

УДК 543.423

НОВЫЕ СПЕКТРАЛЬНЫЕ КОМПЛЕКСЫ НА ОСНОВЕ АНАЛИЗАТОРОВ МАЭС¹© В. А. Лабусов^{2,3}, В. Г. Гаранин^{2,4}, И. А. Зарубин^{2,3}*Статья поступила 4 октября 2016 г.*

Представлен обзор спектральных комплексов для атомно-эмиссионного спектрального анализа, производимых компанией «ВМК-Оптоэлектроника»: «Гранд-Глобула», «Гранд-Кристалл» и «Экспресс» — для прямого атомно-эмиссионного спектрального анализа твердых металлических и порошковых проб; «Гранд-Поток» — для экспресс-анализа порошков методом просыпки-вдувания; «Гранд-Эксперт» и «Фаворит» — для экспресс-анализа металлов и сплавов; установки искрового пробоотбора «Аспект» — для анализа металлических образцов с помощью ИСП-АЭС и ИСП-МС; «Экспресс-Ойл» — для прямого анализа масел; «Павлин» — для экспресс-определения натрия, лития, калия, кальция, бария, цезия, рубидия в растворах. Приведены их состав и технические характеристики спектрометров.

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

Атомно-эмиссионную спектрометрию (АЭС) 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 в других областях. В настоящее время АЭС — один из наиболее информативных и экспрессных многоэлементных методов анализа. Таким его сделало внедрение в аппаратуру метода систем регистрации спектров на основе многоэлементных твердотельных детекторов излучения. Свой вклад в этот успех внесли и многоканальные анализаторы эмиссионных спектров (МАЭС) [1].

Компания «ВМК-Оптоэлектроника», расположенная в Новосибирском Академгородке, осуществляет разработку, производство, модернизацию и сервисное обслуживание оборудования для АЭС. Компания работает на рынке с 1991 г. Около пятисот спектральных комплексов, модернизированных компанией, работают на предприятиях России, стран СНГ и ЕС. На рис. 1 показано распределение этого количества по типам спектральных приборов, на основе которых они были созданы. Регистрация спектров в этих приборах осуществляется с помощью линеек фотодетекторов собственной разработки. На их основе созданы гибридные сборки, входящие в состав анализаторов

МАЭС, предназначенных для оснащения отечественных и зарубежных спектральных приборов взамен фотопластинок и ФЭУ, а также для создания новых спектрометров. Для эффективного возбуждения излучения пробы используют программируемые генераторы электрического разряда серий «Везувий» и «Шаровая молния», штативы «Глобула» и «Кристалл», а также установку «Поток» при анализе порошков методом просыпки-вдувания. Все спектральные комплексы с МАЭС являются средством измерения массовой доли определяемых элементов состава веществ и материалов (№ 33011-11 в Госреестре средств измерения РФ).

При установке анализаторов МАЭС на существующие спектральные приборы удается улучшить характеристики этих приборов настолько, насколько позволяют их конструкция и входящие в состав элементы оптической системы. Однако наилучших результатов для рабочего спектрального диапазона, разрешения и светосилы удается достичь в случае проектирования оптической системы спектрального прибора под систему регистрации на основе анализатора МАЭС. На рис. 1 зеленым цветом выделены спектрометры, выпускаемые компанией. Видно, что они составляют уже заметную часть от всех используемых в аналитических лабораториях спектральных приборов с МАЭС.

Цель настоящей работы — ознакомить специалистов с современным техническим уровнем спектральных комплексов, выпускаемых компанией «ВМК-Оптоэлектроника» и успешно используемых в аналитических лабораториях России и СНГ для решения задач атомно-эмиссионного анализа. Основой для построения таких комплексов являются спектрометры собственной разработки с анализаторами МАЭС.

¹ Работа выполнена при финансовой поддержке программы Президиума РАН № 2016-8.

² ООО «ВМК-Оптоэлектроника», г. Новосибирск, Россия; e-mail: info@vmk.ru

³ Институт автоматики и электрометрии СО РАН; Новосибирский государственный технический университет, г. Новосибирск, Россия.

