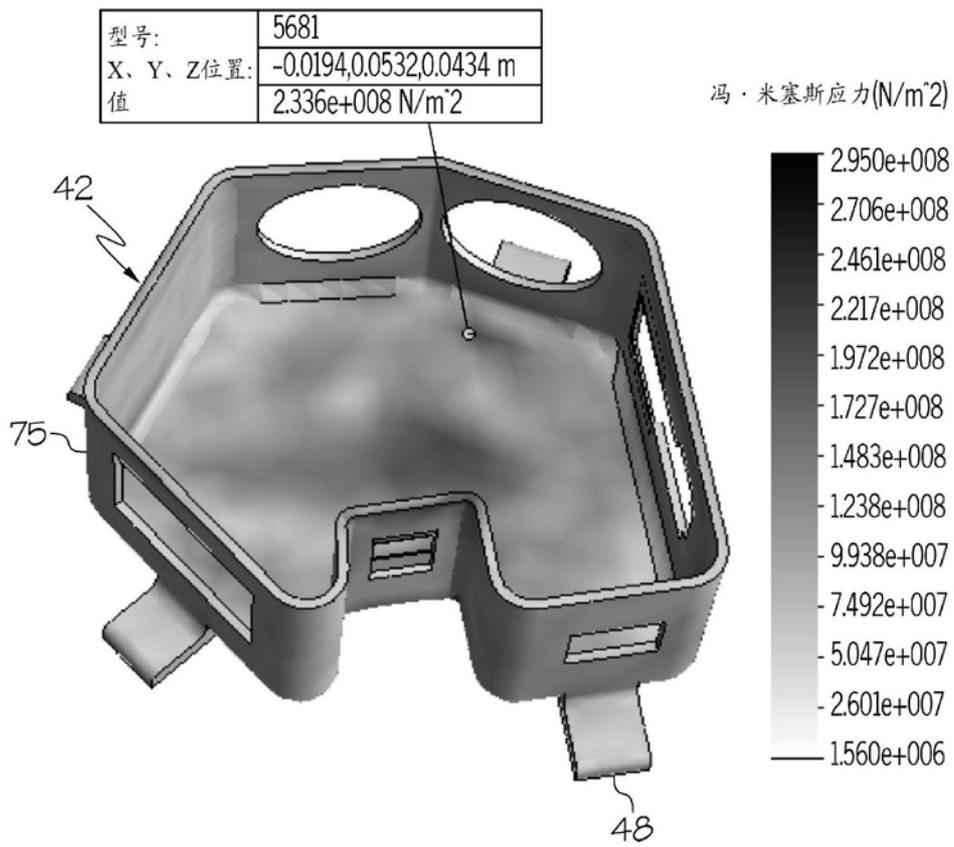


图 36

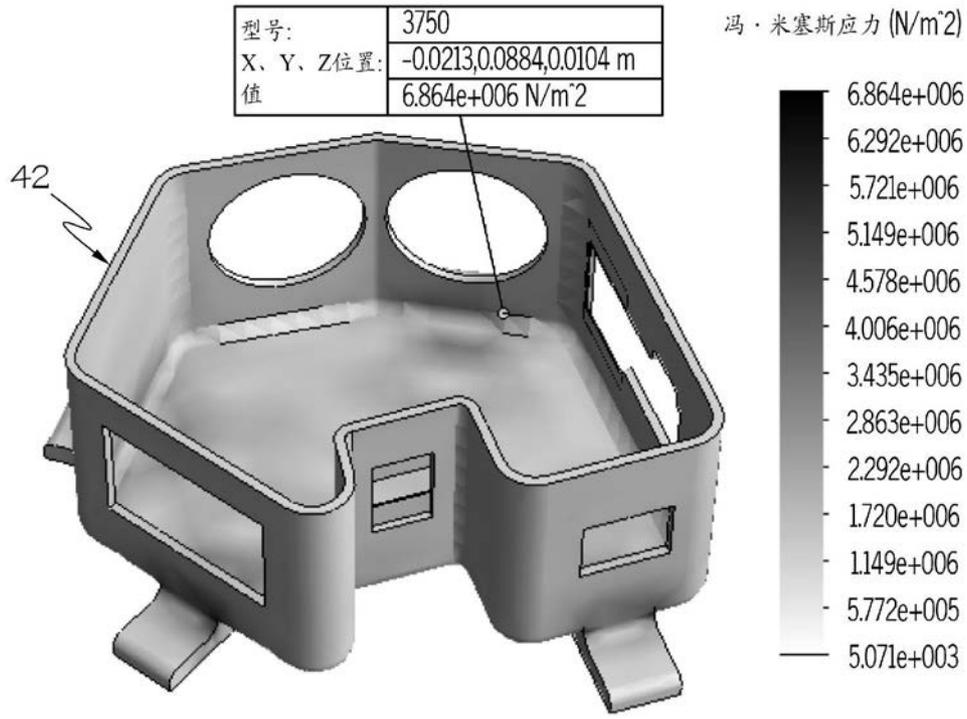


图 37A

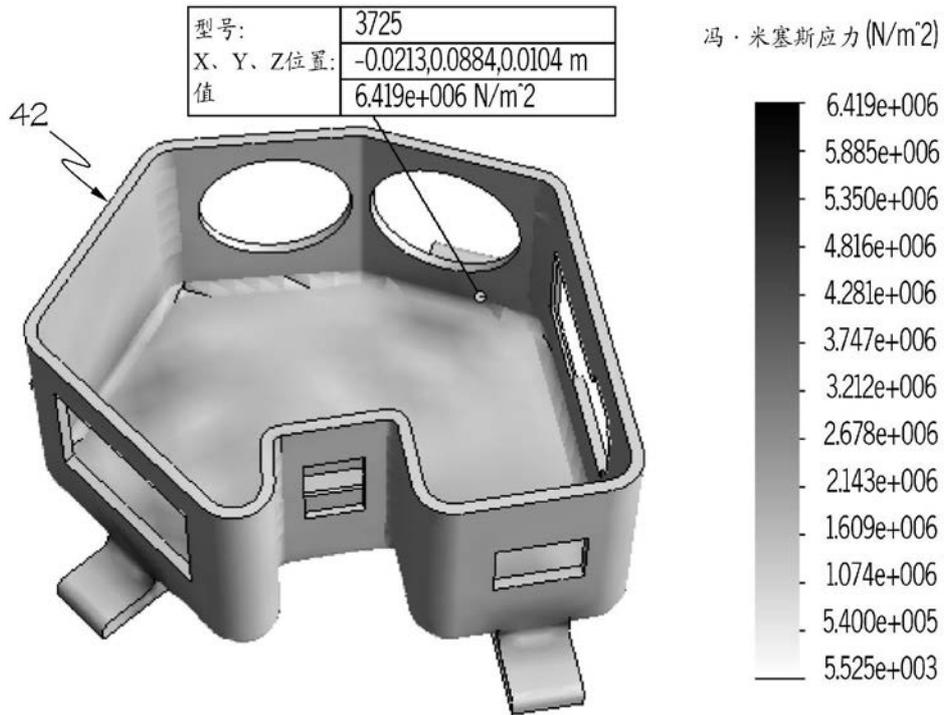


图 37B

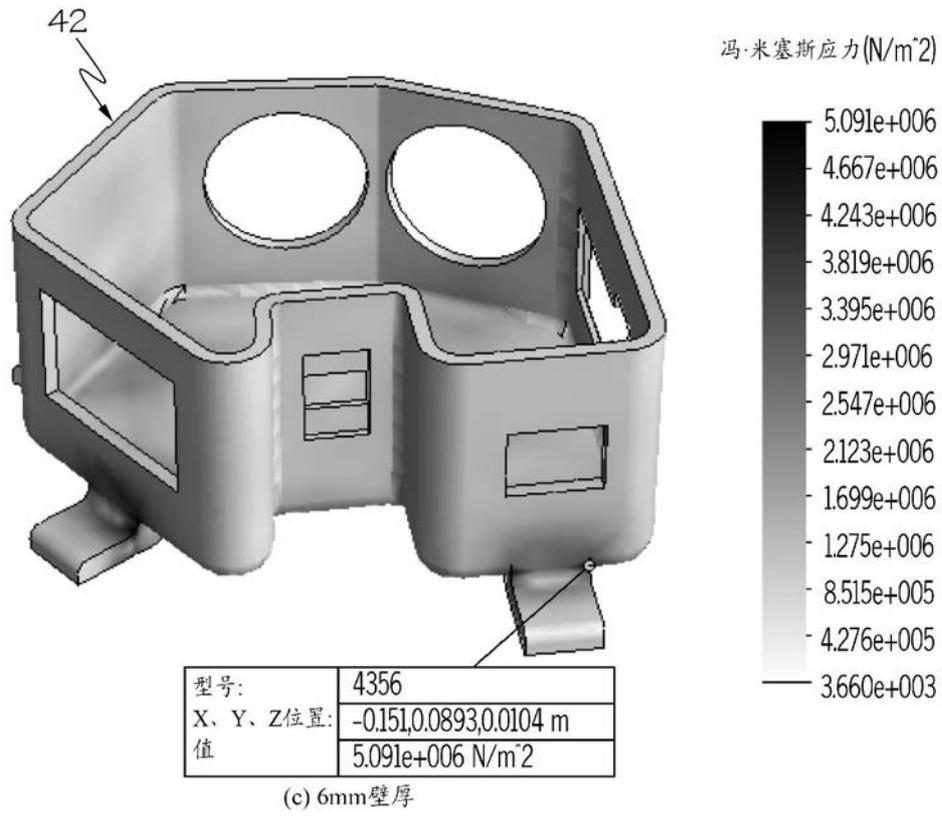


图 37C

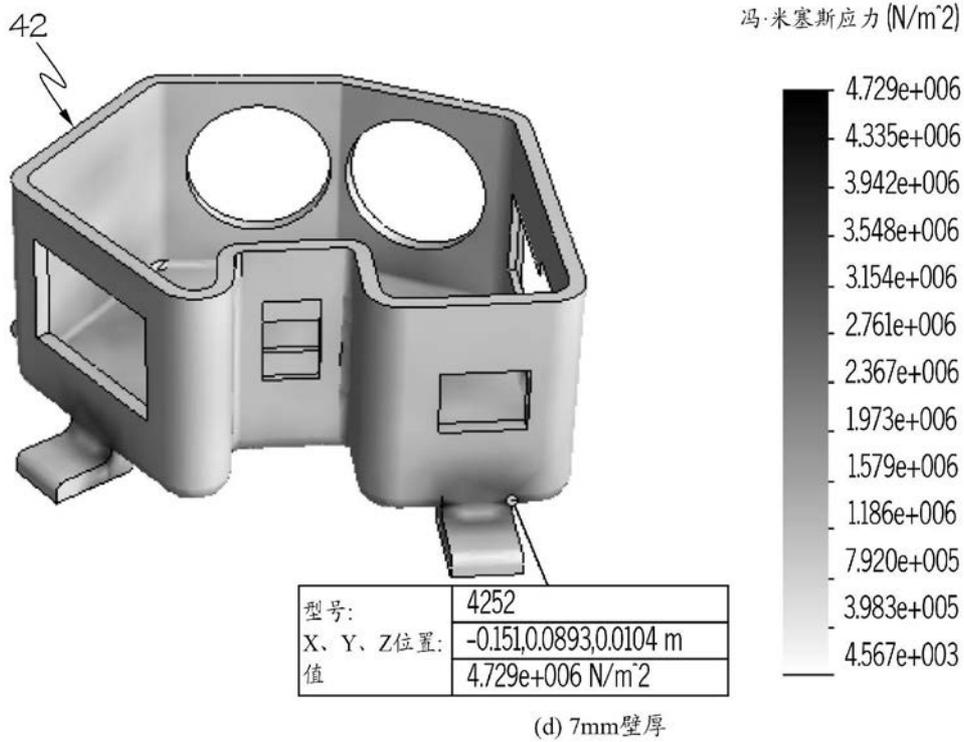


图 37D

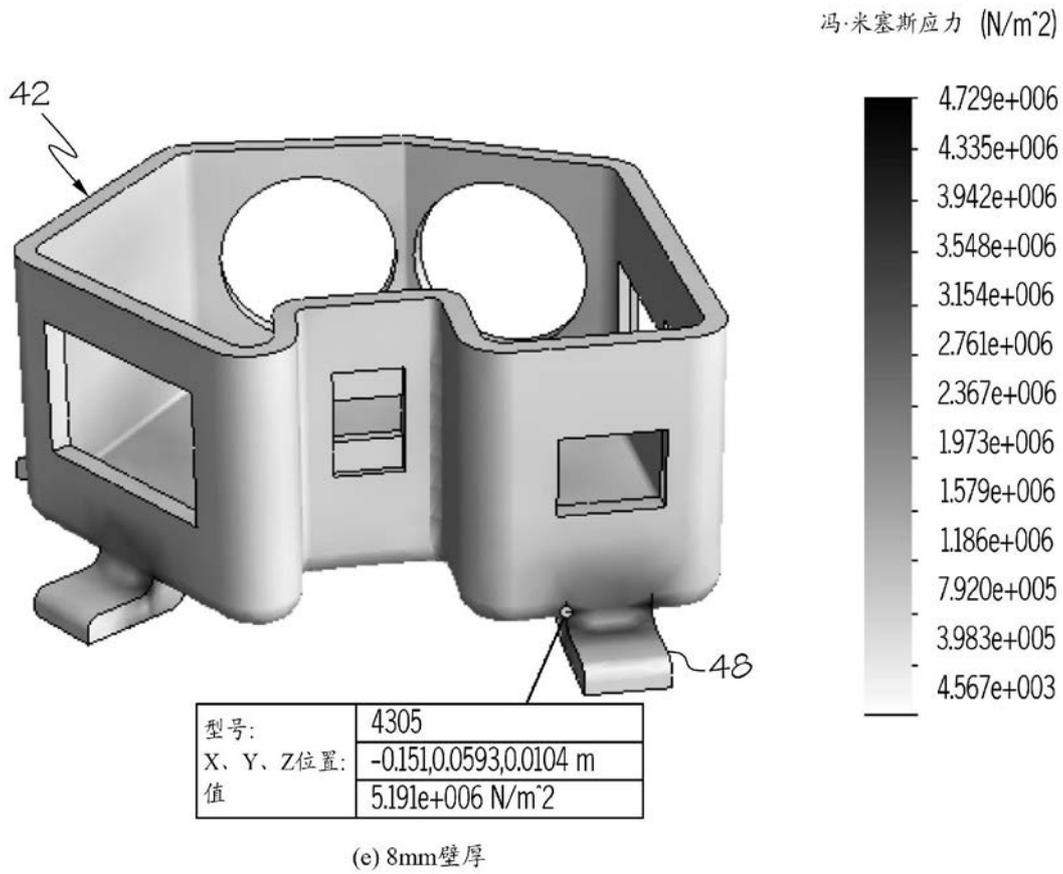


图 37E

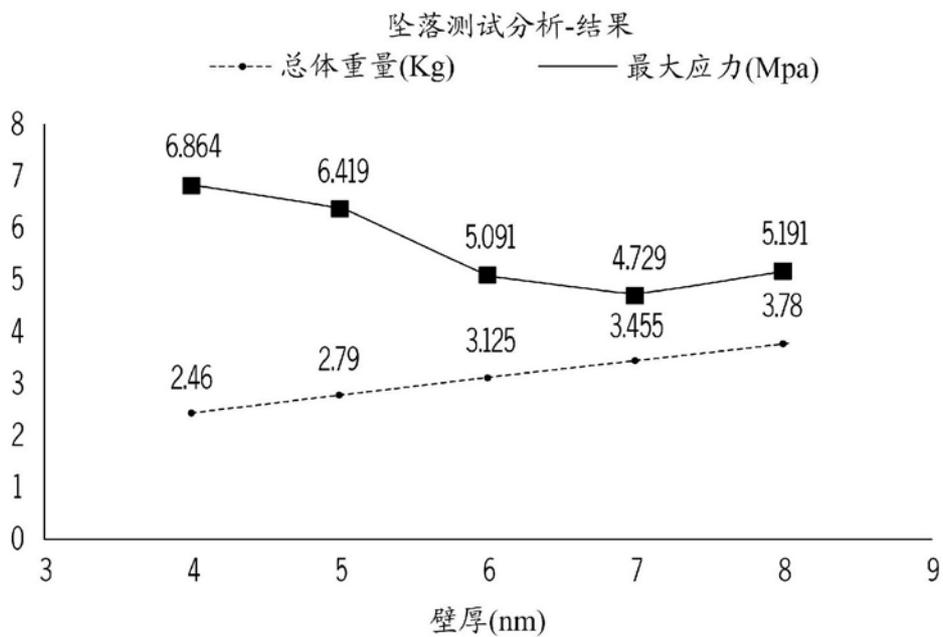
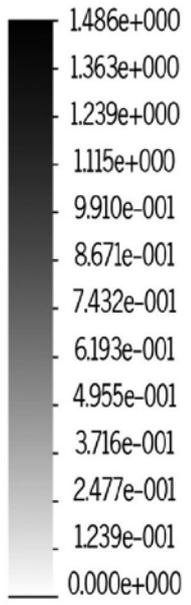
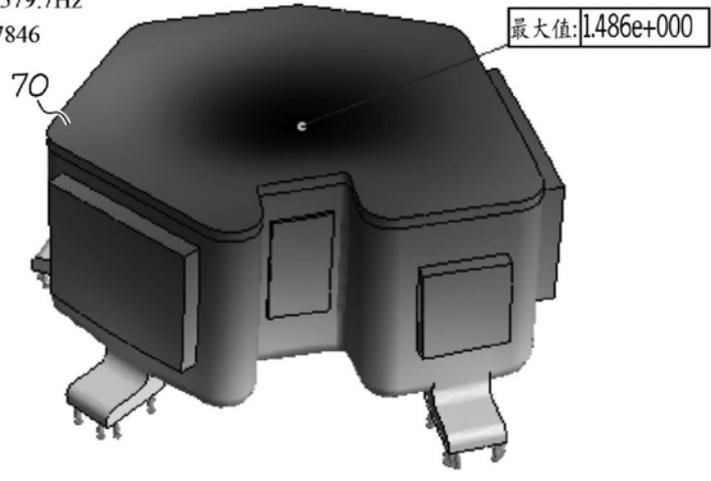


图 38

型号名称: 光学工作台6  
研究名称: 频率分析6mm (-默认-)  
绘图类型: 频率幅值1  
