

УДК 543.423

ПРИБОРЫ И КОМПЛЕКСЫ КОМПАНИИ «ВМК-ОПТОЭЛЕКТРОНИКА» ДЛЯ АТОМНО-ЭМИССИОННОГО СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА. СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ

© В. А. Лабусов¹*Статья поступила 10 сентября 2014 г.*

Представлен обзор приборов и комплексов на их основе, производимых компанией «ВМК-Оптоэлектроника»: многоканальных анализаторов эмиссионных спектров МАЭС на основе многокристалльных сборок линейных твердотельных детекторов; многоканальных спектрометров «Гранд», «Гранд-Эксперт», «Фаворит», «Экспресс» и «Колибри»; генераторов электрических дуговых и искровых разрядов «Везувий» и «Шаровая молния»; спектроаналитических штативов «Глобула» и «Кристалл»; электродуговой установки для анализа порошковых проб методом просыпки-вдувания «Поток» и других. Приведены их технические характеристики.

Ключевые слова: атомно-эмиссионный спектральный анализ; спектрометры; анализаторы спектров; многоэлементные твердотельные детекторы; линейки детекторов; источники возбуждения спектров.

В настоящее время атомно-эмиссионная спектрометрия (АЭС) — один из наиболее информативных и оперативных многоэлементных методов анализа. Его широко используют для контроля технологических процессов и готовой продукции на предприятиях цветной и черной металлургии, в машиностроении, в атомной, автомобильной, авиационной промышленности, в геологии, при обогащении руд полезных ископаемых, в криминалистической экспертизе и других областях.

Начиная с 1992 г. компанией «ВМК-Оптоэлектроника» в сотрудничестве с академическими институтами г. Новосибирска разработан и освоен в производстве ряд приборов, предназначенных для применения в составе существующих и создания новых комплексов для атомно-эмиссионного спектрального анализа:

1) многоканальные анализаторы эмиссионных спектров (МАЭС), в том числе быстродействующие, с программным обеспечением «Атом»;

2) спектрометры «Гранд», «Гранд-Эксперт», «Фаворит», «Экспресс» и «Колибри»;

3) источники возбуждения спектров (ИВС) эмиссии:

среднечастотные генераторы дугового и искрового разрядов «Везувий» и «Шаровая молния»;

спектроаналитические штативы «Глобула» и «Кристалл»;

электродуговая установка для анализа порошковых проб методом просыпки-вдувания «Поток»;

двухимпульсный лазерный источник возбуждения атомно-эмиссионных спектров;

установка искрового пробоотбора для анализа металлических образцов методами ИСП-АЭС и ИСП-МС;

двухструйный дуговой плазмотрон «Факел»;

4) комплексы для атомно-эмиссионного спектрального анализа «Гранд-Эксперт», «Фаворит», а также созданные на основе спектрометров «Гранд», «Экспресс» и «Колибри»;

5) вспомогательное оборудование.

Приборы поставляются как отдельно, так и в составе комплексов для АЭС и успешно работают во многих аналитических лабораториях России и за рубежом.

Цель настоящей работы — ознакомить специалистов с современным состоянием разработки и производства приборов и комплексов, выпускаемых компанией «ВМК-Оптоэлектроника» для решения задач атомно-эмиссионного спектрального анализа.

Анализаторы МАЭС

Анализаторы МАЭС состоят из многокристалльной сборки линеек твердотельных детекторов излучения (ТДИ); блока электронной регистрации для управления сборкой, преобразования выходного сигнала линеек в цифровые значения и передачи их в компьютер; программного обеспечения «Атом». Наиболее динамично во времени, как и во всем мире, развиваются информационные технологии — программное обеспечение «Атом» [1] и операционные системы компьютеров, далее по мере замедления изменений — сама компьютерная техника; электроника МАЭС; многокристалльные сборки и линейки ТДИ. К счастью, прогресс компьютерной техники и операционных систем Windows является трендом настоящего времени и

¹ ООО «ВМК-Оптоэлектроника», г. Новосибирск, Россия; Институт автоматики и электрометрии СО РАН, г. Новосибирск, Россия; Новосибирский государственный технический университет, г. Новосибирск, Россия; e-mail: labusov@vmk.ru

позволяет нам применять математически более сложные и ресурсоемкие алгоритмы обработки спектральной информации.

Линейки ТДИ

Базовой линейкой ТДИ в настоящее время является линейка фотодиодов БЛПП-369М1, разработанная компанией «ВМК-Оптоэлектроника» и изготавливаемая на одном из отечественных предприятий микроэлектроники по *n*-МОП технологии [2]. Она по праву является гордостью компании, прошла ряд модернизаций и обладает характеристиками, достаточными для решения большинства задач АЭС (табл. 1). Линейка выполнена в виде кремниевого кристалла длиной 33 мм. С целью создания многокристалльных сборок ее контакты выведены на одну сторону кристалла и соединяются с разъемами электронной платы посредством гибких полиамидных шлейфов. Расстояние от фоточувствительной зоны до краев кристалла — 0,2 мм.

