

УДК 543.07

ПРАКТИКА ПРИМЕНЕНИЯ СПЕКТРОАНАЛИТИЧЕСКОГО ШТАТИВА «КРИСТАЛЛ»

© О. А. Пивоварова, Е. А. Алексеева, Ю. Г. Васильева¹*Статья поступила 7 октября 2014 г.*

Приведены результаты практического применения спектроаналитического штатива «Кристалл» производства компании «ВМК-Оптоэлектроника». Рассмотрены основные параметры, влияющие на экспрессность проведения аналитических процедур и удобство эксплуатации спектроаналитического штатива. Описаны эксплуатационные особенности нового штатива «Кристалл» в сравнении со штативами прошлых поколений на примере УШТ-4.

Ключевые слова: аналитический контроль; атомно-эмиссионный спектральный анализ; спектрометры; анализаторы спектров; спектроаналитический штатив.

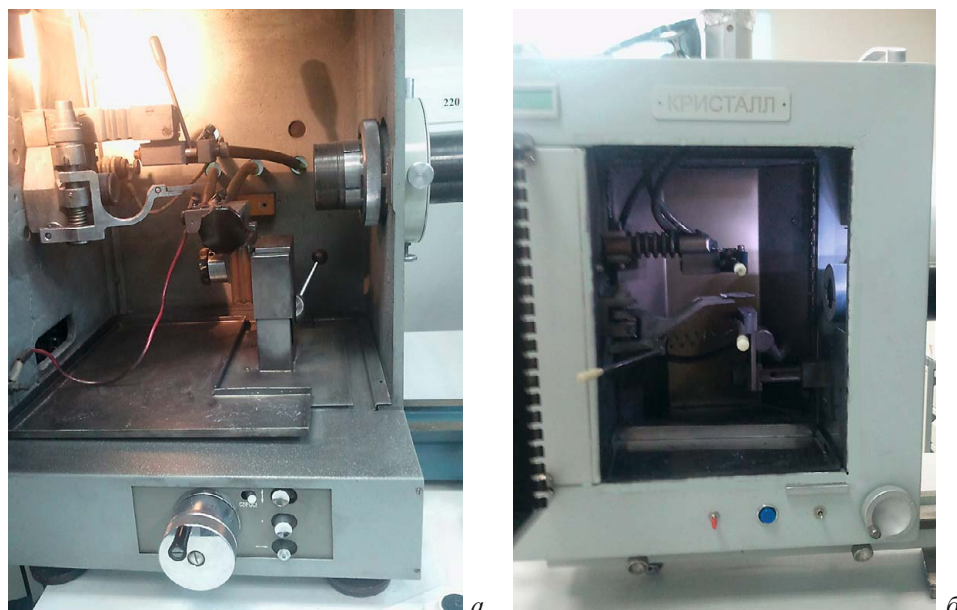
При исследовании любых материалов важной характеристикой анализа является экспрессность при сохранении показателей качества получаемых результатов. Все без исключения фирмы — производители аналитического оборудования стремятся создать продукт, отвечающий современным требованиям, т.е. максимально удобное в практическом применении оборудование, которое позволяет упростить и сократить рабочий цикл, не создавая помех для получения результата с максимальной точностью. Но не всегда есть возможность правильно и адекватно оценить рабочие параметры того или иного оборудования без длительной эксплуатации на производственном или научно-исследовательском участке.

Основным поставщиком спектроаналитического оборудования для атомно-эмиссионного спектрального анализа с дуговым или искровым возбуждением спектра в нашей стране является компания «ВМК-Оптоэлектроника» [1]. Оборудование производства этой компании наиболее широко применяется в России и странах ближнего зарубежья в области металлургии. Перечень выпускаемого «ВМК-Оптоэлектроника» оборудования чрезвычайно велик: от станков для заточки угольных спектральных электродов до различных аналитических комплексов. Одна из последних разработок этой компании — спектроаналитический штатив «Кристалл» [2].