模态振型: 1值=1579.7Hz  
变形比例: 0.0197846

40

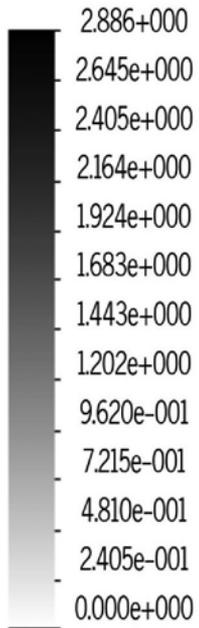
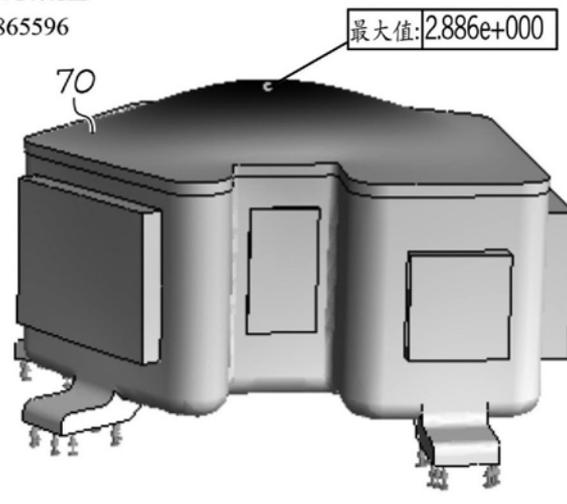


(a)模式1

图 39A

型号名称: 光学工作台6  
研究名称: 频率分析6mm (-默认-)  
绘图类型: 频率幅值2  
模态振型: 2值=1716.6Hz  
变形比例: 0.008865596

40



(b)模式2

图 39B

型号名称: 光学工作台6  
 研究名称: 频率分析6mm (-默认-)  
 绘图类型: 频率幅值3  
 模态振型: 3值=1808.6Hz  
 变形比例: 0.0315008

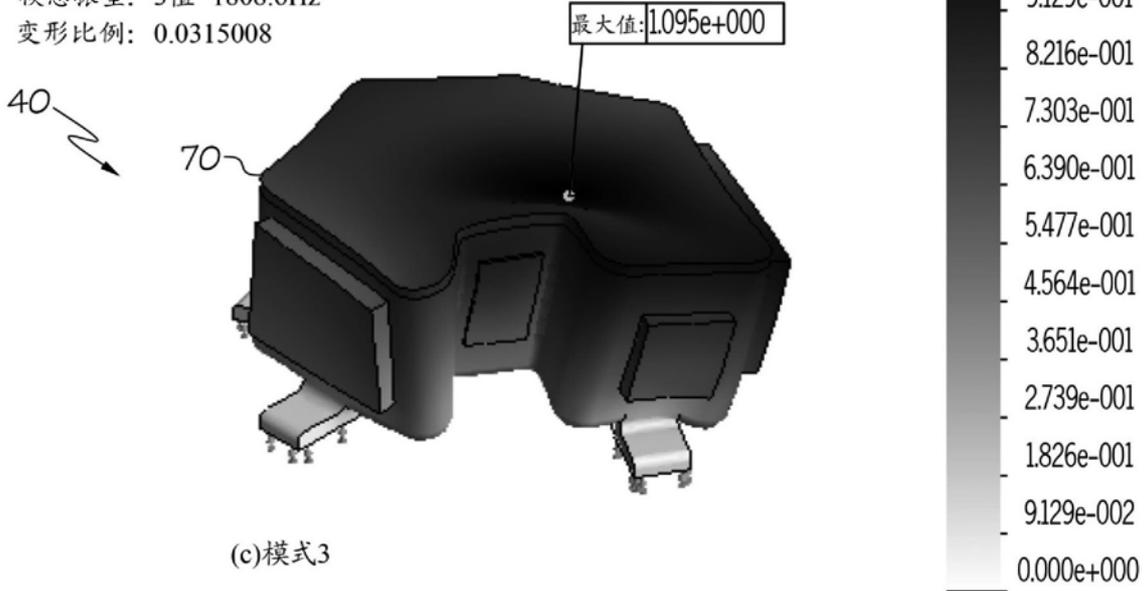


图 39C

型号名称: 光学工作台6  
 研究名称: 频率分析6mm (-默认-)  
 绘图类型: 频率幅值4  
 模态振型: 4值=2042.8Hz  
 变形比例: 0.00745651