В ряде случаев параметры линейки могут ограничивать характеристики результатов анализа. Иногда пределы обнаружения аналитов можно уменьшить за счет снижения шума считывания выходного сигнала линейки и увеличения высоты фотодиодов, а в случае сцинтилляционной АЭС — за счет увеличения быстродействия линейки. Можно снизить погрешность измерения интенсивности аналитической линии на фоне мешающей путем сокращения шага размещения фотодиодов, а также уменьшить размеры и сложность управляющей линейками фотодиодов электроники за счет усложнения схемы обработки сигнала внутри самой линейки фотодиодов.

В течение последнего десятилетия компанией «ВМК-Оптоэлектроника» по *n*-МОП технологии был разработан ряд модификаций линеек фотодиодов БЛПП-369 [2], позволяющих измерять интенсивность спектральных линий в динамическом диапазоне 10^6 (БЛПП-2Б), с вдвое меньшим шагом размещения фотодиодов — 6,25 мкм (БЛПП-2В) и увеличенной до 4 мм высотой фотодиодов (БЛПП-369М4). Ряд быстродействующих анализаторов МАЭС для сцинтилляционной АЭС изготовлен на основе линеек БЛПП-369М4, имеющих вчетверо более высокую чувствительность в сравнении с базовой линейкой. Одна-

ко на отечественных заводах микроэлектроники удалось произвести только опытные партии вышеуказанных модификаций из-за малой площади кремниевых пластин диаметром 100 мм и низкого процента годных линеек на пластине. Самой качественной модификацией оказалась линейка БЛПП-369М1, которая производится серийно и входит в состав современных анализаторов МАЭС.

Для дальнейшего совершенствования линеек ТДИ возникла необходимость использовать другие кремниевые технологии микроэлектроники. Наиболее перспективны для создания линейных ТДИ, работающих в спектральном диапазоне 160 – 1100 нм, технология приборов с зарядовой связью (ПЗС) с обратной засветкой и КМОП технология. Компанией были разработаны линейка ПЗС с обратной засветкой БЛПП-2000 для решения задач сцинтилляционной АЭС и линейка фотодиодов по КМОП технологии для повышения разрешающей способности с перспективой увеличения высоты фотодиодов. В настоящее время выпущены опытные партии обеих линеек. Однако испытания опытных экземпляров новых линеек фотодиодов показали заниженные параметры в сравнении с запланированными, что требует дальнейшей работы над их улучшением.

Испытания первых экземпляров линеек ПЗС с обратной засветкой БЛПП-2000 подтвердили запланированные параметры (см. табл. 1). Можно заметить, что в сравнении с линейкой БЛПП-369М1 в четыре раза уменьшен шум чтения выходного сигнала, что, несомненно, является достижением. В отличие от обычных линеек ПЗС с прямой засветкой, БЛПП-2000 обладает высокими значениями квантовой эффективности в УФ области спектра, сравнимыми с линейкой БЛПП-369М1. При этом линейка обладает рядом недостатков в сравнении с БЛПП-369: несколько большим шагом размещения фотоячеек, сниженным динамическим диапазоном, высокой стоимостью изготовления и низким процентом выхода. Основной ее недостаток заключается в невозможности в рамках данной технологии сделать расстояние от фоточувствительной области до края кристалла меньше, чем 1,5 мм, что может затруднить создание сборок с малыми мертвыми зонами в спектре. Несмотря на указанные недостатки, первые испытания линейки

Таблица 1. Основные параметры линеек ТДИ

Параметр	Базовая БЛПП-369М1	Опытная БЛПП-2000
Технология	<i>n</i> -МОП	ПЗС с обр. засв.
Количество фотоячеек	2612	2048
Шаг размещения фотоячеек, мкм	12,5	14
Высота фотоячеек, мм	1	1
Спектральный диапазон, нм	160 – 1100	160 – 1100
Зарядовая емкость фотоячейки, e^-	2 млн	0,2 млн
Динамический диапазон	15 000	7 000
Шум чтения, e^-	120	30
Минимальное время экспозиции, мс	3	0,4

БЛПП-2000 в решении задачи сцинтилляционной АЭС показали существенно лучшие результаты [3], чем при использовании базовой линейки БЛПП-369М1. Необходимо отметить, что из-за технологических особенностей линеек БЛПП-2000 наиболее удачным будет изготовление многокристалльных сборок для регистрации заранее определенных участков спектра с наиболее ценными аналитическими линиями. В настоящее время созданы быстродействующие анализаторы МАЭС со сборками из четырех линеек БЛПП-2000 с минимальным временем экспозиции 0,4 мс для спектрографов СТЭ-1 и спектрометров «Гранд», позволяющие одновременно регистрировать четыре фрагмента спектра для решения задач сцинтилляционной АЭС [3].

Многокристалльные сборки линеек фотодиодов

Разработаны методы построения гибридных многокристалльных сборок базовых линеек фотодиодов БЛПП-369М1, в том числе сборок без «мертвых» зон, позволившие решить проблему создания линейных детекторов оптического излучения большого размера для оснащения подавляющего большинства спектральных приборов, применяемых в АЭС [4]. Бескорпусные кристаллы линеек с полиамидными шлейфами размещены на едином термостабилизированном основании. Задача стабилизации фотоэлектрических параметров фотодиодов и снижения порога их чувствительности решена за счет уменьшения и стабилизации температуры линеек с помощью микрохолодильников Пельтье. Сборки выполнены в герметичном корпусе с кварцевым входным окном, который заполнен азотом с избыточным давлением. Внутри сборок установлены датчики давления и температуры, а также энергонезависимая память для хранения информации о сборке (тип кристаллов, их количество, заводской номер и т.д.). Выводы контактов линейки фотодиодов на одну сторону кристалла и применение полиамидного шлейфа, обеспечивающего разъемное соединение с печатной платой, позволяют разместить линейки на имеющей различную кривизну поверхности фокусировки спектра, а также в несколько рядов.