⁴ Конструкторско-технологический институт вычислительной техники СО РАН, г. Новосибирск, Россия.

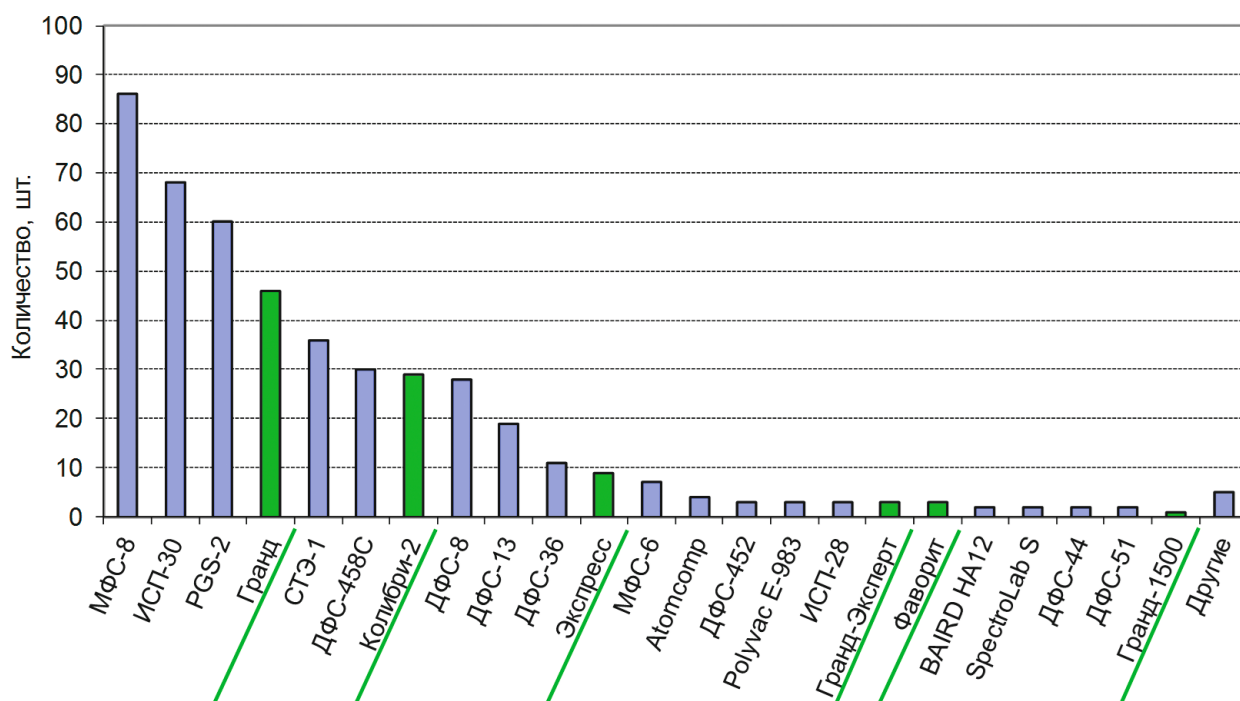


Рис. 1. Распределение спектральных комплексов с МАЭС по типам спектральных приборов