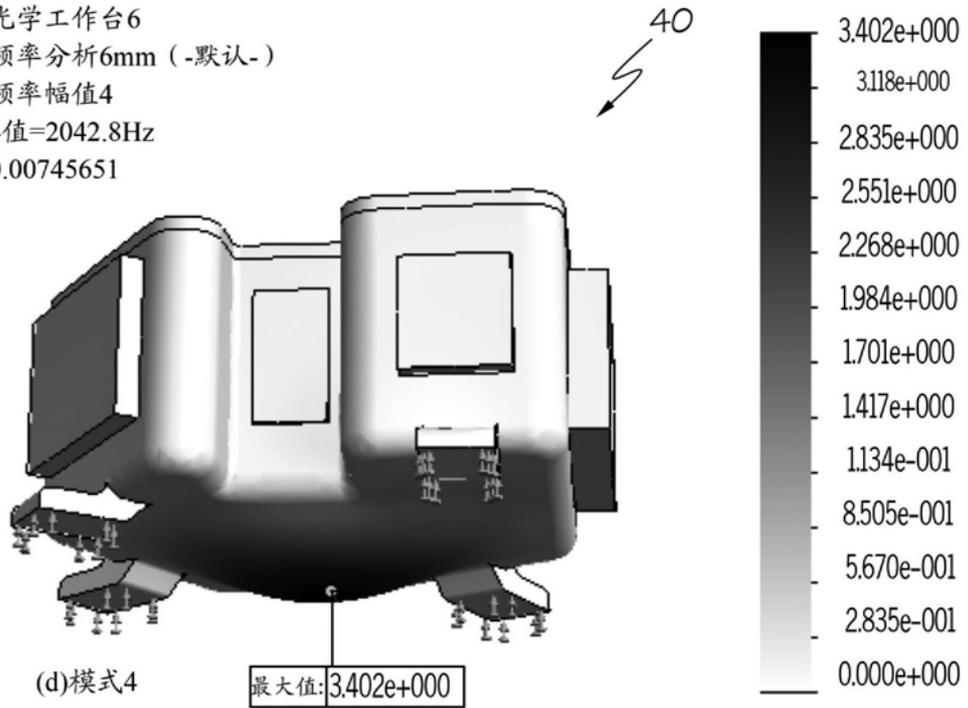


图39D

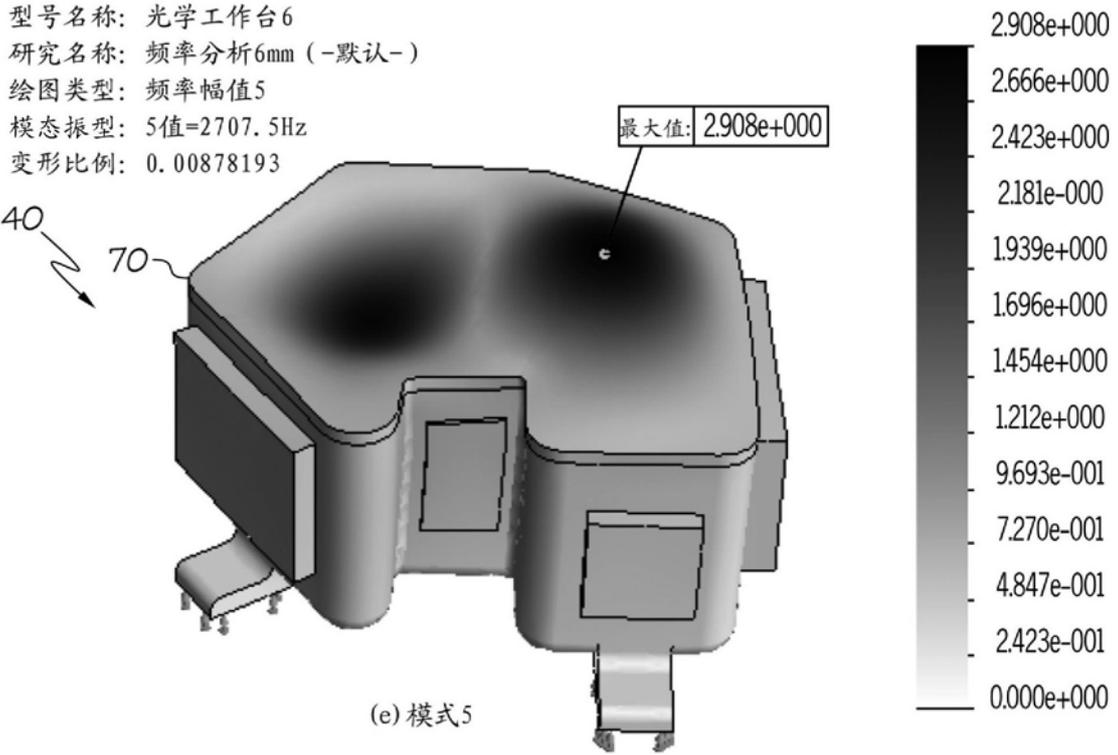


图 39E

自然频率与壁厚的关系

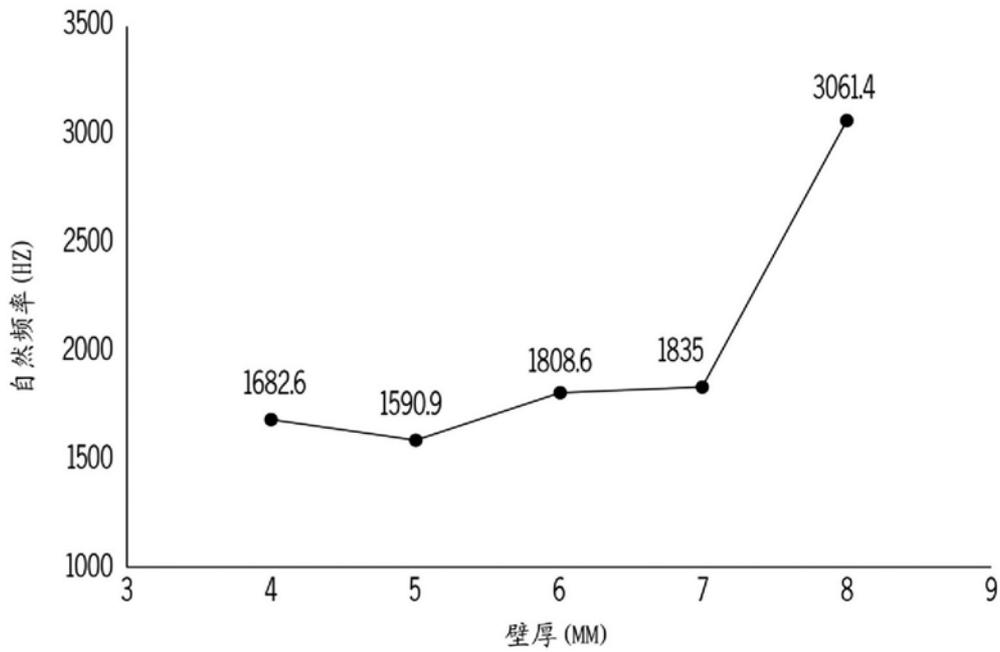


图 40

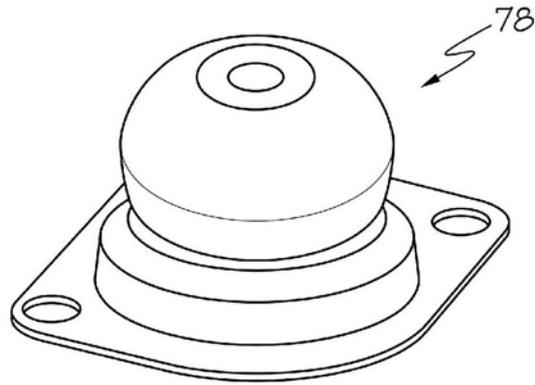


图 41

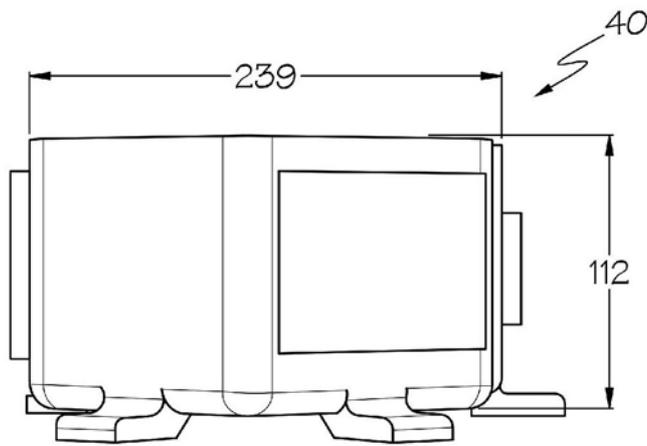


图 42A

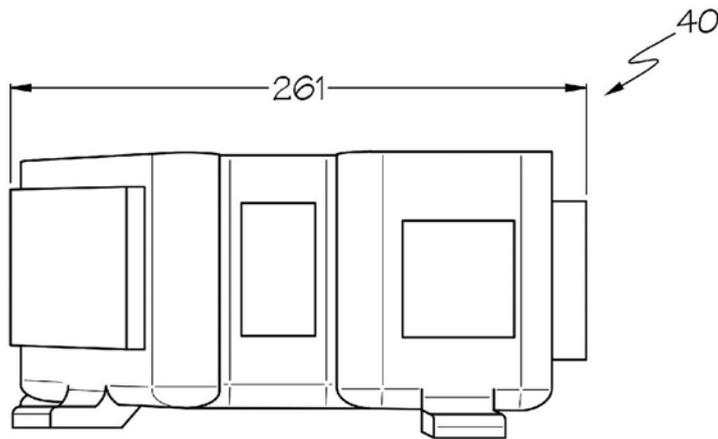


图 42B

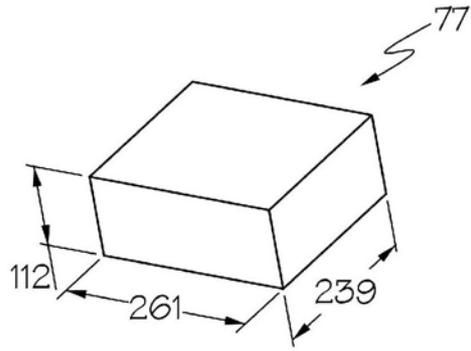


图 42C

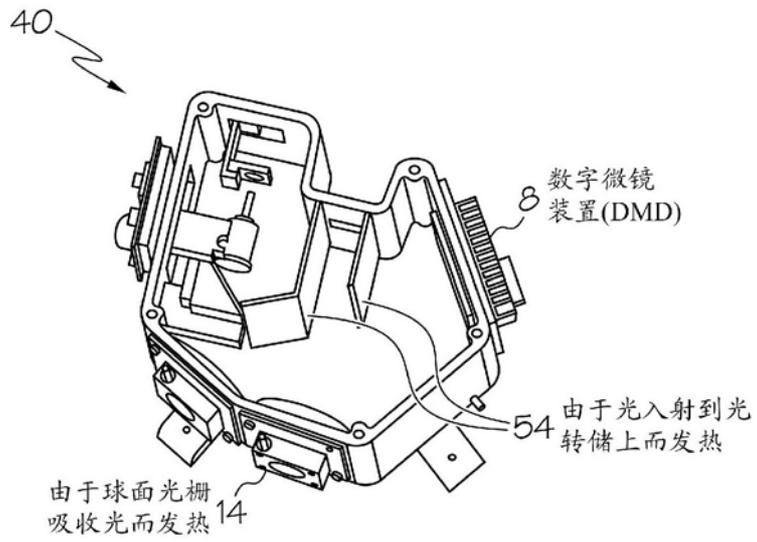


图 43

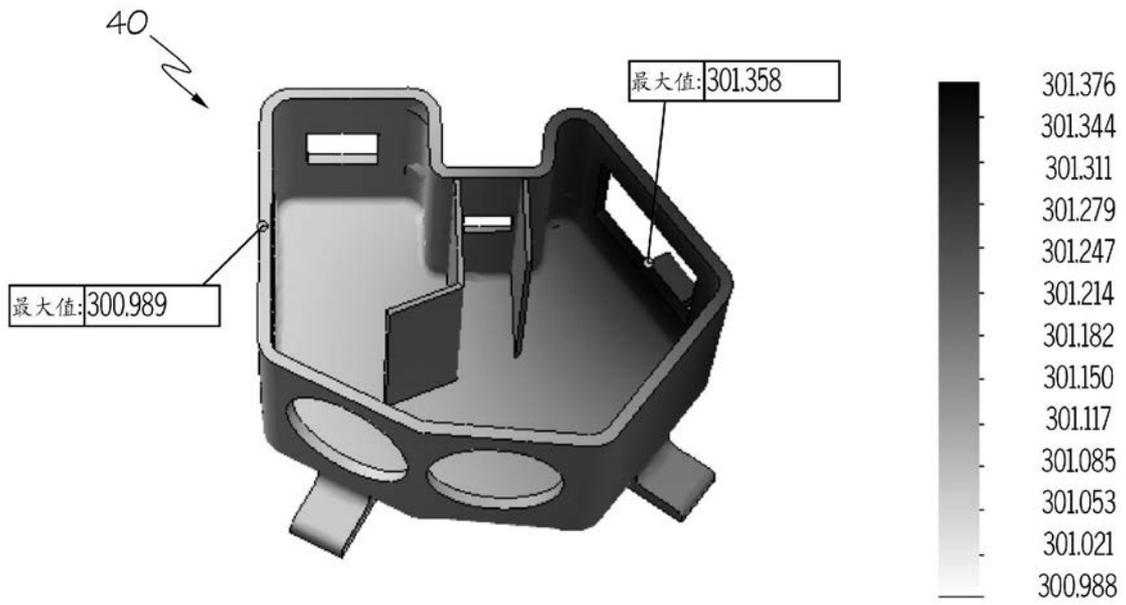


图 44

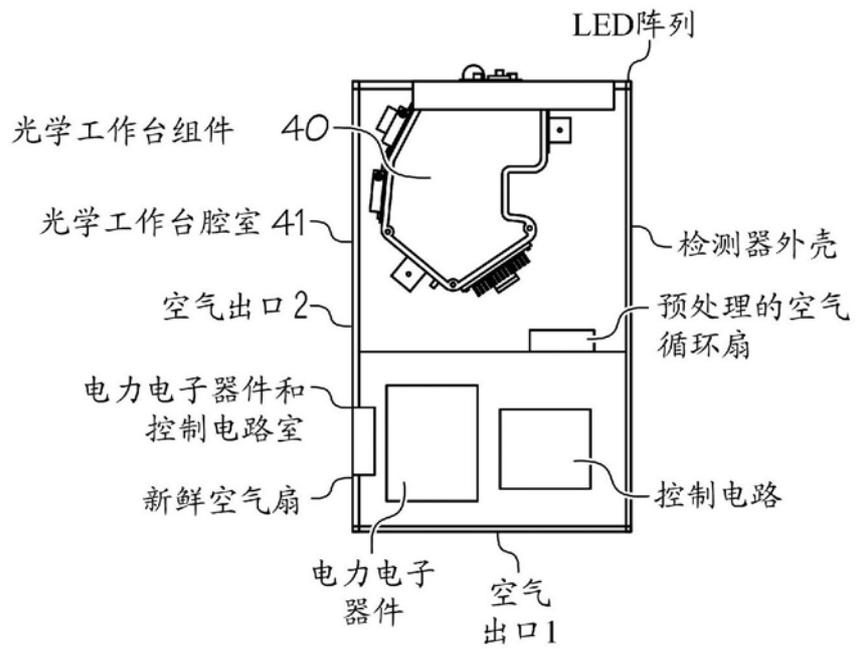


图 45

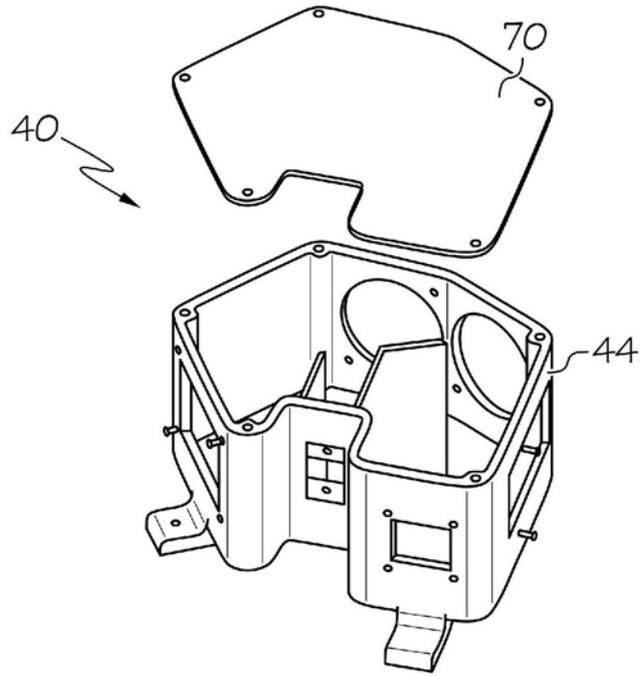


图 46

		含铁金属	不含铁金属	陶瓷	玻璃	弹性体	热塑性塑料	热固性树脂	聚合物泡沫	复合材料
精整	砂模铸造	●	●							
	拉模铸造	●	●							
	熔模铸造	●	●							
	低压铸造		●							
	锻造	●	●							
	挤出		●							
	板料成形	●	●							
	供电方法	●	●	●						
	电机械加工	●	●	●						
	常规机械加工	●	●	●	●	●	●	●	●	
	注塑		●		●	●	●	●	●	
	吹塑		●		●		●			
	压缩模塑		●		●	●	●	●		
	旋转模塑		●			●	●	●	●	
	热成形		●			●	●	●		
	聚合物铸造		●			●	●	●	●	
	树脂传递模塑		●				●	●	●	●
	长丝缠绕		●							●
	铺设方法		●							●
	真空袋		●							●
连接	粘合剂	●	●	●	●	●	●	●	●	●
	焊接, 金属	●	●							
	焊接, 聚合物		●			●	●	●	●	
	紧固件	●	●	●	●	●	●	●	●	●
成形	精密机械加工	●	●				●	●		●
	磨削	●	●	●	●					●
	研磨	●	●	●	●					●
	抛光	●	●	●	●		●	●		●