Расстояние от фоточувствительной зоны базовых линеек БЛПП-369М1 до краев кристалла (0,2 мм) позволяет изготавливать сборки с установкой кристаллов встык с потерей всего около 1 % спектра между кристаллами. Ничтожная вероятность попадания аналитических спектральных линий в «мертвые» (нечувствительные к излучению) зоны сборки резко снижает необходимость использования более сложных сборок без «мертвых» зон, когда кристаллы устанавливаются в шахматном порядке.

В настоящее время стали доступны многокристалльные сборки для высокоскоростных анализаторов МАЭС, применяемые в составе спектрометра «Гранд» в сцинтилляционной АЭС [5]. За счет параллельного для всех линеек сборки усиления выходного сигнала и

преобразования его в цифровую форму, которое осуществляется внутри сборки, удалось достичь минимального времени экспозиции таких анализаторов, составляющего 3 мс.

Блок электронной регистрации

Структура и принцип работы типового блока электронной регистрации, называемого иногда МАСИ (многоканальный анализатор спектральной информации), в составе анализатора МАЭС описаны в работе [4], а высокоскоростного варианта блока — в работе [5].

В настоящее время завершена разработка и освоено производство универсального блока электронной регистрации, который обеспечивает управление всеми выпущенными ранее компанией «ВМК-Оптоэлектроника» сборками линеек фотодиодов (кроме высокоскоростных для сцинтилляционной АЭС). Уже возможна замена блоков электронной регистрации анализаторов МАЭС с устаревшими интерфейсами ППИ (PPI-ISA и PPI-PCI) и первыми вариантами интерфейса Ethernet, которые не поддерживали протокол TCP. Такая замена обеспечит работу модернизированных анализаторов МАЭС с современными версиями операционной системы Windows и компьютеров, а также повысит качество спектра за счет уменьшения дрейфа темнового сигнала сборки благодаря более высокой стабилизации температуры линеек фотодиодов. Замена блока электронной регистрации возможна без изменения положения (без разъюстировки) многокристалльной сборки в спектральном приборе.

Спектрометры

Малогабаритный спектрометр «Колибри-2»

Структура, характеристики и результаты применения малогабаритного многоканального спектрометра «Колибри-2» приведены в работах [6, 7]. Номенклатура дифракционных решеток, используемых в спектрометре, расширена до шести. Благодаря низкому уровню фонового излучения (менее 0,05 %) с помощью спектрометра успешно проводят одновременное определение низких концентраций щелочных и щелочноземельных металлов методом фотометрии пламени с использованием воздушно-ацетиленовой горелки распространенного спектрометра С-115. В настоящее время на основе спектрометра «Колибри-2» компанией «ВМК-Оптоэлектроника» разработан новый пламенный спектрометр «Павлин» [8] для одновременного определения щелочных и щелочноземельных металлов методом фотометрии пламени, который будет описан ниже. Перестраиваемый спектральный диапазон и малые габариты спектрометра «Колибри-2» позволяют встраивать прибор в существующие комплексы для атомно-эмиссионного анализа с целью расширения их рабочего спектрального диапазона. Спектрометр «Колибри-2» также широко применяют

в спектрофотометрии для регистрации спектров пропускания и отражения, в частности, в составе системы прецизионного спектрального контроля толщин слоев в вакуумных установках для нанесения многослойных диэлектрических покрытий [9].

Спектрометры «Гранд», «Гранд-Эксперт», «Фаворит» и «Экспресс»

На сегодняшний день компанией разработаны и освоены в производстве четыре спектрометра с высоким разрешением «Гранд», «Гранд-Эксперт», «Фаворит» (торговая марка спектрометра «Гранд-ВУФ 500») и «Экспресс» [10, 11], характеристики которых приведены в табл. 2. Видно, что лучшим спектральным разрешением обладает спектрометр «Гранд». Спектрометры «Гранд» и «Экспресс» предназначены для использования с источниками возбуждения спектров эмиссии анализируемых веществ в воздухе. Поэтому коротковолновая граница их рабочего спектрального диапазона определяется пропусканием УФ излучения воздухом и составляет 190 нм. В отличие от них, корпуса спектрометров «Гранд-Эксперт» и «Фаворит» вакуумированы, а источником возбуждения спектров является искровой разряд в аргоне. В этом случае коротковолновая граница определяется необходимостью регистрации аналитических линий элементов в области вакуумного ультрафиолета (ВУФ) и составляет 169 нм. В состав каждого из спектрометров входят система освещения входной щели и специальный стол для размещения штатива, генератора, автономной системы охлаждения, блока бесперебойного питания и другого дополнительного оборудования. На ножках столов для облегчения перемещения установлены колеса. С целью дополнительной защиты от света, пыли и перепадов температуры спектрометры могут комплектоваться внешним пластиковым корпусом.