Цель работы — оценка рабочих параметров спектроаналитического штатива последнего поколения «Кристалл» на основе практических наблюдений и его

¹ ЗАО «Уральские Инновационные Технологии» (ЗАО «УРАЛ-ИНТЕХ»), г. Екатеринбург, Россия;
e-mail: olga.pivovarova@pm-ural.com

Рис. 1. Вид держателей электродов в штативах УШТ-4 (а) и «Кристалл» (б)



сравнение со штативами прошлых поколений на примере УШТ-4.

ЗАО «Уральские Инновационные Технологии» (далее — ЗАО «УРАЛИНТЕХ») производит широкий ассортимент продукции из драгоценных металлов: заготовки для ортопедической стоматологии на основе золота и палладия; химические соединения металлов платиновой группы; изделия, в том числе сварные, из иридия, платины, палладия и сплавов на их основе, а также из дисперсионно-упрочненных и композиционных материалов.

Испытательная аналитическая лаборатория предприятия проводит входной контроль качества сырья, контроль химического состава готовой продукции, обеспечивает аналитический контроль исследовательских работ и технологических операций.

Лаборатория оснащена современными приборами аналитического контроля: атомно-эмиссионным спектрометром с индуктивно-связанной плазмой, масс-спектрометром с индуктивно-связанной плазмой, спектрофотометром, автоматическим титратором и двумя атомно-эмиссионными спектрометрами с дуговым разрядом и многоканальными анализаторами эмиссионных спектров МАЭС производства компании «ВМК-Оптоэлектроника» [3].

Атомно-эмиссионные спектрометры с дуговым возбуждением спектра обеспечивают экспрессный и точный анализ проб чистых металлов с низкими пределами обнаружения определяемых элементов-примесей.

С увеличением выпуска готовой продукции увеличивается количество проб исходного сырья и готовой продукции, поступающих в лабораторию. В связи с этим в 2013 г. была проведена модернизация имеющегося спектрального оборудования, в ходе которой на базе дифракционного спектрографа PGS-2 был

установлен новый спектроаналитический штатив «Кристалл» производства компании «ВМК-Оптоэлектроника». Длительное использование этого штатива позволило оценить его достоинства и отрицательные стороны в сравнении со штативом УШТ-4, который применяется до сих пор на многих предприятиях различных отраслей промышленности.

При рассмотрении особенностей нового штатива «Кристалл» относительно УШТ-4 мы выделили несколько важных параметров, обеспечивающих удобство эксплуатации, а также соблюдение правильности и высокую скорость выполнения всех процедур анализа, касающихся работы штативов.

Электрододержатели и установка электродов. В штативе УШТ-4 верхний электрод устанавливают по откидному упору, а нижний регулируется по трем направлениям с помощью барабанчика перемещения через переключение направлений движения. При установке электродов межэлектродный промежуток проверяют по показаниям барабанчика перемещения нижнего электрода (верхний электрод в фиксированном положении) (рис. 1, а).

В штативе «Кристалл» верхний держатель также находится в фиксированном положении, и электрод устанавливают по откидному упору, а нижний держатель регулируется по трем направлениям, причем в процессе горения дуги его можно регулировать по двум направлениям одновременно с помощью шагового двигателя и винтовой пары (механически). Для точной установки межэлектродного промежутка предусмотрена возможность автоматического перемещения нижнего держателя вниз на 1 и 2 мм по нажатию кнопки на передней панели (рис. 1, б).

Межэлектродный промежуток проверяют по теневому отражению на промежуточной диафрагме. Освещение камеры и изображение электродов обеспечиваются осветительной линзой и ярким светодиодом, обладающим большим сроком службы при минимальных энергозатратах.

Корпус штатива. Штатив УШТ-4 имеет массу около 43 кг и значительные габариты. Это затрудняет доступ к задней и боковой стенкам. Штатив устанавливается на стол, поэтому дополнительным требованием является отсутствие вибраций.