可行的过程

图 47

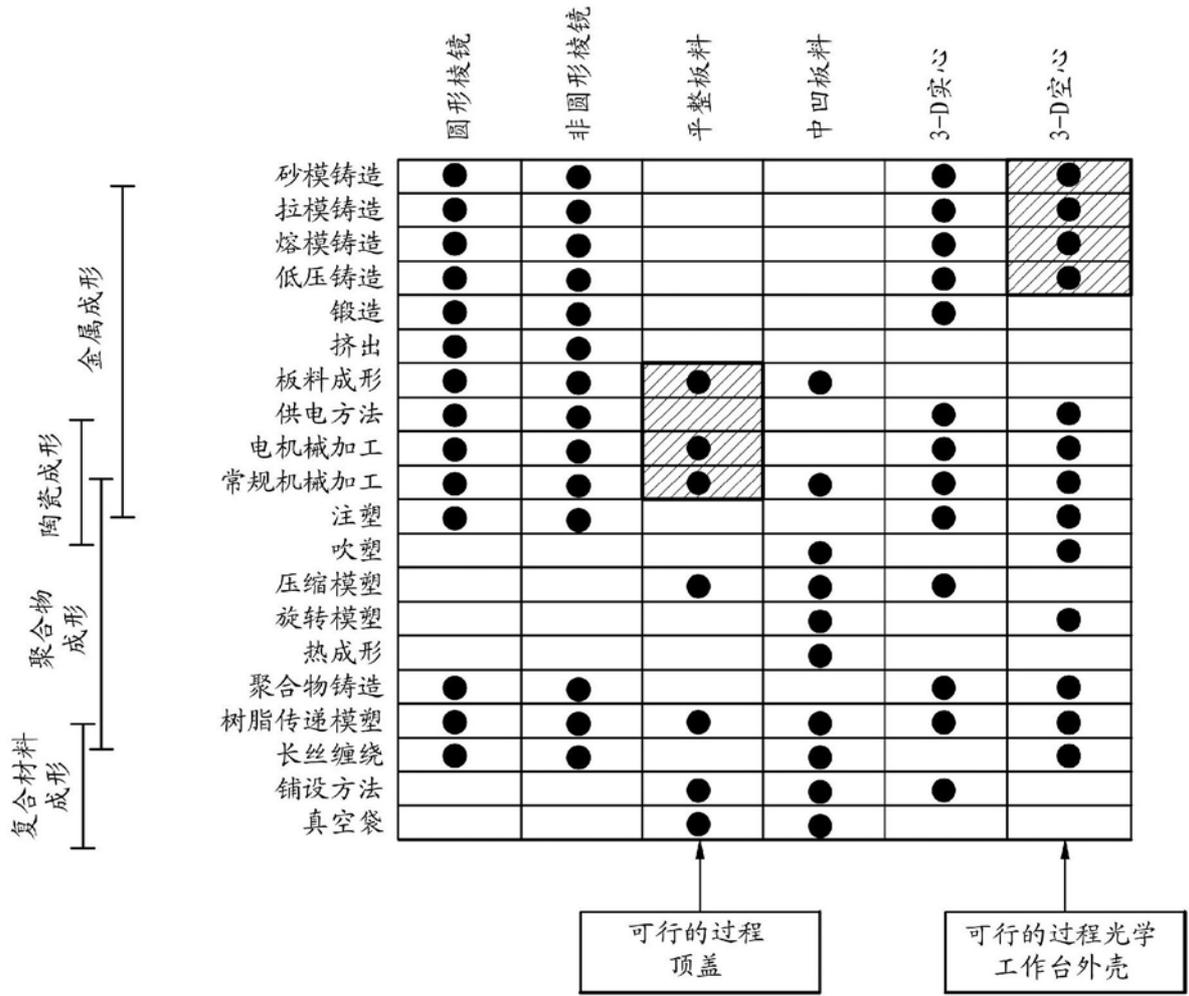


图 48

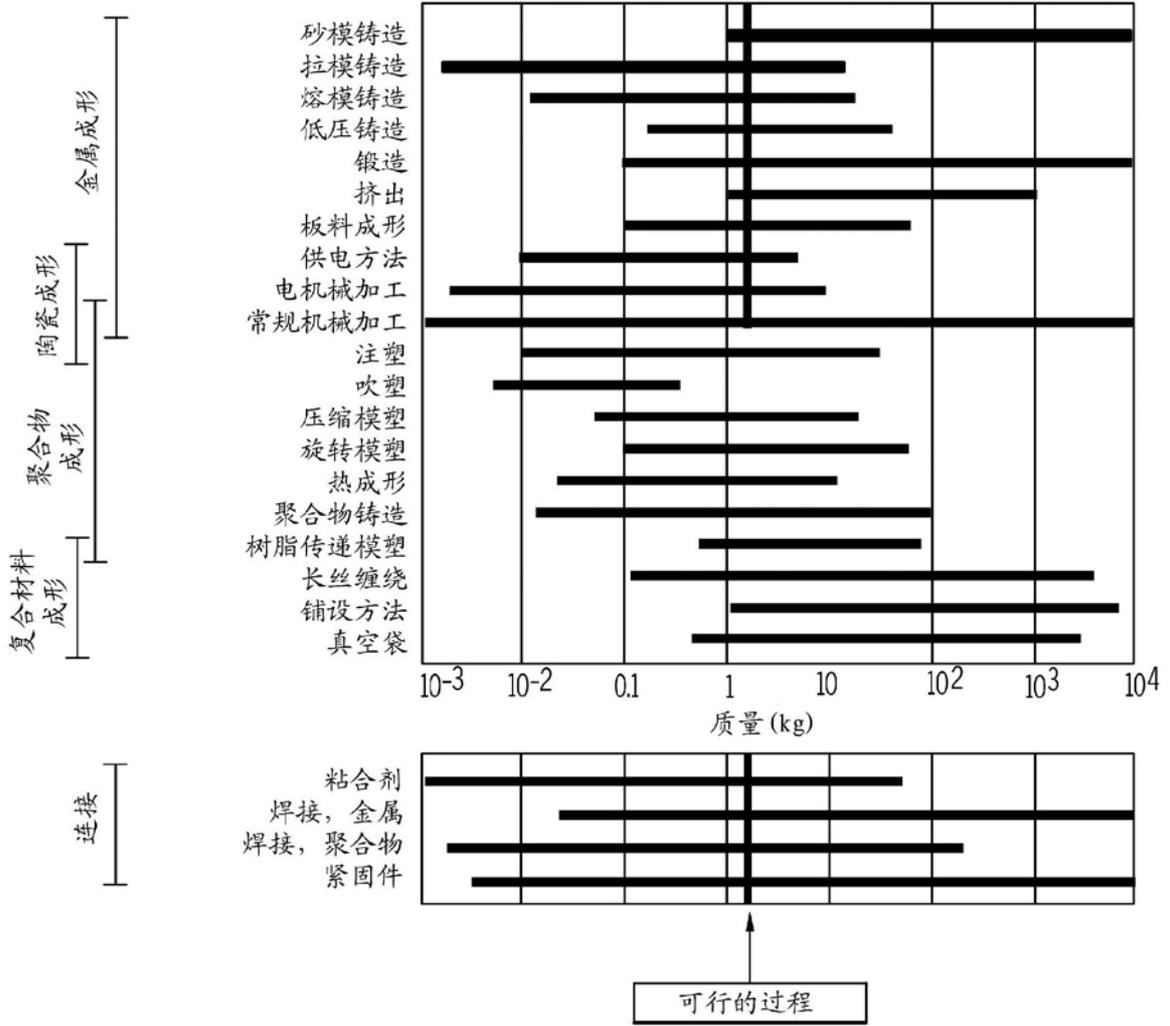


图 49

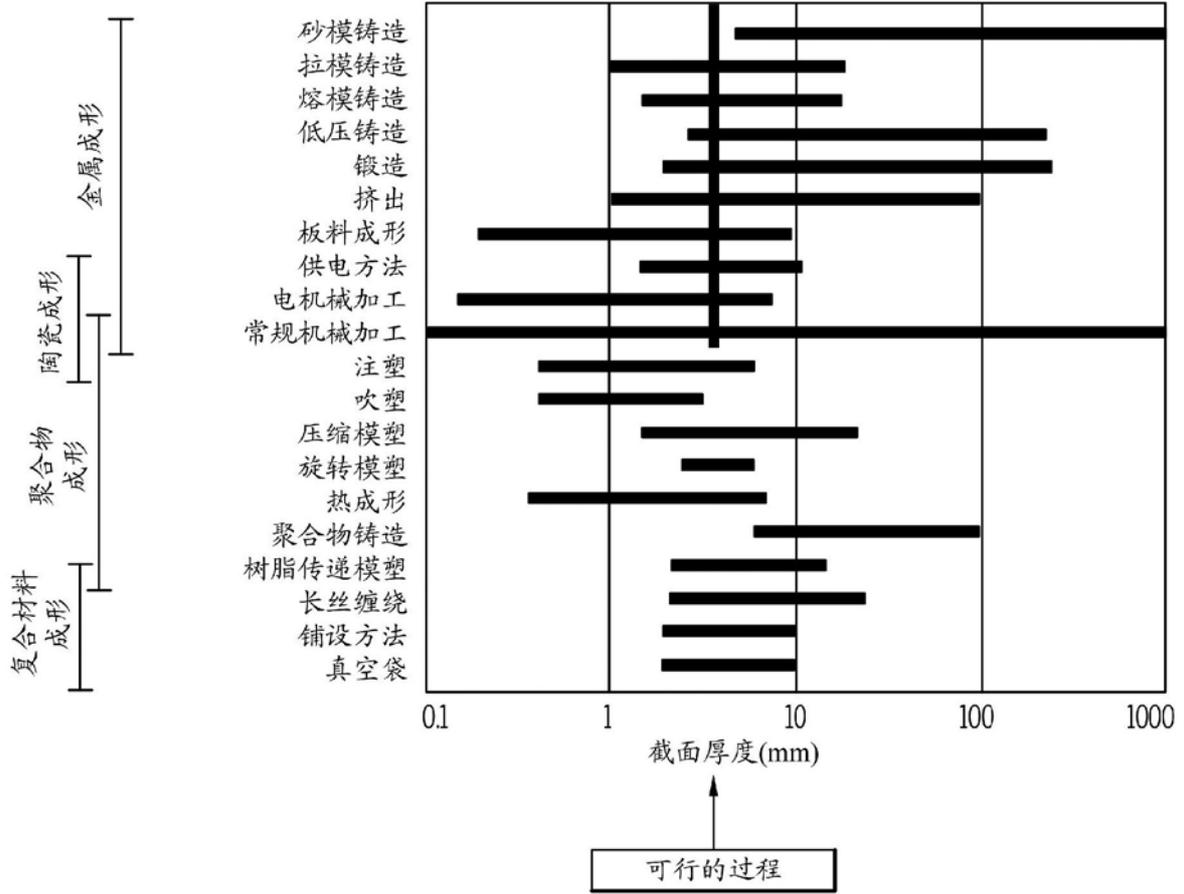


图 50

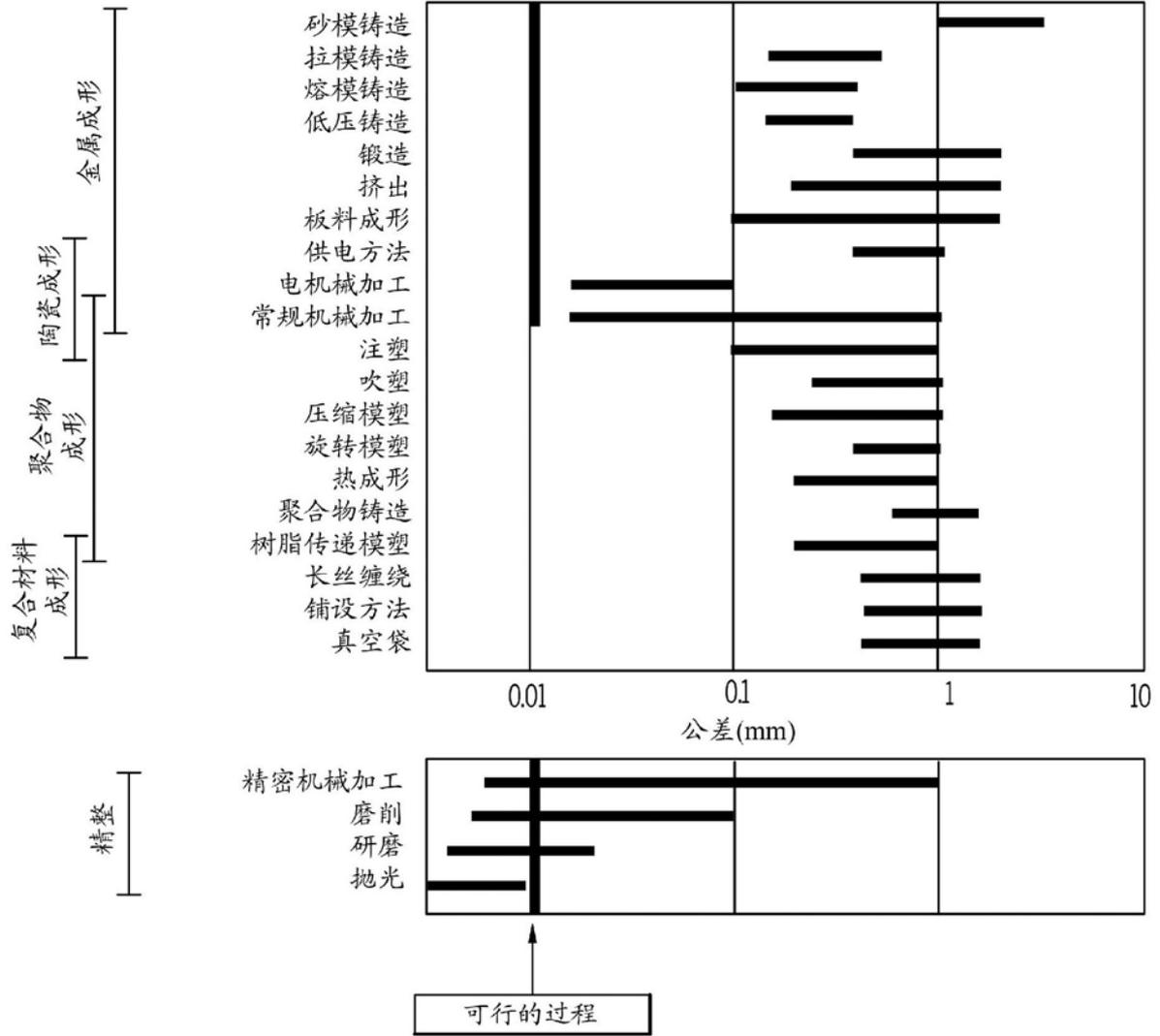


图 51

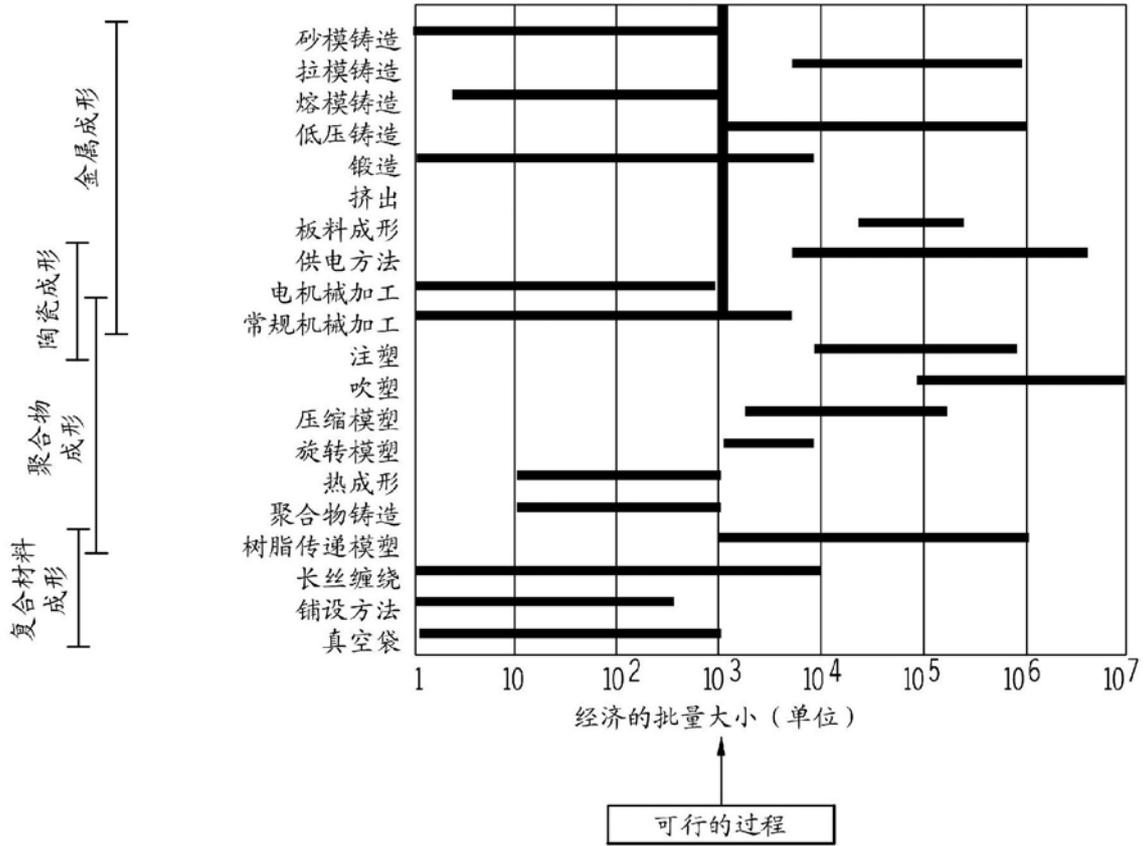
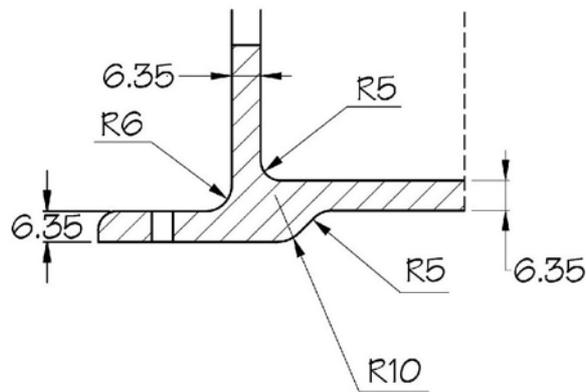