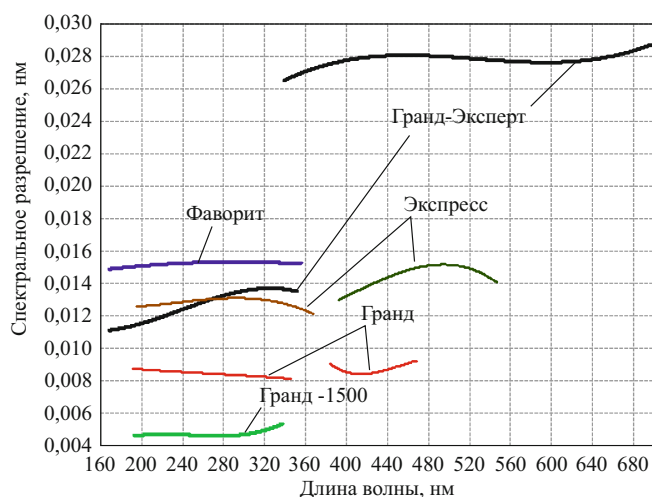


Рис. 2. Спектральное разрешение спектрометров в зависимости от длины волны

Спектрометры

Оптимальной для построения спектрометров высокого разрешения с использованием в качестве системы регистрации спектров анализаторов МАЭС, в которых фотоэлектрическое преобразование спектра осуществляет гибридная сборка линеек фотодетекторов, является оптическая схема Пашена – Рунге с отражательными вогнутыми дифракционными решетками. По этой схеме созданы спектрометры «Гранд», «Гранд-1500», «Экспресс», «Гранд-Эксперт» и «Фаворит». В этих спектрометрах спектры регистрируют анализаторы МАЭС, содержащие от 11 до 28 линеек фотодетекторов. В таблице приведены характерис-

тики спектрометров высокого разрешения. Можно заметить, что рабочий спектральный диапазон приборов, предназначенных для работы с источниками возбуждения проб в атмосфере воздуха, начинается с коротковолновой границы пропускания воздуха — 190 нм, а работающих с искровым разрядом в аргоне — со 169 нм, что получено вакуумированием корпусов этих спектрометров. Такая граница определяется необходимостью регистрации аналитических линий в области вакуумного ультрафиолета (ВУФ), но может быть снижена и до 130 нм [2]. Лучшее спектральное разрешение имеет спектрометр «Гранд-1500» за счет использования вогнутой дифракционной решетки с частотой штрихов 3600 штр./мм и радиусом кривизны 1500 мм. Обратная линейная дисперсия решетки более чем в два раза превышает дисперсию спектрометра «Гранд», что дает соответствующее уменьшение предела спектрального разрешения.

На рис. 2 показана зависимость спектрального разрешения спектрометров от длины волны в их рабочем спектральном диапазоне. Методика получения этих зависимостей, а также схема и конструктивные особенности некоторых спектрометров приведены в работе [3]. Видно практически двукратное преимущество спектрометра «Гранд-1500» по сравнению со спектрометром «Гранд» по разрешению, однако его светосила на порядок величины меньше [4], что делает преимущество спектрометра «Гранд-1500» не столь очевидным. Спектрометр «Гранд» по совокупности параметров (спектральное разрешение, светосила и рабочий спектральный диапазон) превосходит спектрометры указанных на рис. 1 типов, что определило

высокую востребованность пользователями спектральных комплексов на его основе. В работе [4] проведено сравнительное исследование светосилы и спектрального разрешения спектрометров «Гранд», «Гранд-1500» и широко используемого при анализе геохимических проб спектрографа СТЭ-1 с анализатором МАЭС. В качестве источника излучения применяли электродуговую установку для анализа порошковых проб методом просыпки-вдувания «Поток».

Для решения задач, не требующих высокого разрешения, например, для реализации метода эмиссионной фотометрии пламени, достаточно малогабаритных спектрометров с одной линейкой фотодетекторов. Такие спектрометры оптимально строить по оптической схеме Черни – Тернера, по которой построен спектрометр «Колибри-2» [5], имеющий 8 вариантов исполнения, различающихся по рабочему спектральному диапазону и разрешению. В настоящее время разработано исполнение этого спектрометра на основе линейки БЛПП-2000 для высокоскоростной регистрации спектров: минимальное время базовой экспозиции составляет 0,4 мс.

Если необходимо существенно (в 5 – 10 раз) увеличить светосилу спектрометра и можно пожертвовать спектральным разрешением, например, для регистрации люминесценции, используют оптическую схему на основе вогнутой отражательной дифракционной решетки «с плоским полем». По этой схеме создан опытный образец спектрометра, который по светосиле в четыре раза превосходит спектрометр «Колибри-2» в варианте исполнения с рабочим диа-

пазоном 190 – 1100 нм, однако спектральное разрешение у этого образца составляет 1,5 – 2,5 нм, что в 2 – 3 раза хуже, чем у спектрометра «Колибри-2».