Спектроаналитический штатив «Кристалл» выполнен по современным технологиям и весит всего

13,5 кг. Небольшая масса позволяет устанавливать штатив практически без контакта с рабочим столом — на рельсе, что снижает влияние сторонних вибраций. Штатив имеет две дверцы (на передней и задней панелях), что обеспечивает легкий доступ ко всем узлам в камере для проведения ремонта, замены частей или очистки от возможных загрязнений. Дверцы имеют выпуклую форму, что увеличивает объем камеры сгорания без увеличения массы самого штатива.

Система запирания дверцы в этих штативах тоже различна: в УШТ-4 установлена массивная защелка (рис. 2), а в «Кристалле» — ряд металлических «язычков» (рис. 3). Наша практика показывает, что при текущей работе удобнее защелка, поскольку для закрытия или открытия дверцы штатива «Кристалл» необходимо некоторое усилие. Кроме того, в некоторых случаях дверца оказывается закрытой не полностью (не по всей высоте) и требуется каждый раз проверять плотность закрытия.

Контроль сгорания пробы. Формирование глобулы и процесс горения металла в кратере электрода можно отслеживать в обоих рассматриваемых штативах. Однако в штативе УШТ-4 изображение этого процесса выведено на переднюю панель через систему зеркал, а в штативе «Кристалл» его можно наблюдать непосредственно через защитное стекло на передней панели (рис. 4).

Спектроаналитический штатив «Кристалл» обладает рядом преимуществ, которые не предусмотрены в штативе УШТ-4: наличие регулятора интенсивности вытяжной вентиляции, датчика температуры на держателях, возможность установки измерителя потока воздуха, а также держателей и конденсоров от других штативов типа УШТ и различных типов держателей электродов (для стержневых электродов и для ком-



Рис. 2. Защелка на дверце штатива УШТ-4



Рис. 3. Вид дверцы штатива «Кристалл»

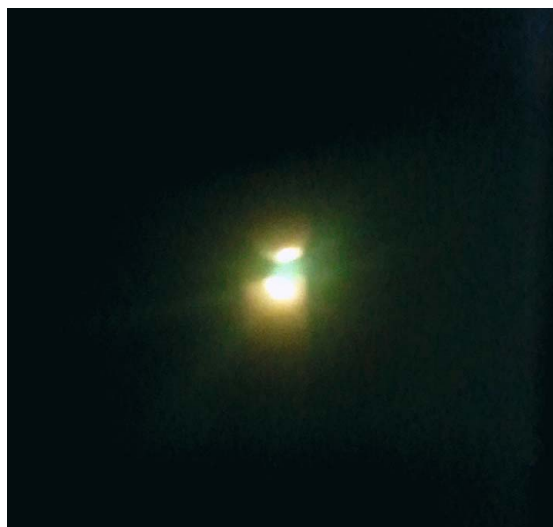


Рис. 4. Процесс горения металла в кратере электрода через защитное стекло штатива «Кристалл»

пактных проб). Все это делает штатив «Кристалл» по-настоящему универсальным.

Таким образом, использование в лабораторной практике спектроаналитического штатива «Кристалл» позволяет проводить более точную настройку электрододержателей, управлять в режиме «онлайн» процессами горения дуги и положением нижнего электрода, а также отслеживать скорость потока воздуха в камере. Гибкая система настроек и управления штативом обеспечивает экспрессность, точность и удобство в эксплуатации в сравнении со штативом прошлого поколения.

ЛИТЕРАТУРА

1. **Лабусов В. А.** Приборы и комплексы для атомно-эмиссионного спектрального анализа компании «ВМК-Оптоэлектроника». Современное состояние / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2015. Т. 81. № 1. Ч. II. С. 12 – 21.
2. **Путьмаков А. Н., Печуркин В. И., Попков В. А., Селюнин Д. О.** Универсальный спектроаналитический штатив «Кристалл» / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2012. Т. 78. № 1. Ч. II. С. 66 – 68.
3. **Лабусов В. А., Гаранин В. Г., Шелпакова И. Р.** Многоканальные анализаторы атомно-эмиссионных спектров. Современное состояние и аналитические возможности / Журн. аналит. химии. 2012. Т. 67. № 7. С. 697 – 707.