图 52



所有尺寸均以mm为单位

图 53

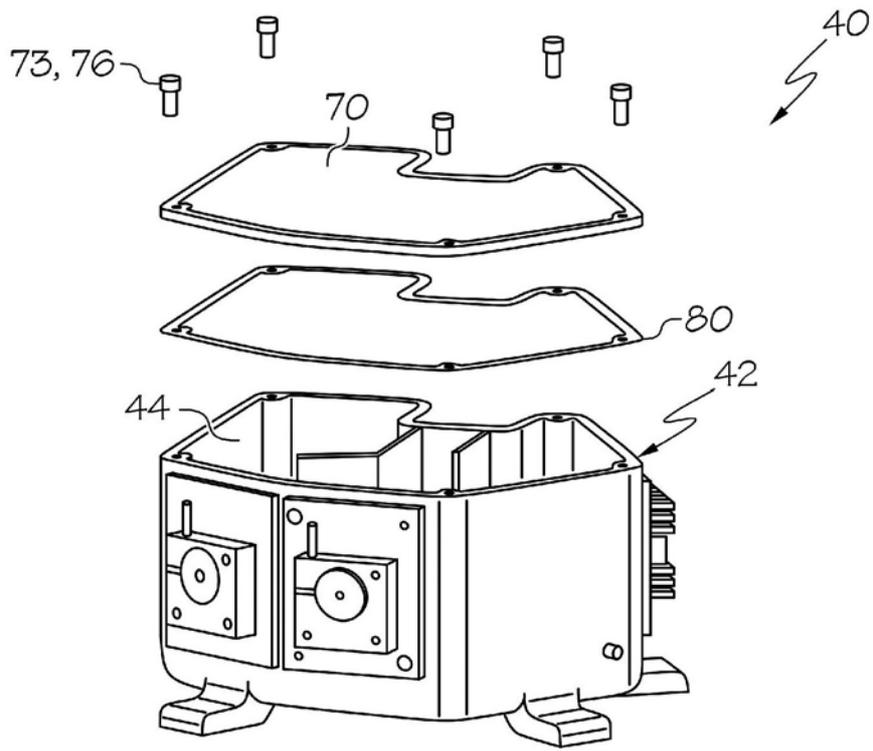


图 54

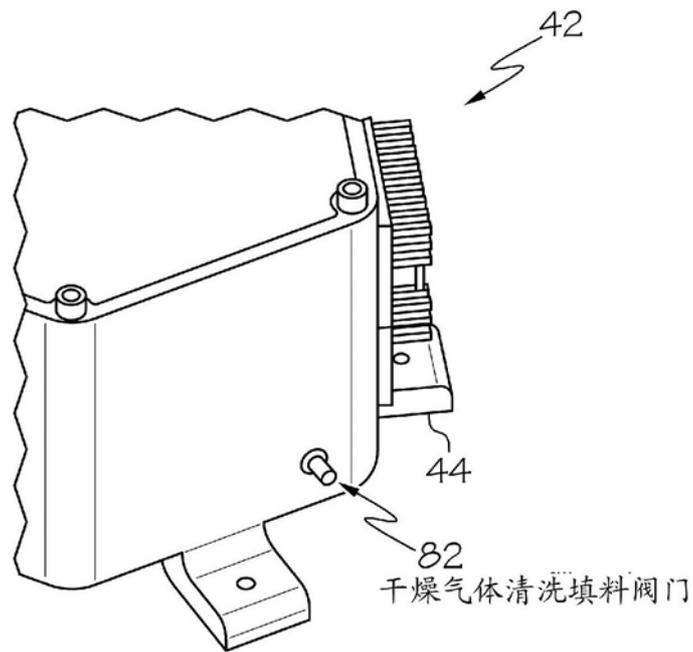


图 55

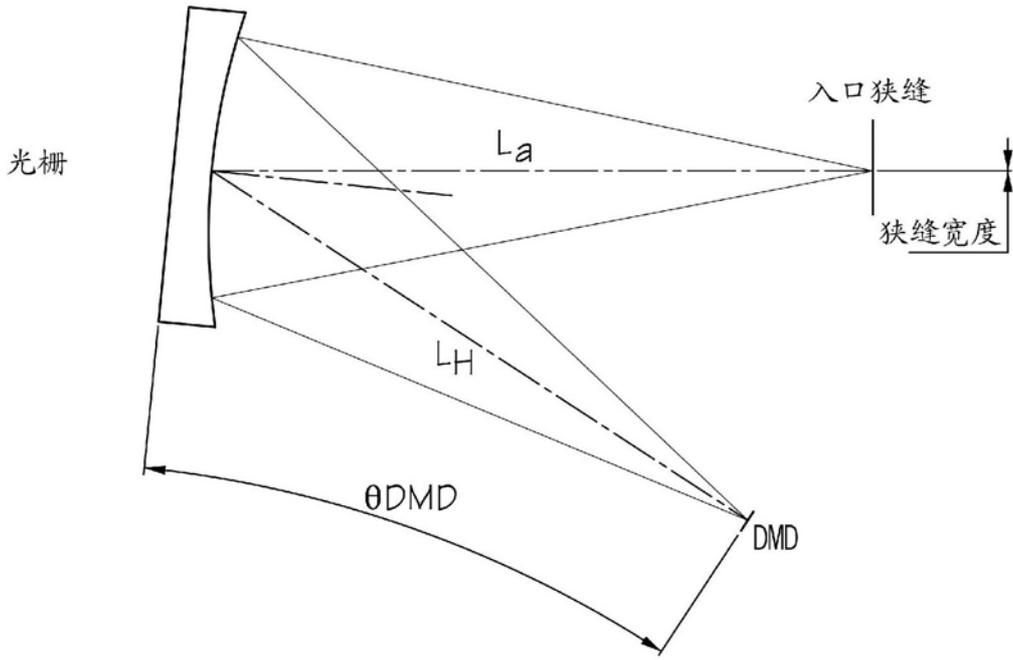


图 56

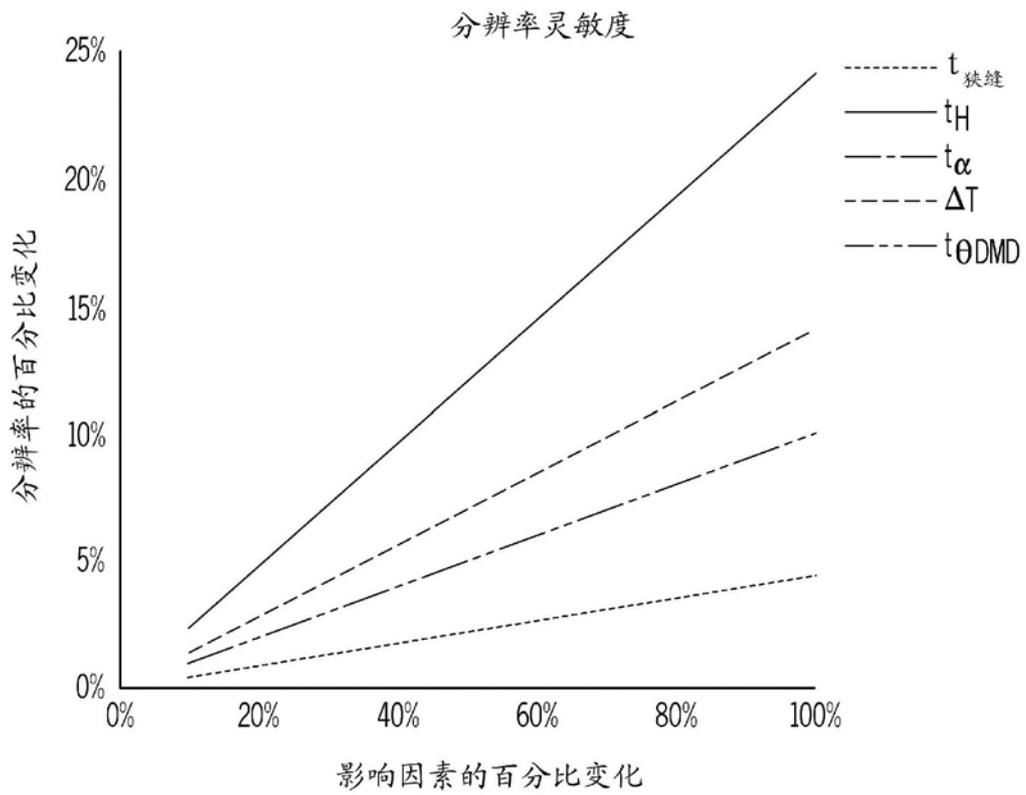


图 57

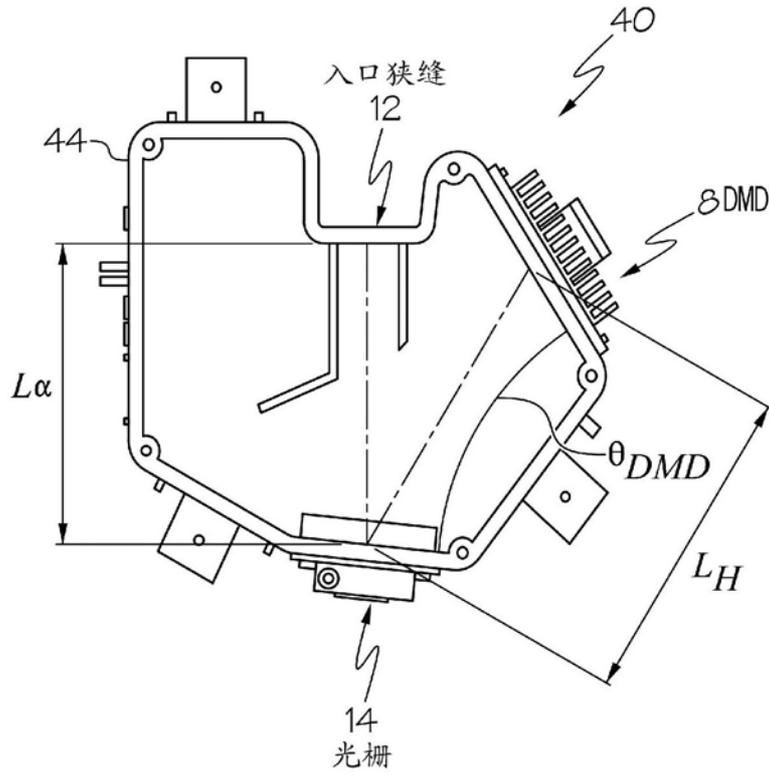


图 58

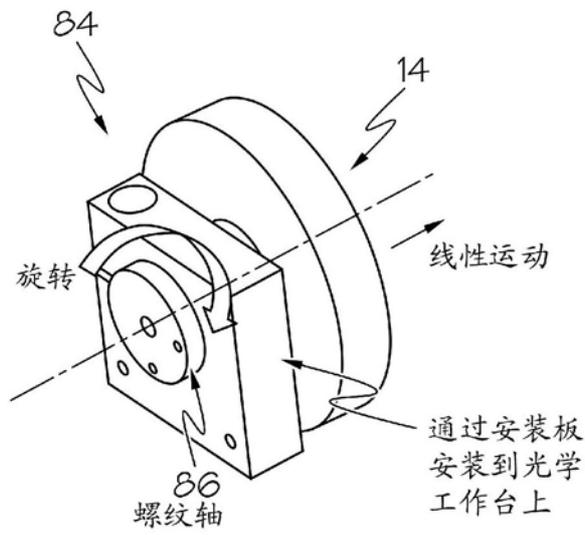


图 59A

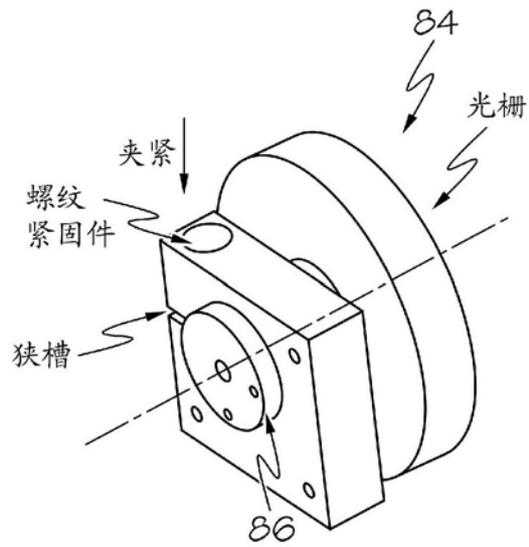


图 59B

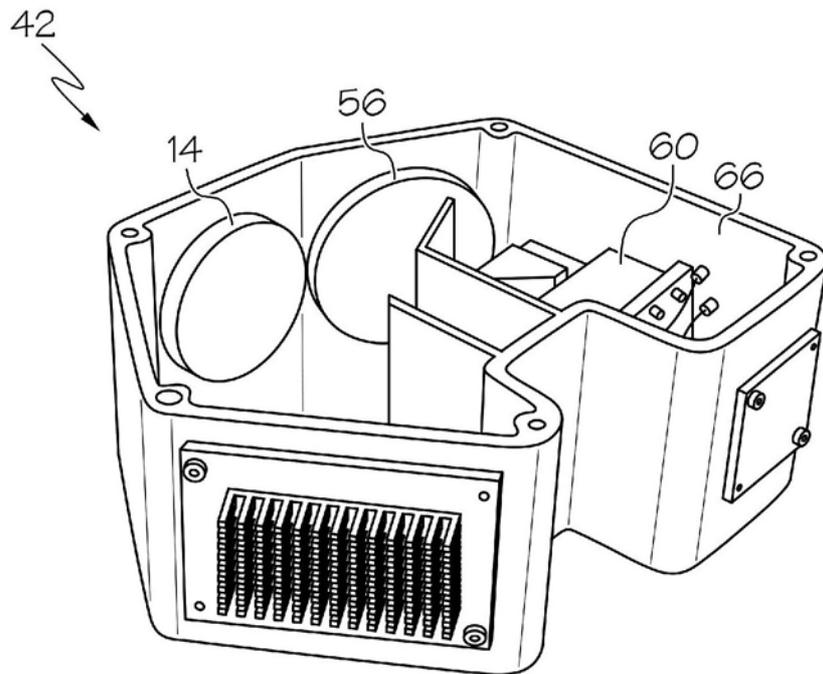


图 60A

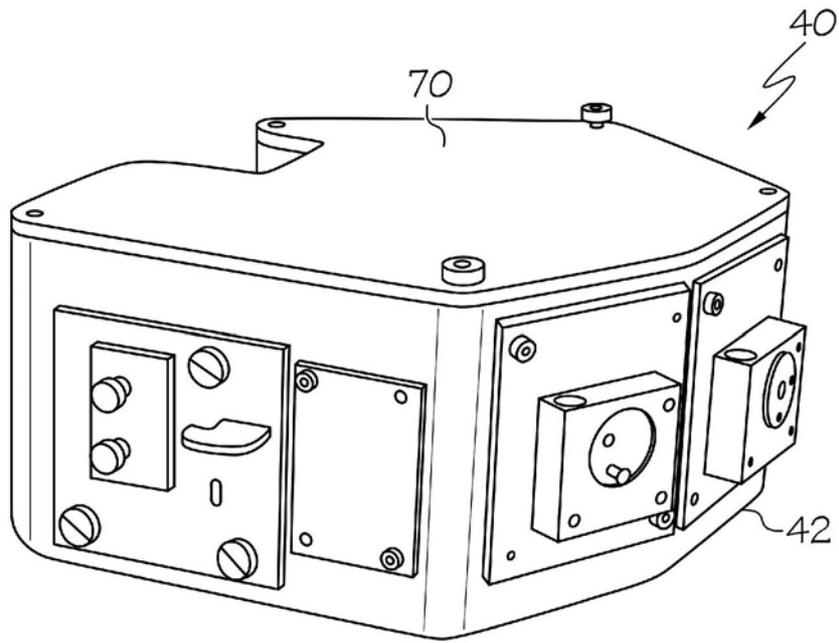


图 60B

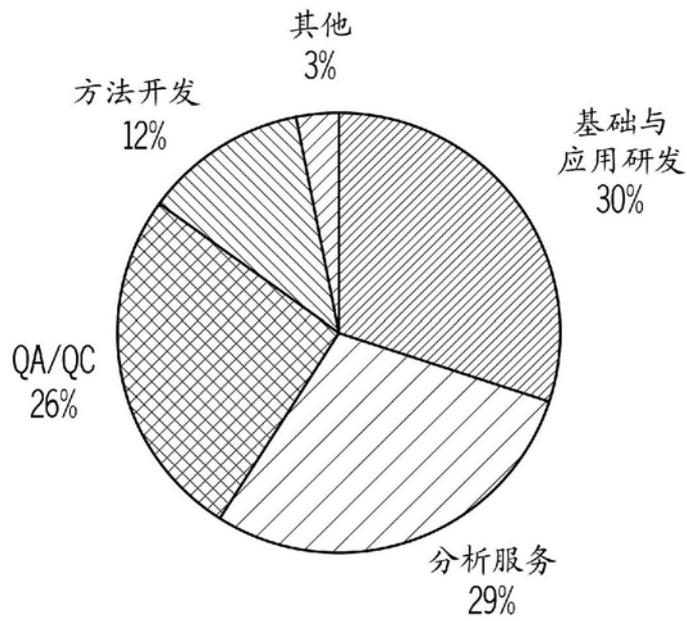


图 61

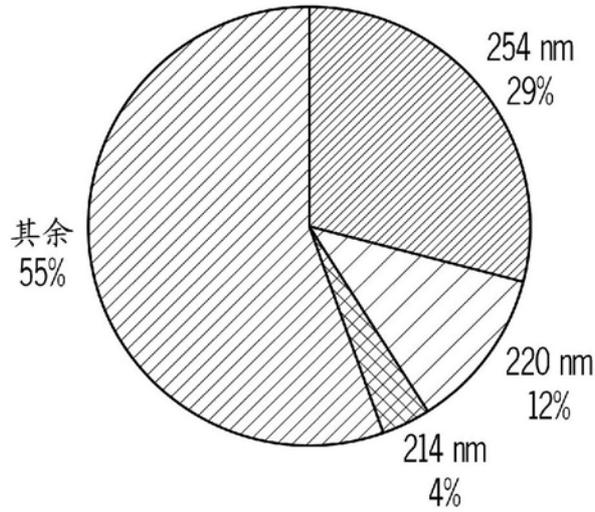


图 62

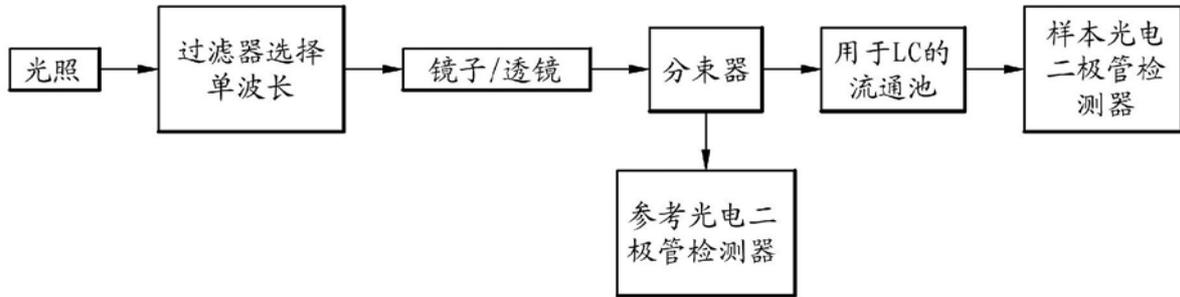


图 63

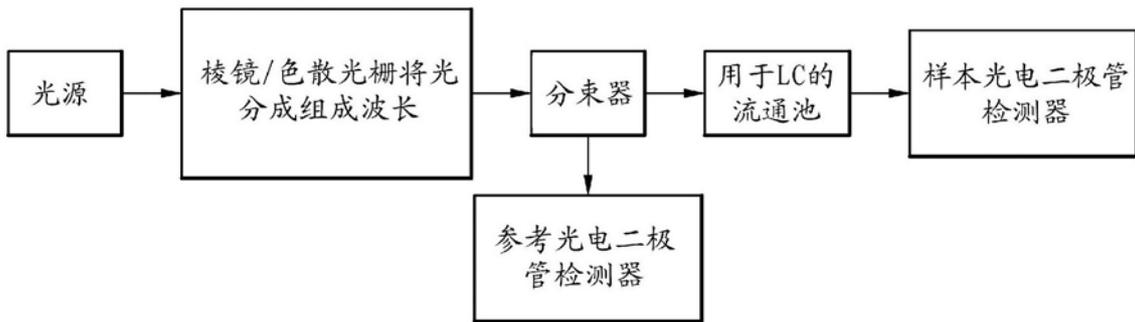


图 64



图 65

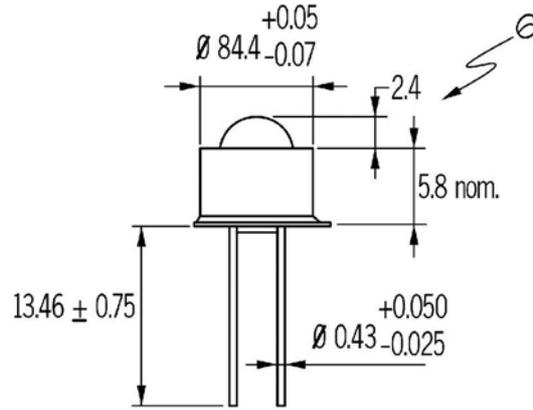


图 66