Спектральные комплексы для прямого атомно-эмиссионного спектрального анализа твердых металлических и порошковых проб различной природы

Спектральные комплексы формируют на основе спектрометров собственной разработки путем их оснащения источниками возбуждения спектра и другим необходимым оборудованием. Более подробное описание составных частей комплексов приведено в работе [6]. В состав каждого из них, кроме комплекса «Павлин», входит специальный стол для размещения спектрометра, штатива, генератора, автономной системы охлаждения, блока бесперебойного питания и другого дополнительного оборудования. На ножках столов установлены колеса для облегчения их перемещения. Для дополнительной защиты от перепадов температуры, света и пыли в комплект поставки комплекса может входить внешний пластиковый корпус, внутри которого создается повышенное давление и осуществляется вентиляция внутреннего рабочего пространства с помощью бесшумного вентилятора и пылеулавливателя. Получаемые с помощью спектральных комплексов компании результаты анализа удовлетворяют требованиям отечественных стандартов. На рис. 3 приведено количество спектральных комплексов различных типов, выпускаемых компанией и работающих в аналитических лабораториях.

Характеристики спектрометров

Характеристика	Тип спектрометра				
	Гранд	Гранд-1500	Экспресс	Гранд-Эксперт	Фаворит
Совместимые источники возбуждения спектров	Источники возбуждения спектров эмиссии веществ в воздухе			Искровой разряд в аргоне	
Количество измерительных каналов	52240	73136	52240	62688	28732
Рабочий спектральный диапазон, нм	190 – 350, 385 – 470	190 – 350	190 – 367, 390 – 545	169 – 700	169 – 350
Спектральное разрешение при ширине входной щели 15 мкм, нм	0,012	0,0045	0,016	0,014 (0,04)*	0,022
Обратная линейная дисперсия, нм/мм	0,4	0,16	0,55	0,4 (1,0)*	0,55
Вогнутая дифракционная решетка:	нарезная	голографическая	нарезная	нарезная	голографическая
частота штрихов, штр./мм	2400	3600	1800	2400 (900)*	3600
радиус кривизны, мм	1000	1500	1000	1000	498
рабочий порядок спектра	первый	первый	первый	первый	первый
угол падения, град.	26,5	39,7	20	28,45 (21,45)*	42
направление угла блеска, нм	220	230	260	195 (550)*	225
размер заштрихованной области, мм	60 × 50	60 (диаметр)	66 × 40	40 × 30 (66 × 40)*	60 (диаметр)
Минимальное время экспозиции, мс	80 (3)**	100 (3)**	70	80	
Габариты, мм	1700 × 750 × × 920	1944 × 1518 × × 868	1230 × 750 × × 1400	1655 × 930 × × 1150	1050 × 700 × × 1000
Вес, кг	80	180	110	275	110

* Данные для рабочего спектрального диапазона 350 – 700 нм.

** Быстродействующий анализатор МАЭС для сцинтилляционной АЭС.

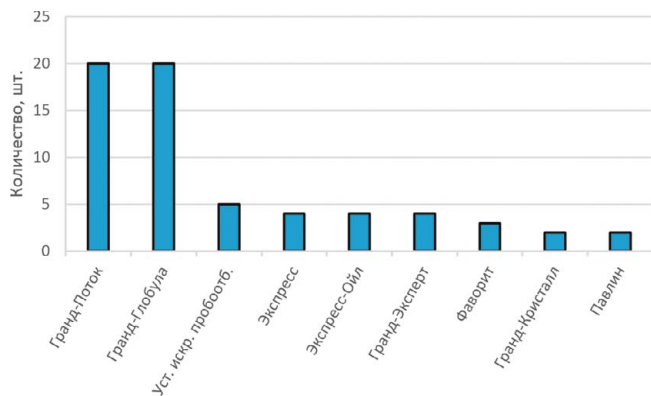


Рис. 3. Количество спектральных комплексов различных типов

Спектральные комплексы с дуговым и искровым разрядом для анализа порошков методом испарения из канала графитового электрода, а также металлов формируют на основе спектрометров «Гранд» и «Экспресс» путем их оснащения источниками возбуждения спектров эмиссии веществ на воздухе. Для ввода излучения в спектрометр служит система освещения входной щели на основе двух ахроматических конденсоров с фокусными расстояниями 83 и 110 мм собственной разработки [7]. При работе со штативом для продления срока службы электрододержателей применяют блок водяного охлаждения замкнутого типа. В комплект поставки могут быть включены станок для заточки графитовых электродов, калибратор длины (ломатель) графитовых электродов, специализированные держатели электродов и другое оборудование.