Обычно в комплексах для АЭС центры источника эмиссии излучения и конденсоров системы освещения входной щели устанавливают на оптической оси спектрометра, проходящей через центры входной щели и дифракционной решетки. Для этого конструкция комплекса должна обеспечить жесткую механическую связь этих элементов системы, как это сделано в спектрометрах «Гранд-Эксперт» и «Фаворит», а также обычно делается в комплексах для АЭС на основе «Гранд» и «Экспресс». Однако передачу излучения эмиссии от ИВС в спектрометр можно осуществить и с помощью волоконно-оптического кабеля с некоторой потерей в интенсивности спектральных линий, которая зависит от характеристик спектрометра. В частности, создан вариант спектрометра «Гранд» с вводом излучения с помощью такого кабеля, который используется для установки прибора вне «грязного» помещения. Потери при таком вводе излучения в спектрометр составили 10 – 20 %, что приемлемо при необходимости механической развязки между ИВС и спектрометром.

Источники возбуждения спектров эмиссии

В качестве ИВС в большинстве зарубежных комплексов для АЭС используют источники с индуктивно-связанной плазмой (ИСП), ориентированные на анализ растворов. Для вод и различных технологических растворов использование ИСП естественно. В то же время твердые объекты анализа, такие как руды, продукты их переработки, а также многие объекты окружающей среды, требуют перевода в раствор, для чего необходимо применение дополнительных методов и оборудования. Известно также, что пробоподготовка при анализе твердых объектов с использованием ИСП лимитирует трудоемкость и длительность аналитического цикла, а также является основным источни-

Таблица 2. Характеристики новых многоканальных спектрометров

Характеристика	Гранд	Гранд-Эксперт	Фаворит	Экспресс
Количество измерительных каналов	52240	62688	28732	52240
Рабочий спектральный диапазон, нм	190 – 350, 385 – 470	169 – 700	169 – 350	190 – 367, 390 – 545
Спектральное разрешение при ширине входной щели 15 мкм, нм	0,012	0,014 (0,04)*	0,022	0,016
Обратная линейная дисперсия, нм/мм	0,4	0,4 (1,0)*	0,55	0,55
Минимальное время экспозиции, мс	80 (3)**	100	80	70
Вогнутая дифракционная решетка:	Нарезная	Нарезная	Голограммная	Нарезная
частота штрихов, штр/мм	2400	2400 (900)*	3600	1800
радиус кривизны, мм	1000	1000	501,2	1000
рабочий порядок спектра	Первый	Первый	Первый	Первый
угол падения, град.	26,5	28,45 (21,45)*	—	20
направление угла блеска, мм	220	195 (550)*	225	260
размер заштрихованной области, мм	60 × 50	40 × 30 (66 × 40)*	Диаметр 60	66 × 40
Габариты, мм	1700 × 750 × 920	1655 × 930 × 1150	1050 × 700 × 1000	1230 × 750 × 1400
Вес, кг	80	275	110	110

* Данные для рабочего спектрального диапазона 350 – 700 нм.

** Для сцинтилляционного атомно-эмиссионного спектрального анализа.

ком погрешностей анализа. В то же время доля твердых и порошкообразных объектов исследования существенно выше, чем жидких, поэтому с целью минимизации затрат на пробоподготовку анализ целесообразно проводить без перевода в раствор. В подавляющем большинстве таких случаев, как свидетельствует опыт, метрологические характеристики результатов анализа удовлетворяют требованиям ГОСТ и международных стандартов. Исходя из этого, основные усилия компании «ВМК-Оптоэлектроника» были направлены на создание ИВС, предназначенных для решения задач прямого (без растворения проб) возбуждения излучения. Такие ИВС состоят из штатива, в котором происходит возбуждение исследуемой пробы, генератора, преобразующего напряжение промышленной сети в необходимые напряжение и ток, и иногда дополнительного оборудования — системы охлаждения держателей пробы, стабилизатора воздушного потока вытяжки и др.

Генераторы «Везувий» и «Шаровая молния»

Современные электронные компоненты позволяют получить из напряжения сети 220 В, 50 Гц заданное значение напряжения с частотой 20 – 100 кГц и использовать активные регуляторы тока. Это дает возможность создавать компактные и легкие приборы, имеющие высокую повторяемость (стабильность) в дуговом и искровом разрядах (<1 %), высокий КПД (>75 %), сравнимый с шумом персонального компьютера уровень звукового шума. Такие генераторы называются среднечастотными или преобразовательного типа. Применение в них цифро-аналоговых преобразователей (ЦАП), микропроцессоров и компьютерных интерфейсов позволяет пользователю непосредственно из программы для проведения анализа установить нужный режим электрического разряда путем регулировки параметров (амплитуды и полярности постоянного или переменного тока, длительности и частоты повторения импульсов и т.п.) или выбрав требуемый режим из сохраненных в памяти компьютера.