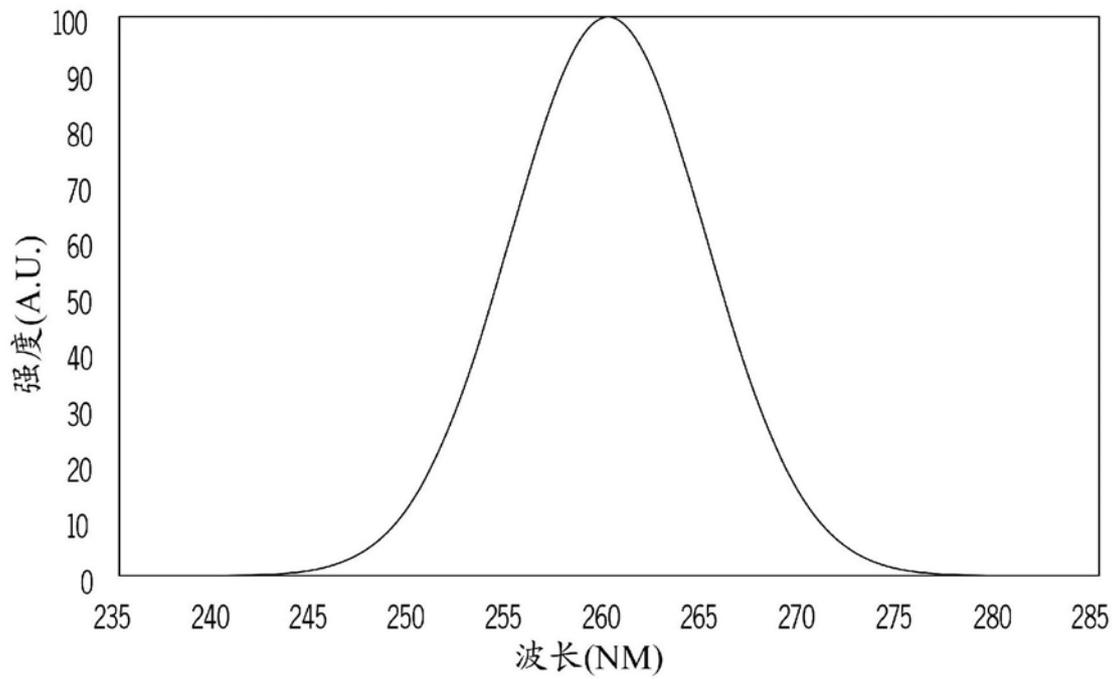


图 67

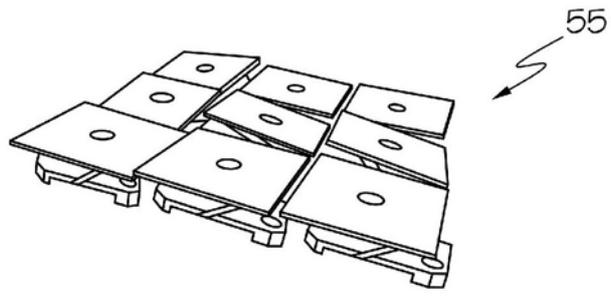


图 68

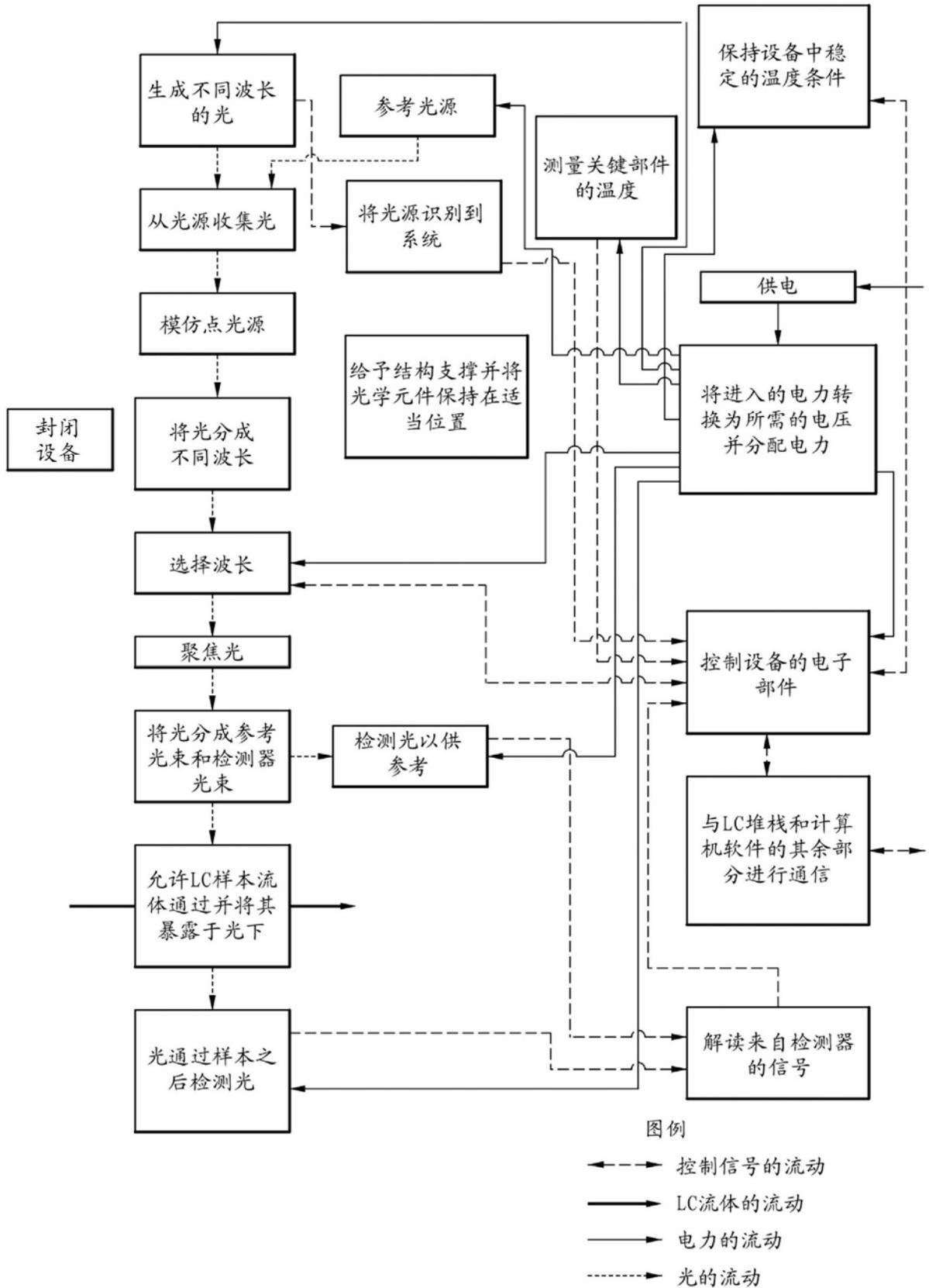


图69

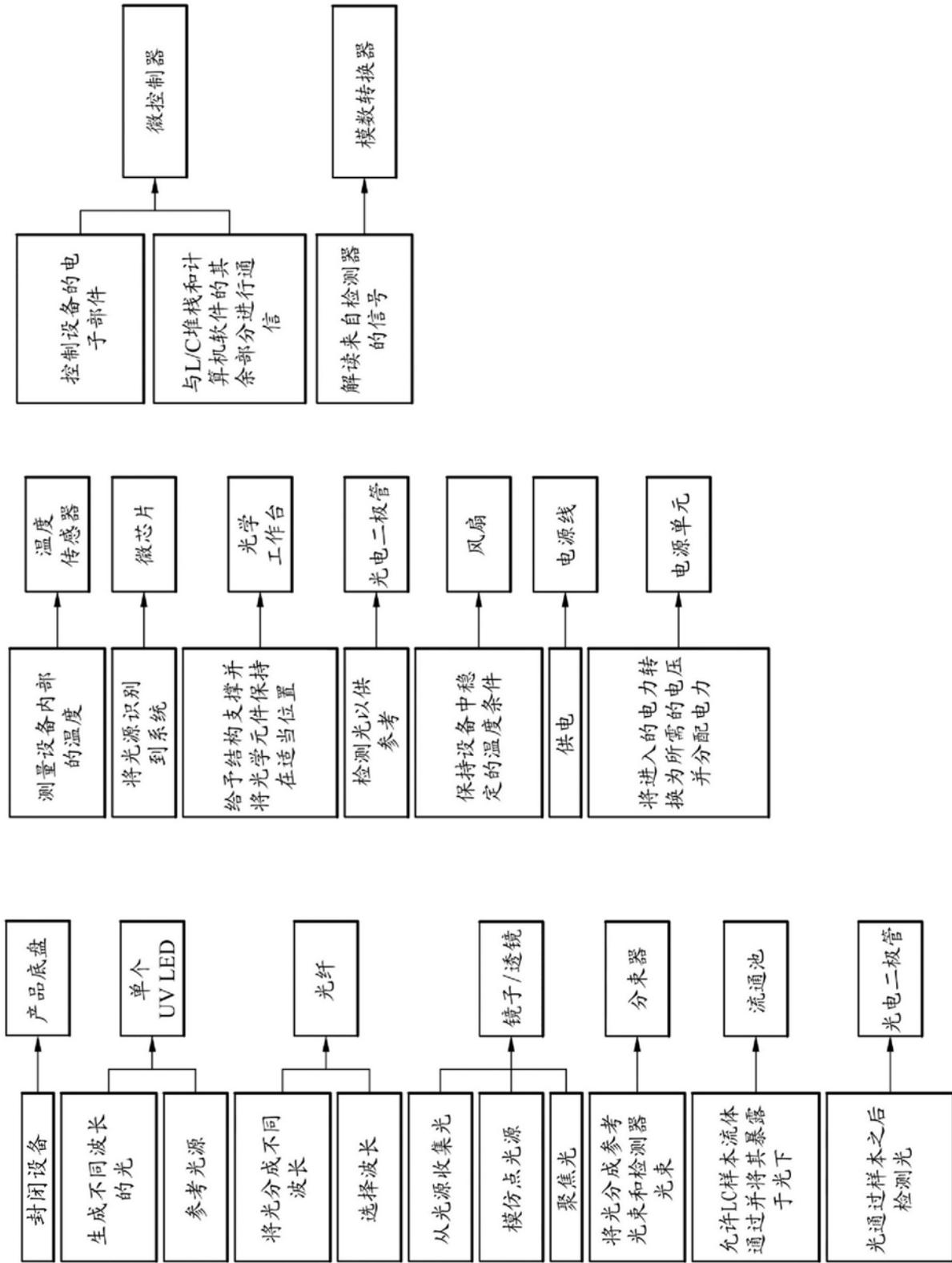


图 70

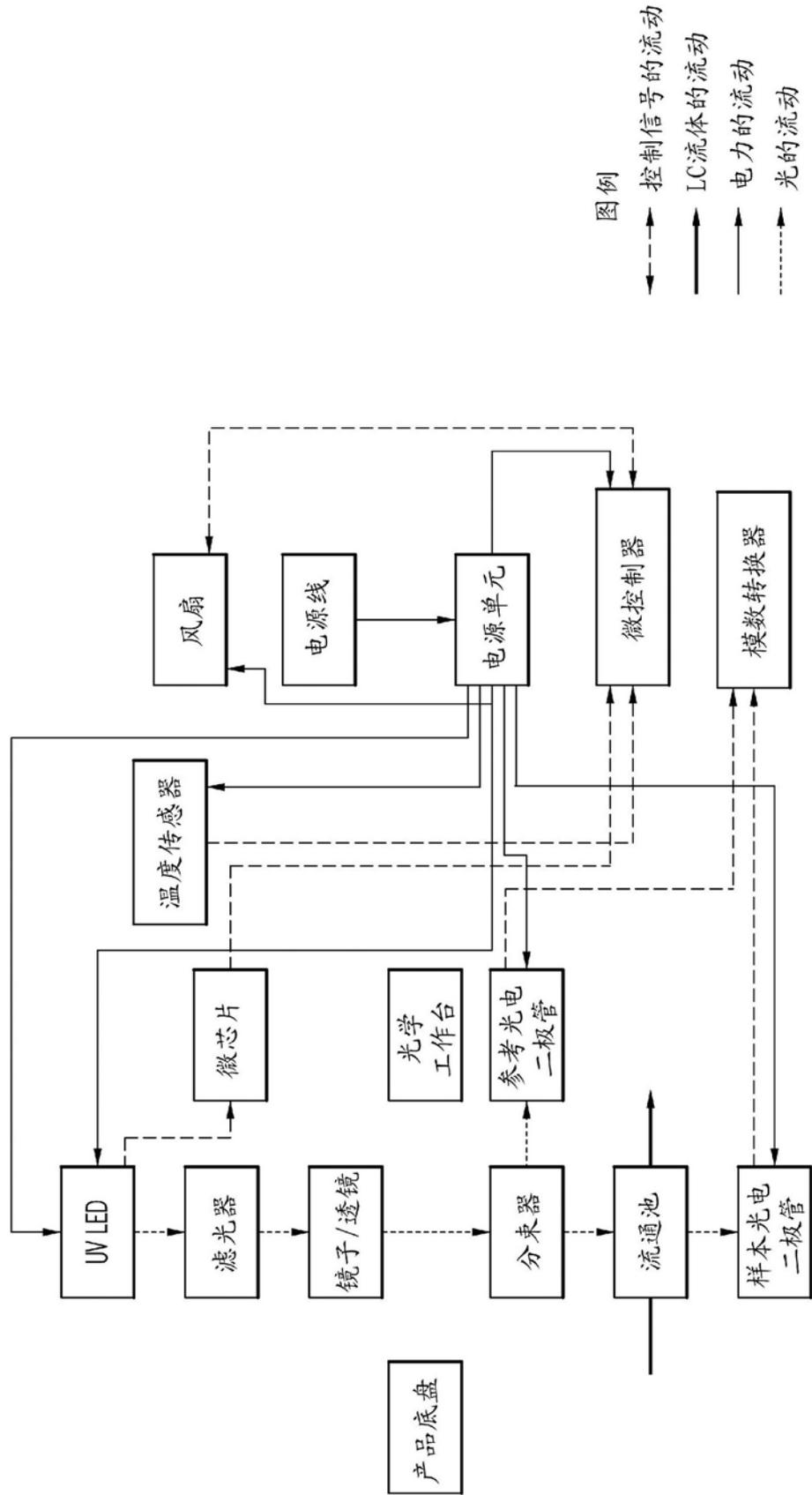


图 71

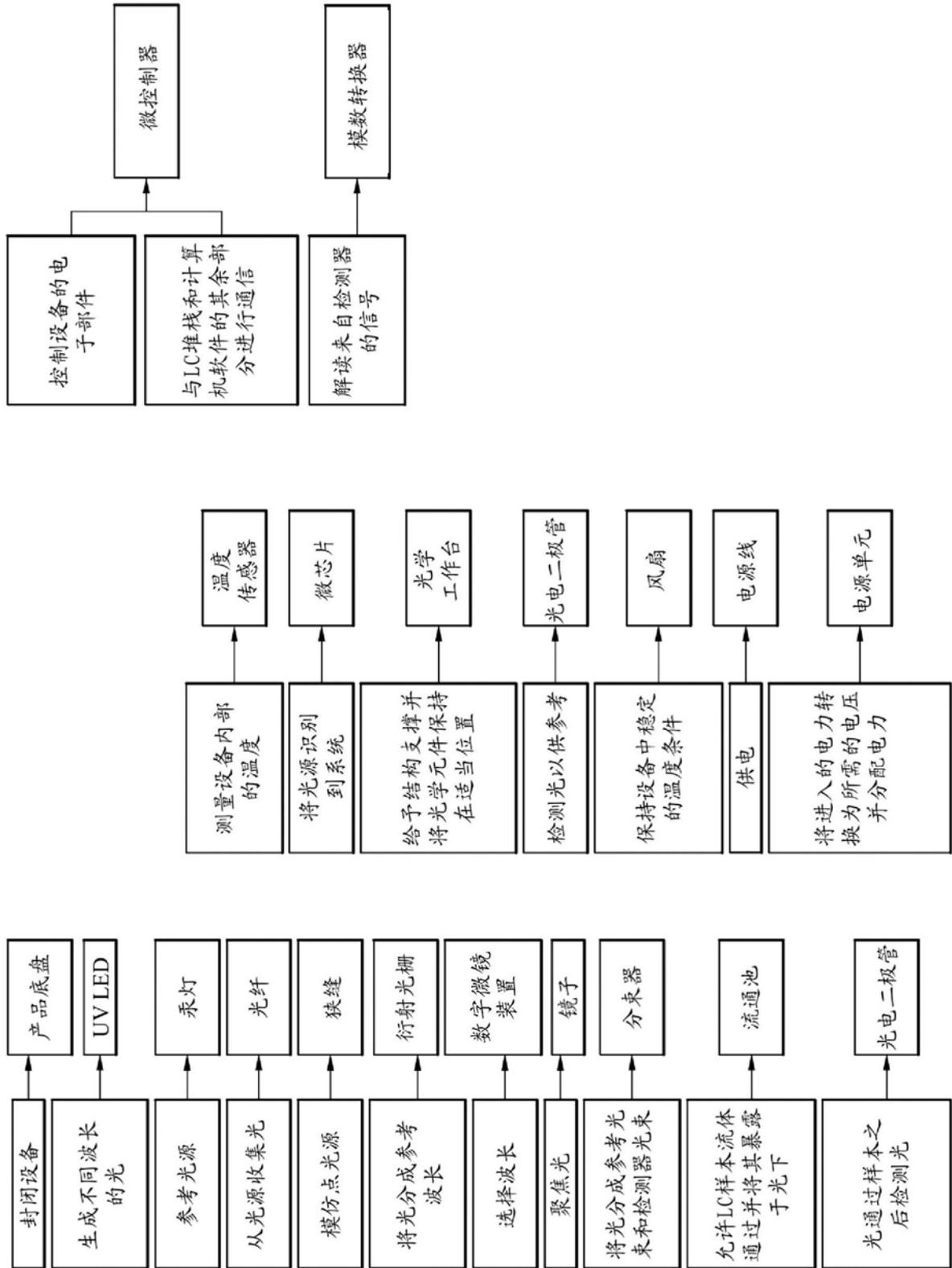


图 72

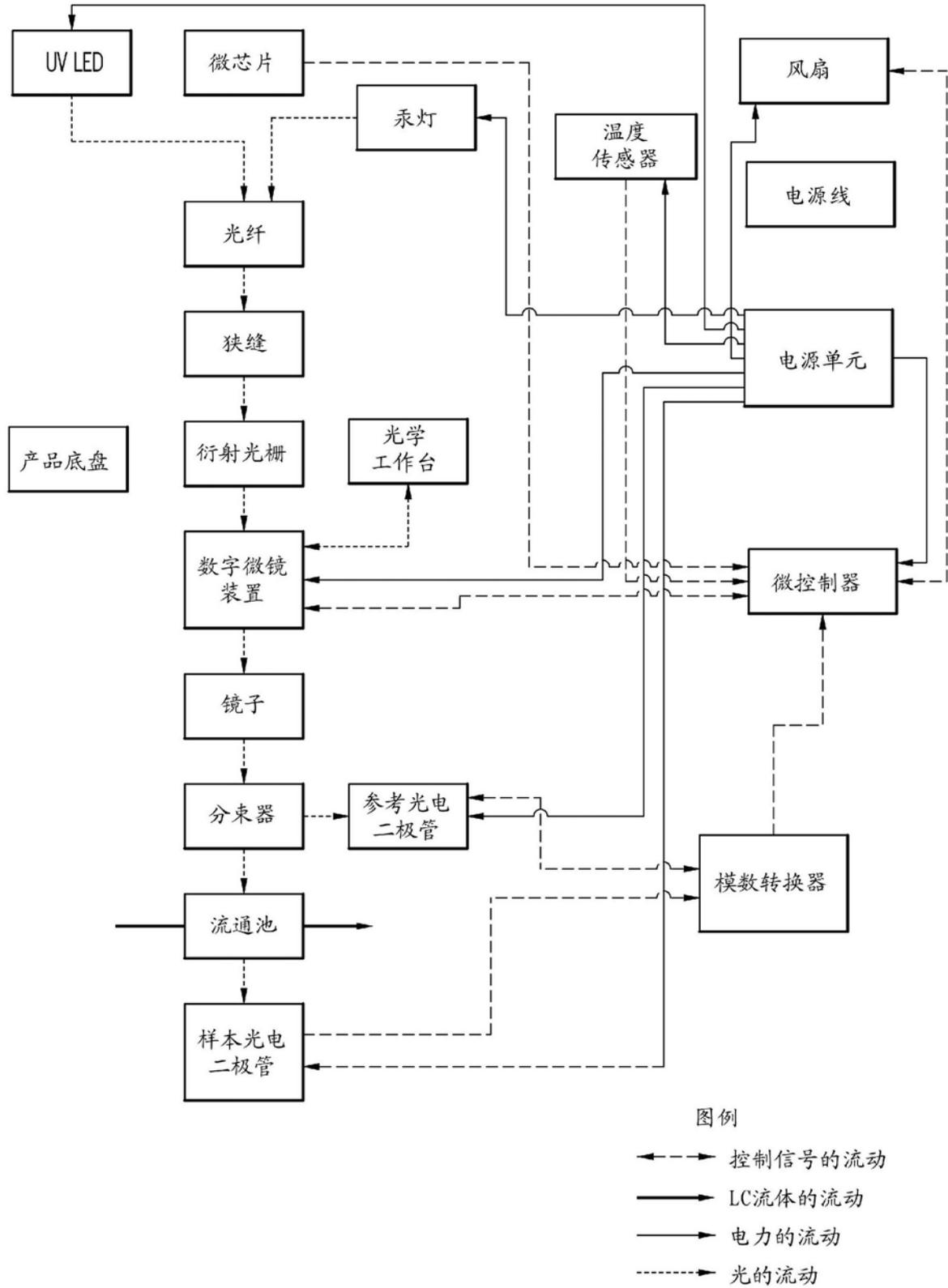


图 73

	微芯片	产品底盘	温度传感器	微控制器	风扇	电源线	电源单元	模数转换器	聚类2									聚类1						
									镜子	样本光电二极管	光学工作台	衍射光栅	分束器	流通池	数字微镜器件	参考光电二极管	狭缝	光纤	汞灯	UV LED				
微芯片	■																							
产品底盘		■																						
温度传感器			■																					
微控制器				■																				
风扇					■																			
电源线						■																		
电源单元							■																	
模数转换器								■																
聚类2	镜子								■	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨
	样本光电二极管									■	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨
	光学工作台										■	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨
	衍射光栅											■	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨
	分束器												■	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨
	流通池													■	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨
	数字微镜装置														■	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨
	参考光电二极管															■	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨
	狭缝																■	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨
聚类1	光纤																				▨	■	▨	▨
	汞灯																						▨	■
UV LED																							▨	■