Спектральный комплекс «Гранд-Глобула» сформирован на основе спектрометра высокого разрешения «Гранд», штатива «Глобула» и генератора «Шаровая молния»; «Гранд-Кристалл» — на основе спектрометра высокого разрешения «Гранд», штатива «Кристалл» и генератора «Везувий-3»; «Экспресс» — на основе компактного спектрометра «Экспресс», штатива «Кристалл» и генератора «Везувий-3». В последнем случае в названии комплекса сохранено название спектрометра, так как спектрометр «Экспресс» не поставляется со штативом «Глобула».

Спектральный комплекс «Гранд-Поток» для экспресс-анализа порошков методом просыпки-вдувания сформирован на основе спектрометра высокого разрешения «Гранд» и электродуговой установки для экспресс-анализа порошковых проб методом просыпки-вдувания «Поток» и предназначен для массового анализа порошковых геологических или технологических проб. В комплект поставки могут входить: дополнительный монитор, устройство для перемешивания порошковых проб, стол с каменной столешницей, снабженный металлической решеткой и поддоном для сбора порошка, и другое оборудование. Размеры столов произвольные по согласованию с организацией-потребителем.

На базе этого спектрального комплекса предприятием создан комплекс для сцинтилляционной АЭС с целью снижения пределов обнаружения благородных металлов до 0,01 г/т и ниже путем повышения чувствительности и быстродействия анализатора МАЭС. Восемь комплексов, обеспечивающих пределы обнаружения благородных металлов 0,1 г/т, уже используются заказчиками. Оценка метрологических характеристик определения содержания частиц золота и серебра в геологических порошковых пробах с применением нового сцинтилляционного спектрального комплекса «Гранд-Поток» приведена в работе [8]. Для реализации этого метода также создан макет сцинтилляционного спектрального комплекса «Гранд-1500-Поток», однако его аналитические возможности нуждаются в дополнительном исследовании.

Вакуумные спектрометры для экспресс-анализа металлов и сплавов. Компания производит два типа вакуумных спектральных комплексов с возбуждением образца искровым разрядом в аргоне: вакуумный спектрометр «Гранд-Эксперт» и малогабаритный вакуумный спектрометр «Фаворит». Эти комплексы можно называть спектрометрами, так как существует только один вариант их исполнения. В таблице вес и габариты приведены для комплексов «Гранд-Эксперт» и «Фаворит». Типичный диапазон определяемых концентраций элементов составляет от десятых долей ppm до десятков процентов. Возможности спектрометра «Гранд-Эксперт» несколько выше за счет более широкого рабочего спектрального диапазона (см. таблицу), однако спектрометр «Фаворит» способен решать большую долю задач по рутинному экспресс-анализу металлов и сплавов. Состав и конструктивные особенности спектрометров приведены в работе [3]. В комплект поставки спектрометров могут входить диско-шлифовальный станок для подготовки поверхности металлических проб, печь для очистки аргона, набор адаптеров для проб, щетки и др.

В настоящее время разработана новая однолинзовая система освещения входной щели, которая позволила увеличить интенсивность регистрируемых спектральных линий и реализовать устройство для оперативной чистки линзы [2]. Проблема чистки линз существовала при использовании вакуумных спектрометров «Гранд-Эксперт» и «Фаворит». В ближайшее время компания планирует в рамках гарантийного обслуживания заменить старые системы освещения входной щели на новые с таким устройством.