Функциональные схемы, характеристики, внешний вид и особенности среднечастотных генераторов дугового и искрового разрядов «Везувий-3» и серии «Шаровая молния» описаны в работах [12] и [13] соответственно. Генератор «Везувий-3» отличается наличием выносного искрового блока запуска дуги, который устанавливается в корпус спектроаналитических штативов для снижения электромагнитных помех.

В настоящее время разработан вариант генератора «Везувий-3» с импульсным режимом для определения водорода в титане с энергией в импульсе до 50 Дж, успешно прошедший испытания и применяемый на новосибирском авиационном заводе им. В. П. Чкалова.

Освоены в производстве дополнительные модификации генераторов «Шаровая молния» для учебных

заведений с панелью ручного управления и индикации режимов: генераторы «ШАРМ» (аналогичен генератору ШМ40, обеспечивает ток в дуге до 20 А) и «СКАТ» (обеспечивает работу в искровом режиме со средней выходной мощностью до 300 Вт).

Использование современных микроконтроллеров в генераторах «Шаровая молния» в сочетании с новой версией программного обеспечения позволяет выводить на экран монитора график измеренного среднего тока за время экспозиции в дуговом режиме, а также осциллограмму импульса тока в искровом режиме. Во всех генераторах «Шаровая молния» реализован режим дугового разряда с током синусоидальной формы и произвольной фазой отсечки. Есть возможность измерения среднего либо действующего тока дуги.

Генератор «Везувий-3» и генераторы серии «Шаровая молния» ШМ-40, ШМ-250 и ШМ-250А в 2013 г. успешно прошли комплекс испытаний, в результате которых на эти генераторы были получены сертификаты по электрической безопасности и электромагнитной совместимости.

Спектроаналитические штативы «Глобула» и «Кристалл»

В некоторых методиках время возбуждения образца в дуговом штативе достигает трех минут, поэтому необходимо корректировать межэлектродный зазор в процессе регистрации спектра. В существующих штативах (например, в УШТ-4) эта коррекция производилась вручную, что вносило значительные погрешности в результаты анализа. Для автоматического поддержания межэлектродного промежутка в процессе испарения образца и начальной установки электродов относительно оптической оси компанией разработан и производится интеллектуальный штатив «Глобула» [14], который оснащен двумя видеокамерами и сервоприводом. Показания видеокамер записываются совместно с зарегистрированным спектром, что можно использовать для анализа ошибок. Для штатива недавно разработаны новые держатели с медными губками и новая конструкция калибра. Создан также вариант штатива с выводом излучения посредством двух волоконно-оптических кабелей для использования внутри «грязного» бокса. Поставка штатива чаще всего осуществляется совместно с генератором из серии «Шаровая молния».

Для замены отечественных штативов УШТ-4, Аркус и ШТ-23, ресурс работы которых в аналитических лабораториях давно исчерпан, а запасные части уже недоступны для ремонта, а также для комплектации комплексов для АЭС компании разработан и освоен в производстве универсальный штатив «Кристалл» [15], нижние электрододержатели которого совместимы с УШТ-4. Штатив снабжен отделом для установки выносного искрового блока генератора «Везувий-3», поэтому его поставка чаще осуществляется совместно с этим генератором.

Оба штатива могут комплектоваться блоком водяного охлаждения замкнутого цикла для исключения ожога рук пользователя при работе со штативом и продления срока службы электрододержателей.

Электродуговая установка для анализа порошковых проб методом просыпки-вдувания «Поток»

Габариты современных генераторов сравнимы с размерами штативов, что позволяет конструктивно объединить их в единый прибор. В таком виде разработана и производится электродуговая установка для анализа порошковых проб методом просыпки-вдувания «Поток» [13], в которой генератор «Шаровая молния» конструктивно объединен со штативом, обеспечивающим подачу пробы в разрядный промежуток с помощью «транспортной ленты». В отличие от существующих установок такого типа установка «Поток» отличается компактностью, стабильностью скорости воздушного потока в рабочей зоне, а также тем, что ток, протекающий через разрядный промежуток, имеет вид прямоугольных импульсов разной полярности и одинаковой длительности. При этом обеспечивается максимальное заполнение током до 40 А всего времени возбуждения спектра и тем самым создаются условия для наиболее полного испарения пробы.

Двухимпульсный лазерный источник возбуждения спектров

Лазерный источник возбуждения атомно-эмиссионных спектров был принят компанией к разработке по заданию ведущих экспертов-криминалистов МВД РФ для замены широко применяемых лазерных источников ЛМА-10 производства Carl Zeiss. В ЛМА-10 лазерный импульс осуществляет только абляцию исследуемого образца. Пары вещества попадают между электродами с приложенным высоким напряжением, инициируя электрическую искру. Так было сделано из-за очень низкой интенсивности линий в атомно-эмиссионном спектре, возникающем от одиночного лазерного импульса ЛМА-10. При этом электроды являются расходным материалом. Нами была поставлена задача получения достаточной интенсивности аналитических линий определяемых элементов без использования в приборе искры и расходных материалов (электродов).