图 74

		产品底盘	温度传感器	风扇	流通池	电源线	电源单元	微控制器	模数转换器	衍射光栅	狭缝	镜子	分束器	参考光电二极管	数字微镜器件	样本光电二极管	光学工作台	光纤	汞灯	微芯片	UV LED
		聚类5 聚类4 聚类3 聚类2 聚类1																			
产品底盘		■	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨
温度传感器		▨	■														▨				
风扇		▨		■			▨	▨	▨								▨				
流通池		▨			■								▨			▨	▨				
聚类5	电源线	▨				■	▨														
	电源单元	▨		▨		▨	■	▨													
聚类4	微控制器	▨		▨			▨	■	▨												
	模数转换器	▨		▨			▨	■	▨												
聚类3	衍射光栅	▨							■	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨			
	狭缝	▨							▨	■	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨		
	镜子	▨							▨	▨	■	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨			
	分束器	▨			▨				▨	▨	▨	■	▨	▨	▨	▨	▨	▨			
	参考光电二极管	▨							▨	▨	▨	▨	■	▨	▨	▨	▨	▨			
	数字微镜装置	▨							▨	▨	▨	▨	▨	▨	■	▨	▨	▨			
	样本光电二极管	▨			▨				▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	■	▨			
	光学工作台	▨	▨	▨	▨				▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	■			
聚类2	光纤	▨									▨							■	▨		▨
	汞灯	▨																▨	■		
聚类1	微芯片	▨																		■	▨
	UV LED	▨																		▨	■

图 75

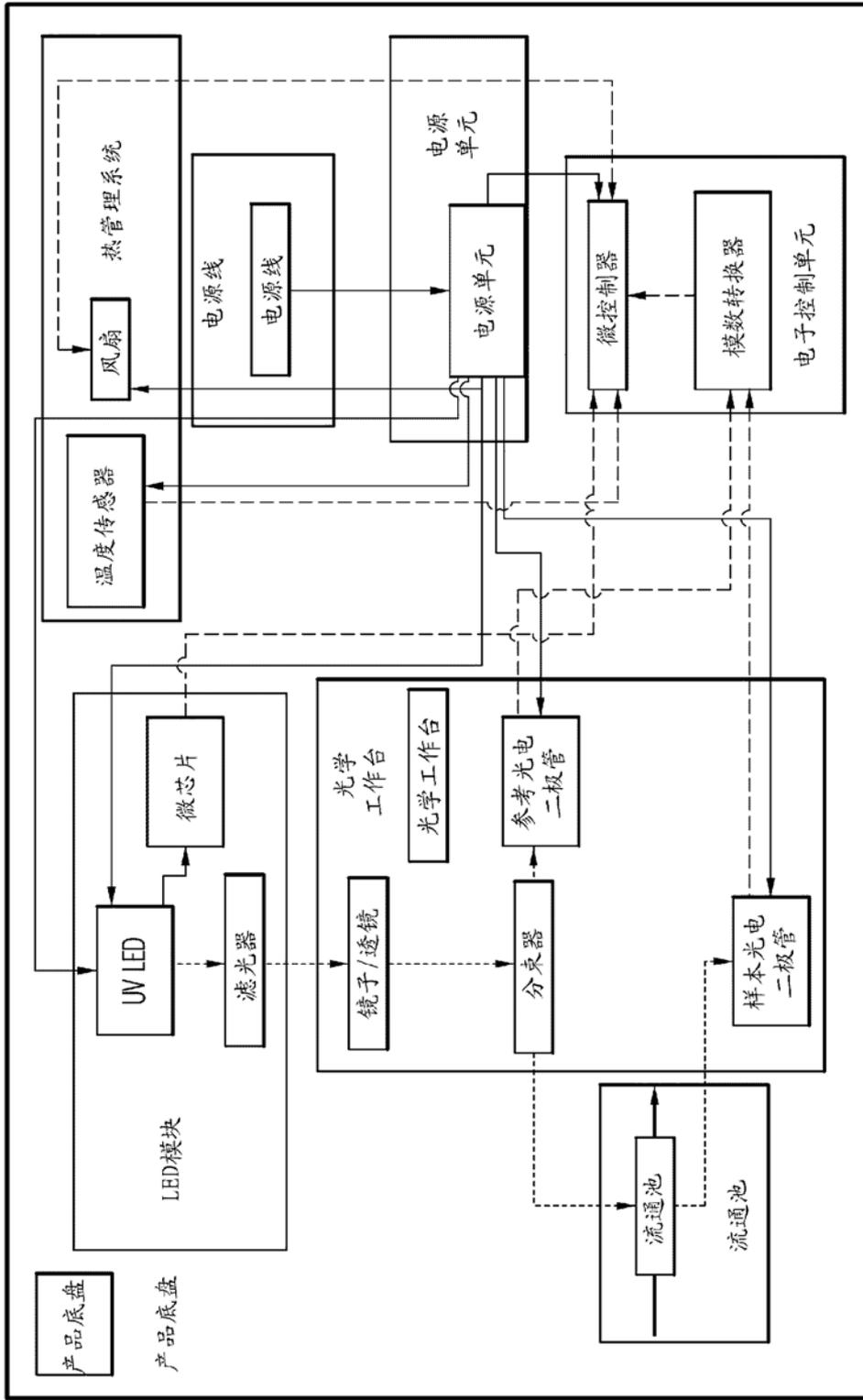


图 76

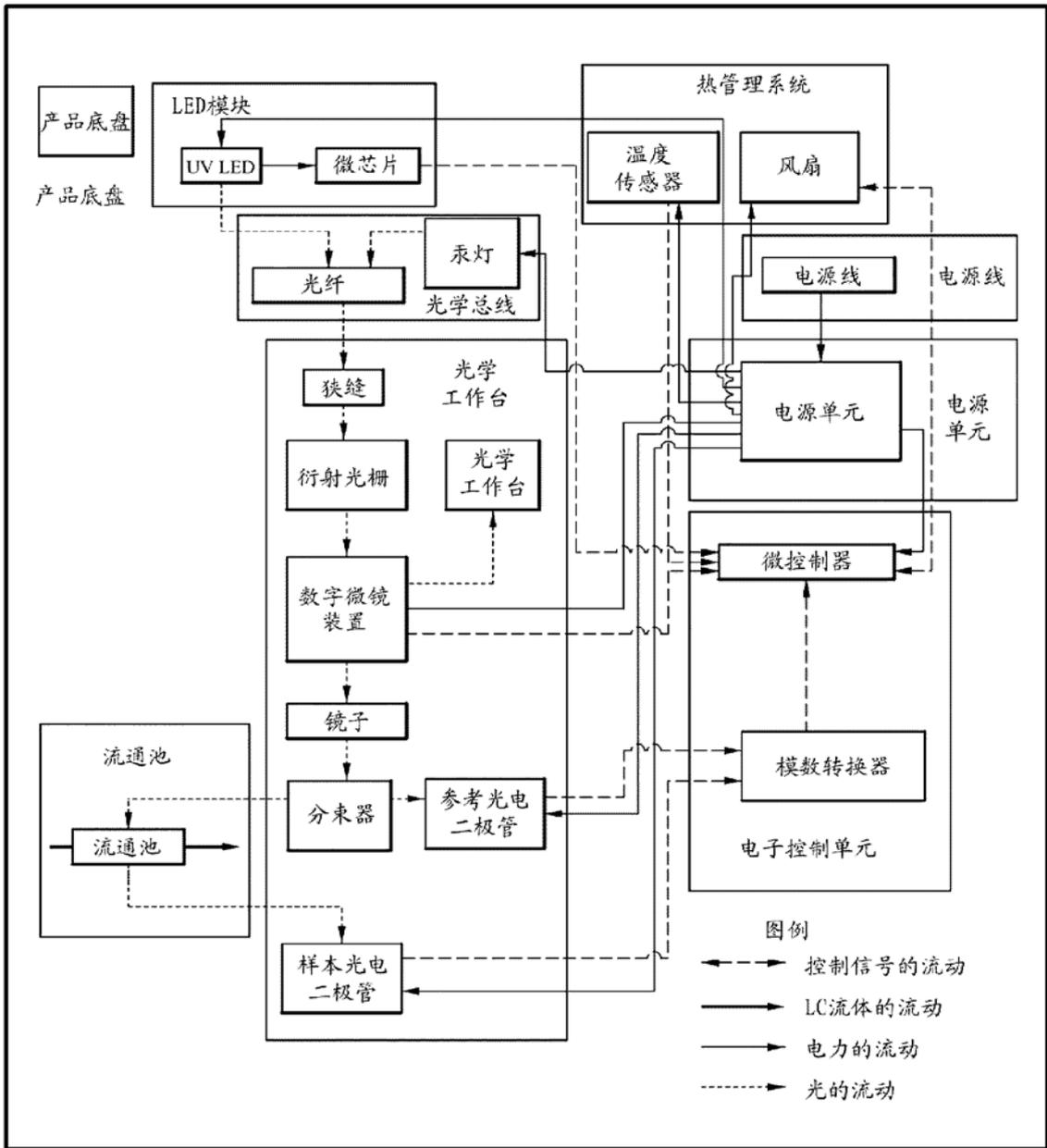


图77

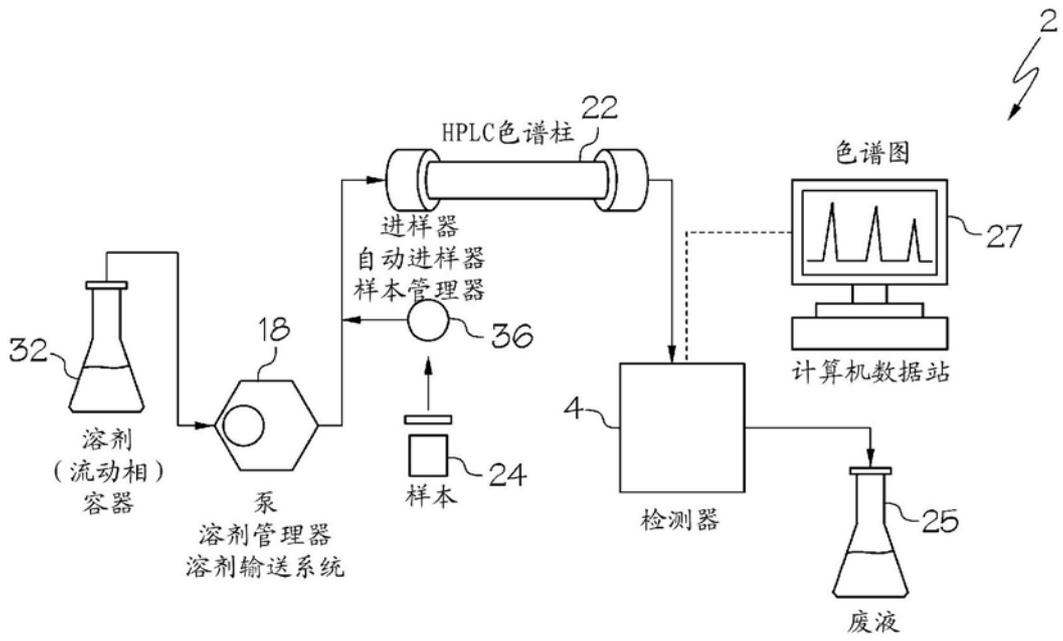


图 78

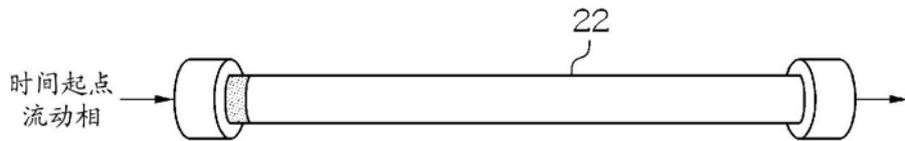


图 79A

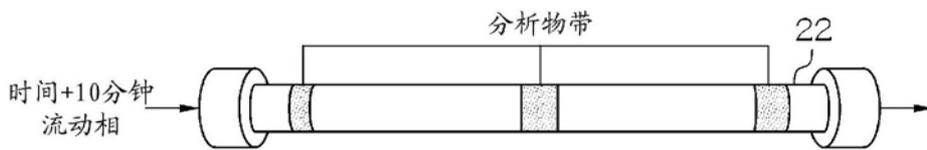


图 79B

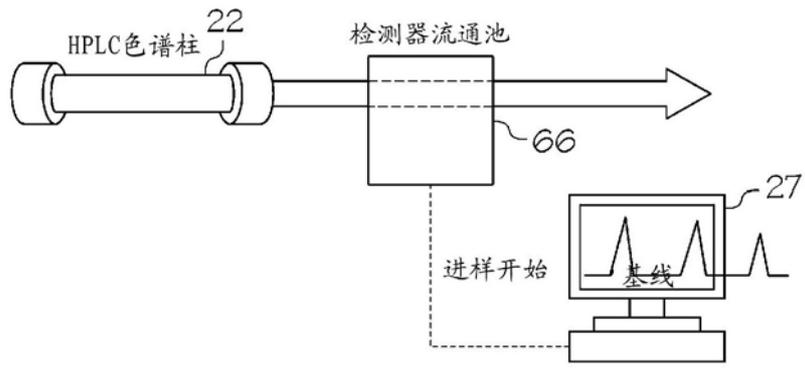


图 80