Установка искрового пробоотбора «Аспект» для анализа металлических образцов с помощью ИСП-АЭС и ИСП-МС состоит из штатива, продуваемого аргоном, для установки металлического образца, искрового генератора «Шаровая молния»-250А, а также спектрометра «Колибри-2» для контроля наличия и стабильности разряда по излучению. Искровой разряд между поверхностью образца и противоэлектродом из вольфрама создает твердый аэрозоль пробы, который

транспортируется потоком аргона по пластиковой трубке. Для фильтрации крупных частиц используют водяные фильтры, после которых этот поток попадает в ИСП с оптическим или масс-спектральным детектированием. Возможна передача излучения во внешний оптический спектрометр по оптоволокну. Рабочий столик штатива изготовлен из нержавеющей стали и снабжен керамическим адаптером, который ограничивает зону обыскривания рабочей пробы. Сверху пробу поджимает удерживающий шток, который также обеспечивает блокировку подачи аргона и включения генератора при открытом столике в отсутствие пробы. Предусмотрен блок переключающихся клапанов для исключения попадания воздуха в тракт подачи аэрозоля. Аналитические возможности установки искрового пробоотбора «Аспект» для анализа металлических образцов с помощью ИСП-АЭС приведены в работе [9].

Спектральный комплекс «Экспресс-Ойл» для прямого анализа масел создан на основе спектрометра «Экспресс», промышленного штатива для анализа масел и смазок по ГОСТ 20759–90 и генератора «Шаровая молния-40». Комплекс предназначен для анализа масел подвижного состава железных дорог и используется в аналитических лабораториях ОАО «РЖД». В комплект поставки может входить устройство для перемешивания проб для масел и другое оборудование.

Пламенный спектрометр «Павлин» для экспресс-определения натрия, лития, калия, кальция, бария, цезия, рубидия в растворах создан на основе спектрометра «Колибри-2» и трехщелевой горелки с контролем наличия пламени, пневматического распылителя, распылительной камеры, а также автоматической системы подачи воздуха и ацетиленового газа с возможностью контроля и регулировки расхода газов. Спектрометр предназначен для одновременного экспресс-определения натрия, лития, калия, кальция, бария, цезия, рубидия в технологических растворах методом эмиссионной фотометрии пламени в широком диапазоне концентраций (до 8 порядков величины) [10]. Получены пределы обнаружения кальция менее 0,01 мг/л, натрия и калия — около 0,001 мг/л при их одновременном определении [11].

В заключение отметим, что компания «ВМК-Оптоэлектроника» освоила производство ряда спектральных комплексов: «Гранд-Глобула», «Гранд-Кристалл» и «Экспресс» для прямого атомно-эмиссионного спектрального анализа твердых металлических и порошковых проб; «Гранд-Поток» для экспресс-анализа порошков методом просыпки-вдувания; «Гранд-Эксперт» и «Фаворит» для экспресс-анализа металлов и сплавов; «Экспресс-Ойл» для прямого анализа масел; «Павлин» для экспресс-определения натрия, лития, калия, кальция, бария, цезия, рубидия в растворах, а также установку искрового пробоотбора «Аспект» для анализа металлических образцов с помощью ИСП-АЭС и ИСП-МС. Эти комплексы явля-

ются средством измерения массовой доли определяемых элементов состава веществ и материалов (№ 33011-11 в Госреестре средств измерения РФ) и успешно используются в аналитических лабораториях России и стран СНГ для решения задач атомно-эмиссионного анализа.