Разработан и освоен в производстве двухимпульсный лазерный источник возбуждения атомно-эмиссионных спектров [16]. Показано увеличение интенсивности спектральных линий определяемых элементов более чем на порядок величины при задержке между импульсами 1 – 60 мкс. Для проведения анализа рекомендовано использовать плотности энергии лазерного излучения от 100 до 150 Дж/см². Источник пригоден для анализа твердых проб любого типа — металлов, минералов, стекол и других с использованием многоканальных спектрометров с анализаторами МАЭС и в

настоящее время проходит ведомственные испытания в Экспертно-криминалистическом центре МВД РФ.

Установка искрового пробоотбора

Разработана и освоена в производстве установка искрового пробоотбора, предназначенная для получения аэрозолей (паров) металлических образцов методом электроискровой эрозии и ввода аргонного потока с аэрозолем в индуктивно-связанную плазму оптического или масс-спектрометра. Контроль за ходом возбуждения и стабильностью разряда осуществляется с помощью встроенного спектрометра «Колибри-2». Возможна передача излучения во внешний оптический спектрометр по оптоволоконному кабелю. Рабочий столик изготовлен из нержавеющей стали и снабжен керамическим адаптером, который ограничивает зону обыскривания рабочей пробы. Сверху проба поджигается удерживающим штоком, который также обеспечивает блокировку подачи аргона и включения генератора при открытом столике в отсутствие пробы. Для управления установкой применяется программный модуль искрового пробоотбора, входящий в комплект ПО «АТОМ». Многолетний опыт применения установок совместно с ИСП-масс-спектрометром и первые положительные результаты использования с ИСП-атомно-эмиссионным спектрометром показывают пригодность установки искрового пробоотбора для комплектации таких спектрометров с целью анализа металлических образцов.

Двухструйный дуговой плазмотрон «Факел»

Двухструйный дуговой плазмотрон «Факел» был разработан компанией «ВМК-Оптоэлектроника» по заказу аналитического отдела Института геологии и минералогии СО РАН, г. Новосибирск. Аналитики отдела и ряда институтов СО РАН имели положительный опыт работы с двухструйным дуговым плазмотроном ДГП-50 А. П. Тагильцева [17]. При прямом анализе порошковых проб с использованием ДГП-50 влияние основы пробы и пределы обнаружения элементов были существенно ниже, чем с дугой постоянного тока. Однако плазмотрон сложен в эксплуатации, плазменные головки достаточно часто выходили из строя, а системы питания, газорегулирования и ввода пробы устарели.

В новом плазмотроне «Факел» удалось избежать этих недостатков [18], за исключением выхода из строя плазменных головок в процессе эксплуатации. Износ электродов является нерешенной проблемой для всех плазмотронов постоянного тока, поэтому одним из главных требований к конструкции плазменных головок нового плазмотрона была простота их разборки/сборки. Сопло, диафрагма, силовой электрод и корпус головок имеют осесимметричную конструкцию, что исключает их несоосную сборку и облегчает техническое обслуживание. Изготовление подверженных эрозии деталей, требующих периоди-

ческой замены (сопла, диафрагмы и силового электрода), максимально упрощено.

На сегодняшний день произведено три комплекса с плазмотроном «Факел», два из которых используются в институтах СО РАН. Однако в отличие от других приборов, производимых компанией, поставка этих комплексов производится только в Новосибирске для облегчения их обслуживания специалистами компании из-за недостаточной надежности плазменных головок.

Комплексы для атомно-эмиссионного спектрального анализа

Спектрометры «Гранд-Эксперт» и «Фаворит» являются комплексами для АЭС, так как в их состав входит все оборудование, необходимое для проведения анализа металлических проб. Поэтому рассмотрим комплексы, создаваемые компанией «ВМК-Оптоэлектроника» на основе спектрометров «Гранд», «Экспресс» и «Колибри» путем комплектации их ИВС. В состав комплекса может также входить вспомогательное оборудование, необходимое для решения аналитических задач.

Комплексы для АЭС на основе спектрометров «Гранд» и «Экспресс»

В состав комплексов со спектрометрами «Гранд» и «Экспресс» обычно входят источники возбуждения спектров производства компании «ВМК-Оптоэлектроника», но иногда и хорошо зарекомендовавшие себя источники других производителей. При выборе типа спектрометра учитывается их главное отличие: «Гранд» имеет более высокую разрешающую способность, а «Экспресс» — меньшие габариты. Например, для анализа геологических проб комплексы чаще создают на основе спектрометров «Гранд» для снижения вероятности спектральных наложений, например «Гранд-Поток», а для анализа масел подвижного состава железных дорог — на основе спектрометров «Экспресс» для размещения в стесненных условиях аналитических лабораторий, например «Экспресс-Ойл». На рис. 1 показан внешний вид некоторых комплексов для АЭС.

Пламенный спектрометр «Павлин»

Применение спектрометра «Колибри» в фотометрии пламени стало столь популярным, что компания «ВМК-Оптоэлектроника» разработала и освоила в производстве пламенный спектрометр «Павлин», являющийся комплексом для одновременного экспресс-определения натрия, лития, калия, кальция, бария, цезия, рубидия в широком диапазоне концентраций (до 8 порядков величины) в технологических растворах методом фотометрии пламени [8]. Прибор состоит из трехщелевой горелки с контролем наличия пламени, пневматического распылителя, распылительной камеры, оптической системы ввода излучения

в спектрометр «Колибри-2» и автоматической системы подачи воздуха и ацетилена с возможностью контроля и регулировки расхода газов.

Вспомогательное оборудование

В ранний период работы компании «ВМК-Оптоэлектроника» во время установки или обслуживания анализаторов МАЭС в аналитических лабораториях бывали случаи, когда неудовлетворительное качество результатов анализа было связано с «мелочами»: например, запыленное и загрязненное каплями металла защитное стекло конденсора штатива, грязная входная щель, обгоревшие и плохо фиксирующиеся электрододержатели, разболтанный калибр для установки верхнего электрода. Стало ясно, что в АЭС «мелочей» нет. Поэтому компания сразу начала производить вспомогательное оборудование и расширять его номенклатуру. Это оборудование может поставляться как в комплекте с приборами и комплексами компании, так и отдельно по заявкам организаций.

Защитные кварцевые стекла

Компания производит ряд круглых кварцевых стекол для защиты конденсора штативов «Глобула», «Кристалл», УШТ-4 и других, а также прямоугольных для защиты входного окна вакуумного полихроматора спектрометров «Гранд-Эксперт» и «Фаворит».

Система освещения входной щели спектрометров

Разработаны и производятся два ахроматических конденсора с фокусными расстояниями 83 мм и 110 мм в комплекте со стойками для стандартного оптического рельса и щелевой диафрагмой (рис. 2), входящие в состав системы освещения входной щели. Конденсоры рассчитаны для минимизации хроматической аберрации в диапазоне 190 – 470 нм [19]. Система освещения входной щели на их основе превосходит по получаемым интенсивностям спектральных линий традиционную, выпускаемую ранее ЛОМО (г. Санкт-Петербург), в 1,5 – 2 раза, что может обеспечить соответствующее снижение пределов обнаружения элементов.

Система входит в комплект новых многоканальных спектрометров «Гранд» и «Экспресс», а также может применяться в составе других спектральных приборов. В зависимости от источника используют две конфигурации осветительной системы: № 1 — для универсальных штативов типа УШТ-4, «Глобула» и др.; № 2 — для установки «Поток».

Станок для заточки графитовых электродов

Разработан и производится станок для заточки графитовых электродов с набором ножей различной формы (рис. 3).



Рис. 1. Внешний вид комплексов: *а* — «Гранд-Эксперт»; *б* — «Фаворит»; *в* — «Гранд-Поток»; *г* — «Гранд-Глобула»; *д* — «Экспресс-Ойл»; *е* — «Экспресс-Кристалл»; *ж* — «Гранд-Факел»



Рис. 2. Система освещения входной щели



Рис. 3. Станок для заточки графитовых электродов

Калибратор длины (ломатель) электродов

Калибратор длины (ломатель) электродов — простое и изящное устройство для укорачивания графитовых электродов.

Шлифовальный станок для подготовки поверхности металлических проб

Шлифовальный станок для подготовки поверхности металлических проб разработан и производится в двух исполнениях: с одним и двумя дисками. На рис. 4 показан внешний вид правого диска двухдискового станка. Станки входят в комплект поставки спектрометров «Гранд-Эксперт» и «Фаворит», установки искрового пробоотбора для ввода аэрозолей (паров) металлических образцов методом электроискровой эрозии в ИСП и других спектральных ком-



Рис. 4. Правый диск шлифовального станка

плексов компании по согласованию с организацией-потребителем.

Стол с каменной столешницей

Компания производит столы с каменной гладкой столешницей для работы с порошковыми пробами. Размеры столов произвольные по согласованию с организацией-потребителем. Столы снабжены металлической решеткой и поддоном для сбора порошка и входят в комплект поставки спектральных комплексов «Гранд-Поток» и др. по согласованию с организацией-потребителем. На рис. 1, в показан стол с каменной столешницей в составе комплекса «Гранд-Поток», работающего в ОАО «Красноярскгеолсъемка» (г. Красноярск).

Мешалка

Мешалка предназначена для подготовки проб масла к анализу. На барабане закрепляют баночки с пробами и вращают в течение заданного времени перед анализом.

Держатели электродов

Разработан ряд специализированных держателей монолитных и листовых проб нижнего электрода, а также верхний держатель электрода с функцией подачи защитного газа в зону дугового разряда, которые могут входить в состав штатива «Кристалл» или поставляться для штативов УШТ-4 и ИВС.

Блок водяного охлаждения замкнутого типа

Компания производит блок водяного охлаждения замкнутого типа для исключения ожога рук пользователя при работе со штативом и продления срока службы электрододержателей. В качестве корпуса блока используется стандартный компьютерный корпус. Блок водяного охлаждения входит в комплект поставки штативов и комплексов для АЭС, а также может поставляться по согласованию с организацией-потребителем.

Набор дифракционных решеток

Компания располагает запасом плоских и вогнутых дифракционных решеток ряда отечественных и зарубежных спектральных приборов, например МФС-8, PGS-2, ДФС-8, ДФС-458С и др. Решетки используются для замены вышедших из строя в спектральных приборах аналитических лабораторий, а также для изменения рабочего спектрального диапазона приборов.