ЛИТЕРАТУРА

1. **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.
2. **Бокк Д. Н., Лабусов В. А., Зарубин И. А., Гаранин В. Г.** Однолинзовая оптическая система освещения входной щели вакуумного спектрометра «Гранд-Эксперт» / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2017. Т. 83. № 1. Ч. II. С. 122–126.
3. **Лабусов 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.
4. **Дзюба А. А., Лабусов В. А., Васильева И. Е., Шабанова Е. В.** Светосила и спектральное разрешение спектрометров «Гранд», «Гранд-1500» и СТЭ-1 / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2017. Т. 83. № 1. Ч. II. С. 101–105.
5. **Зарубин И. А., Гаранин В. Г., Лабусов В. А.** Применение малогабаритного спектрометра «Колибри-2» в атомно-эмиссионном анализе / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2012. Т. 78. № 1. Ч. II. С. 86–89.
6. **Лабусов В. А.** Приборы и комплексы компании «ВМК-Оптоэлектроника» для атомно-эмиссионного спектрального анализа. Современное состояние / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2015. Т. 81. № 1. Ч. II. С. 12–21.
7. **Зарубин И. А., Лабусов 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.
8. **Дзюба А. А., Лабусов В. А., Васильева И. Е. и др.** Аналитические возможности спектрального комплекса «Гранд-Поток» при сцинтилляционном определении содержания золота и серебра в геологических пробах / Аналитика и контроль. 2017. Т. 21. № 1 (в печати).
9. **Троицкий Д. Ю., Медведев Н. С., Сапрыкин А. И.** Возможности установки искрового пробоотбора для анализа металлических образцов методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2017. Т. 83. № 1. Ч. II. С. 77–81.
10. **Путьмаков А. Н., Зарубин И. А., Бурумов И. Д., Селонин Д. О.** Спектрометр «Павлин» для атомно-эмиссионного спектрального анализа с атомизацией в пламени / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2015. Т. 81. № 1. Ч. II. С. 105–108.
11. **Андросова Н. В., Зарубин И. А.** Определение Са, К, Na и Сг в природных объектах на пламенном спектрометре «Павлин» / Материалы II Всероссийской конференции по аналитической спектроскопии с международным участием, Краснодар, 2015. С. 232.

REFERENCES

1. **Labusov V. A., Garaniin V. G., Shelpakova I. R.** Multichannel Analyzers of Atomic Emission Spectra: Current State and Analytical Potentials / J. Anal. Chem. 2012. Vol. 67. N 7. P. 632–641.
2. **Bokk D. N., Labusov V. A., Zarubin I. A., Garaniin V. G.** Odnolinzovaya opticheskaya sistema osveshcheniya vkhodnoi shcheli vakuumnogo spektrometra «Grand-Expert» [Single-lens optical system of the lighting of the entrance slit of the spectrometer vacuum “Grand Expert”] / Zavod. Labor. Diagn. Mater. 2017. Vol. 83. N 1. Part II. P. 122–126 [in Russian].
3. **Labusov V. A., Put'makov A. N., Zarubin I. A., Garaniin V. G.** Novye mnogokanal'nye opticheskie spektrometry na osnove analizatorov MAES [New multichannel optical spectrometers based on MAES analyzers] / Zavod. Lab. Diagn. Mater. 2012. Vol. 78. N 1. Part II. P. 7–13 [in Russian].

4. Dzyuba A. A., Labusov V. A., Vasil'eva I. E., Shabanova E. V. Svetosila i spektral'noe razreshenie spektrometrov «Grand», «Grand-1500» i STEÉ-1 [The intensity and spectral resolution "Grand" spectrometers "Grand-1500" and the STE-1] / *Zavod. Labor. Diagn. Mater.* 2017. Vol. 83. N 1. Part II. P. 101 – 105 [in Russian].
5. Zarubin I. A., Garanin V. G., Labusov V. A. Primenenie malogabaritnogo spektrometra «Kolibri-2» v atomno-émissiionnom analize [The use of small-sized spectrometer "Kolibri-2" in the atomic-emission analysis] / *Zavod. Lab. Diagn. Mater.* 2012. Vol. 78. N 1. Part II. P. 86 – 89 [in Russian].
6. Labusov V. A. Pribory i komplekсы kompanii «VMK-Optoelektronika» dlya atomno-émissiionnogo spektral'nogo analiza. Sovremennoe sostoyanie [Devices and systems for atomic emission spectroscopy produced by «VMK-Optoelektronika»: state-of-the-art] / *Zavod. Lab. Diagn. Mater.* 2015. Vol. 81. N 1. Part II. P. 12 – 21 [in Russian].
7. Zarubin I. A., Labusov V. A., Bokk D. N. Optimal'naya sistema osveshcheniya vkhodnoi shcheli mnogokanal'nykh spektrometrov «Grand» i «Ékspress» [Optimum system for illuminating the entrance slit of Grand and Ékspress multichannel spectrometers] / *Zavod. Lab. Diagn. Mater.* 2015. Vol. 81. N 1. Part II. P. 114 – 116 [in Russian].
8. Dzyuba A. A., Labusov V. A., Vasil'eva I. E., et al. Analiticheskie vozmozhnosti spektral'nogo kompleksa "Grand-Potok" pri tsintillyatsionnom opredelenii sodershaniy zolota i serebra v geologicheskikh probakh [Analytical capabilities of "Grand Potok" system for the scintillation determination of gold and silver in geological samples] / *Analitika Kontrol'*. 2017. Vol. 21. No. 1 [in Russian] (in press).
9. Troitskii D. Yu., Medvedev N. S., Saprykin A. I. Vozmozhnosti ustanovki iskrovogo probootbora dlya analiza metallicheskikh obraztsov metodom atomno-émissiionnoi spektrometrii s induktivno-svyazanoi plazmoi [Analytical capabilities installing spark sampling for analysis of metal samples by ICP-AES] / *Zavod. Labor. Diagn. Mater.* 2017. Vol. 83. N 1. Part II. P. 77 – 81 [in Russian].
10. Put'makov A. N., Zarubin I. A., Burumov I. D., Selyunin D. O. Spektrometr «Pavlin» dlya atomno-émissiionnogo spektral'nogo analiza s atomizatsiei v plameni ["Pavlin" spectrometer for flame atomic emission spectrometry] / *Zavod. Lab. Diagn. Mater.* 2015. Vol. 81. N 1. Part II. P. 105 – 108 [in Russian].
11. Androsova N. V., Zarubin I. A. Opredelenie Ca, K, Na i Cr v prirodnykh ob'ektakh na plamennom spektrometre «Pavlin» [Determination of Ca, K, Na and Cr in natural objects on the flame spectrometer "Pavlin"] / *Proc. of the II All-Russian Conf. with foreign participation on Analytical Spectroscopy, Krasnodar*, 2015. P. 232 [in Russian].

УДК 543.423.1

О ВОЗМОЖНОСТИ СНИЖЕНИЯ СИСТЕМАТИЧЕСКИХ И СЛУЧАЙНЫХ ПОГРЕШНОСТЕЙ АТОМНО-ЭМИССИОННОГО СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МНОГОЛИНЕЙЧАТОЙ ГРАДУИРОВКИ

© А. А. Пупышев¹

Статья поступила 18 октября 2016 г.

Рассмотрены основные систематические и случайные погрешности атомно-эмиссионного спектрального анализа и различные методические приемы, используемые для их снижения: классическое применение внутреннего стандарта, учет матричных несспектральных помех, применение нескольких спектральных линий аналита и внутреннего стандарта без использования и с использованием весовых коэффициентов, учет дрейфа сигнала, нестабильности ввода пробы и условий возбуждения спектров. Показана необходимость введения этих методических приемов в программное обеспечение приборов для атомно-эмиссионного спектрального анализа с различными источниками возбуждения спектров, в том числе индуктивно-связанной плазмой. Предложены алгоритм и автономная программа оптимизации градуировочной характеристики, основанная на многолинейчатой регистрации спектральных линий определяемых и матричных компонентов пробы, внутренних стандартов, растворителя и атмосферы разряда, позволяющие реализовать изложенные выше методические приемы для снижения погрешностей градуировки и анализа.

Ключевые слова: атомно-эмиссионный спектральный анализ; систематические и случайные погрешности анализа; внутренний стандарт; несспектральные помехи; многолинейчатая градуировка.

В атомно-эмиссионном спектральном анализе (АЭСА) основными источниками систематических погрешностей определения являются:

влияние матричного состава пробы на интенсивность спектральных линий определяемых элементов;
спектральные помехи;
погрешности градуировки.

К источникам общих случайных кратковременных погрешностей в АЭСА относят:

нестабильность системы ввода пробы;
нестабильность газовых потоков;
нестабильность термохимических процессов в источнике возбуждения спектров;
нестабильность системы регистрации сигнала (малый вклад).

Источником случайной долговременной погрешности, отягощающей все способы АЭСА, является дрейф сигнала.

Основными направлениями для снижения систематических и случайных погрешностей определения в методе АЭСА являются:

¹ Уральский федеральный университет им. первого Президента России Б. Н. Ельцина, г. Екатеринбург, Россия;
e-mail: pupyshev@gmail.com