Эталонный источник излучения линейчатого спектра

Компания производит эталонный источник излучения линейчатого спектра, выполненный на основе эталонной лампы с полым катодом ЛСП6-Э (разработка Всероссийского научно-исследовательского института оптико-физических измерений ВНИИОФИ, Москва). Источник используется при проведении приемо-сдаточных испытаний анализаторов МАЭС, а также при их первичной и периодической поверке на территории организации-потребителя.

В заключение отметим, что компанией «ВМК-Оптоэлектроника» разработано и освоено в производстве большое количество приборов, в основном предназначенных для проведения прямого анализа твердых металлических и порошковых проб различной природы. Эти приборы поставляются в составе комплексов, производимых компанией, а также успешно используются для модернизации существующих в аналитических лабораториях комплексов для атомно-эмиссионного анализа. Все комплексы, в состав которых входят анализаторы МАЭС, являются средством измерения массовой доли определяемых элементов состава веществ и материалов (№ 33011-11 в Госреестре средств измерений РФ) и применяются в аналитических лабораториях предприятий России и стран СНГ.

ЛИТЕРАТУРА

1. Гаранин В. Г., Неклюдов О. А., Петроченко Д. В. и др. Программное обеспечение атомно-эмиссионного спектрального анализа (программа «Атом») / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2012. Т. 78. № 1. Ч. II. С. 69 – 74.
2. Лабузов В. А., Бехтерев А. В. Линейки фотодиодов — базовые элементы многоканальных анализаторов атомно-эмиссионных спектров / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2007. Т. 73. Специальный выпуск. С. 7 – 12.
3. Бабин С. А., Лабузов В. А., Селюнин Д. О., Дзюба А. А. Быстродействующие анализаторы МАЭС на основе линеек БЛПП-2000 / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2015. Т. 81. № 1. Ч. II. С. 108 – 113.
4. Лабузов 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.
5. Селюнин Д. О., Бабин С. А., Лабузов В. А. Высокоскоростные анализаторы МАЭС с интерфейсом Gigabit Ethernet / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2012. Т. 78. № 1. Ч. II. С. 39 – 43.
6. Лабузов В. А., Путьмаков А. Н., Саушкин М. С. и др. Многоканальный спектрометр «Колибри-2» и его использование для одновременного определения щелочных и щелочноземельных металлов методом пламенной фотометрии / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2007. Т. 73. Специальный выпуск. С. 35 – 39.
7. Зарубин И. А., Гаранин В. Г., Лабузов В. А. Применение малогабаритного спектрометра «Колибри-2» в атомно-эмиссионном анализе / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2012. Т. 78. № 1. Ч. II. С. 86 – 89.
8. Путьмаков А. Н., Зарубин И. А., Бурумов И. Д., Селюнин Д. О. Спектрометр «Павлин» для пламенного атомно-эмиссионного спектрального анализа / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2015. Т. 81. № 1. Ч. II. С. 105 – 108.
9. Лабузов В. А., Семенов З. В., Зарубин И. А. и др. Система спектрального контроля нанесения многослойных диэлектрических покрытий / Измерительная техника. 2013. № 12. С. 11 – 14.
10. Лабузов В. А. Комплексы приборов для атомно-эмиссионного спектрального анализа на основе спектрометра «Гранд» / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2008. Т. 74. № 4. С. 21 – 29.
11. Лабузов В. А., Путьмаков А. Н., Зарубин И. А., Гаранин В. Г. Новые многоканальные оптические спектрометры на основе анализаторов МАЭС / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2012. Т. 78. № 1. Ч. II. С. 7 – 13.
12. Боровиков В. М., Петроченко Д. В., Путьмаков А. Н., Селюнин Д. О. Универсальный генератор «Везувий-3» / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2012. Т. 78. № 1. Ч. II. С. 62 – 66.
13. Гаранин В. Г., Ращенко В. В. Программируемые генераторы для возбуждения атомно-эмиссионных спектров «Шаровая молния» / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2012. Т. 78. № 1. Ч. II. С. 54 – 58.
14. Семенов З. В., Неклюдов О. А., Строков И. И., Гаранин В. Г. Автоматизация атомно-эмиссионного спектрального анализа с использованием видеоконтроля / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2012. Т. 78. № 1. Ч. II. С. 78 – 81.
15. 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.
16. Смолин Д. В., Лабузов В. А., Гаранин В. Г., Кузнецов С. Н. Двухимпульсный лазерный источник возбуждения атомно-эмиссионных спектров / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2012. Т. 78. № 1. Ч. II. С. 58 – 61.
17. Тагильцев А. П., Тагильцева Е. А. Дуговые плазмотроны для спектрального анализа / Научные ведомости Белгородского государственного университета. Серия физико-математических наук. 2006. Т. 12. № 6(26). С. 122 – 135.
18. Видюк М. В., Герасимов В. А., Лабузов В. А. и др. Спектральный комплекс для прямого атомно-эмиссионного анализа порошковых проб — ДДП-спектрометр / Материалы VII Международного симпозиума «Применение анализаторов МАЭС в промышленности». Новосибирск, 2006. С. 67 – 69.
19. Зарубин И. А., Лабузов В. А., Бокк Д. Н. Оптимальная система освещения входной щели многоканальных спектрометров «Гранд» и «Экспресс» / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2015. Т. 81. № 1. Ч. II. С. 114 – 116.