

с рабочим спектральным диапазоном 190 – 1100 нм. Степень подавления излучения нерабочих порядков полученного фильтра — не менее чем в $2 \cdot 10^4$ раз. Решена задача работы спектрометра «Колибри-2» с рабочим диапазоном 190 – 1100 нм в первом порядке спектра без наложения других порядков дифракции. Предложен способ уменьшения артефактов в спектре, возникающих на пространственных границах фильтров, путем замены расчетной конфигурации покрытия на конфигурацию с тремя спектральными фильтрами.

ЛИТЕРАТУРА

1. 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.
2. Пейсахсон И. В. Оптика спектральных приборов. Изд. 2-е, доп. и перераб. — Л.: Машиностроение, 1975. — 312 с.
3. Зарубин И. А. Возможности малогабаритного спектрометра «Колибри-2» в атомно-эмиссионном спектральном анализе / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2017. Т. 83. № 1. Ч. II. С. 114 – 117.
4. Панкратов С. В., Лабусов В. А., Неклюдов О. А., Ващенко П. В. Автоматическая градуировка спектрометров с анализаторами МАЭС по длинам волн (профилирование) / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2015. Т. 81. № 1. Ч. II. С. 128 – 134.

5. Furman Sh. A., Tikhonravov A. V. Basics of optics of multilayer systems. — Gif-sur-Yvette: Editions Frontiers, 1992. — 242 p.
6. Лабусов В. А., Семенов З. В., Зарубин И. А. и др. Система спектрального контроля нанесения многослойных диэлектрических покрытий / Измерительная техника. 2013. № 12. С. 11 – 14.

REFERENCES

1. Zarubin I. A., Garanin V. G., Labusov V. A. Primenenie malogabaritnogo spektrometra «Kolibri-2» v atomno-émisionnom 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].
2. Peisakhson I. V. Optika spektral'nykh priborov [Optics of spectral instruments]. 2nd Edition. — Leningrad: Mashinostroenie, 1975. — 312 p. [in Russian].
3. Zarubin I. A. Vozmozhnosti malogabaritnogo spektrometra «Kolibri-2» v atomno-émisionnom spektral'nom analize [Capabilities of a Kolibri-2 compact spectrometer in atomic emission spectral analysis] / Zavod. Labor. Diagn. Mater. 2017. Vol. 83. N 1. Part. II. P. 114 – 117 [in Russian].
4. Pankratov S. V., Labusov V. A., Neklyudov O. A., Vashchenko P. V. Avtomaticheskaya graduirovka spektrometrov s analizatorami MAÉS po dlinam voln (profilirovanie) [Automatic wavelength calibration of the spectrometers with MAES analyzers (profiling)] / Zavod. Labor. Diagn. Mater. 2017. Vol. 83. N 1. Part II [in Russian].
5. Furman Sh. A., Tikhonravov A. V. Basics of optics of multilayer systems. — Gif-sur-Yvette: Editions Frontiers, 1992. — 242 p.
6. Labusov V. A., Semenov Z. V., Zarubin I. A. i dr. Sistema spektral'nogo kontrolya nanoseniya mnogoslnoykh diélektricheskikh pokrytii [A system for the spectral monitoring system of the deposition of multilayer dielectric coatings] / Izmerit. Tekhn. 2013. N 12. P. 11 – 14 [in Russian].

УДК 543.423

ОДНОЛИНЗОВАЯ СИСТЕМА ОСВЕЩЕНИЯ ВХОДНОЙ ЩЕЛИ ВАКУУМНОГО СПЕКТРОМЕТРА «ГРАНД-ЭКСПЕРТ»

© Д. Н. Бокк^{1,2}, В. А. Лабусов^{1,2,3}, И. А. Зарубин^{1,2,3}, В. Г. Гаранин^{2,4}

Статья поступила 4 октября 2016 г.

Рассмотрены преимущества применения однолинзовой системы освещения входной щели в вакуумном спектрометре «Гранд-Эксперт» по сравнению с трехлинзовой. Показано, что для выбора аналитического промежутка можно использовать диафрагму, расположенную в искровом штативе, продуваемом аргоном. Экспериментальным путем определен рабочий диапазон давления остаточных газов в вакуумном корпусе прибора. Показана возможность расширения рабочего спектрального диапазона спектрометра «Гранд-Эксперт» в область вакуумного ультрафиолета до 130 нм.

Ключевые слова: атомно-эмиссионный спектральный анализ; анализ сталей и сплавов; анализатор МАЭС; спектрометр «Гранд-Эксперт».

Экспрессное определение состава металлов и сплавов на каждой стадии их производства является важным элементом системы контроля качества продукции

предприятия. Часто решение о соответствии сплава производственным требованиям должно быть принято в течение 3 – 5 мин, а задержки ведут к финансовым потерям.

Вакуумный спектрометр «Гранд-Эксперт» позволяет выполнять элементный анализ сплавов на основе железа (сталей и чугунов), алюминия и меди (бронзы и латуни) [1]; специальных сплавов на основе титана, алюминия и магния [2]; и сплавов на основе других

¹ Институт автоматики и электрометрии СО РАН, г. Новосибирск, Россия; e-mail: bokk@vmk.iae.nsk.su

² ООО «ВМК-Оптоэлектроника», г. Новосибирск, Россия.

³ Новосибирский государственный технический университет, г. Новосибирск, Россия.

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

металлов. В спектрометре «Гранд-Эксперт» излучение регистрирует многоканальный анализатор эмиссионных спектров МАЭС на основе гибридных сборок линеек фотодиодов. Основу спектрометра составляют два полихроматора, построенные по схеме Пашена – Рунге: вакуумированный полихроматор высокого разрешения (0,4 нм/мм) с рабочим диапазоном длин волн 169 – 350 нм и воздушный полихроматор среднего разрешения (1,1 нм/мм) с диапазоном 350 – 700 нм [3]. Атомно-эмиссионные спектры металлических проб возбуждают с помощью генератора «Шаровая Молния-250» в атмосфере аргона высокой чистоты в искровом штативе, установленном на входе вакуумного полихроматора.

Ранее для ввода излучения в вакуумный полихроматор применяли трехлинзовую оптическую систему без антивибрирующей линзы. Такая система обладала рядом недостатков. Во-первых, в силу хроматических aberrаций эффективность ввода излучения в спектрометр существенно зависела от длины волны этого излучения. Так, в центре диапазона (270 нм) эффективность системы была максимальной, а по краям (169 и 350 нм) — минимальной. При этом не только уменьшались интенсивности спектральных линий на краях диапазона, но и увеличивался разброс интенсивностей линии от разряда к разряду, обусловленный смещением искрового разряда в плоскости, перпендикулярной оптической оси прибора. Во-вторых, по сравнению с однолинзовой светосилой трехлинзовой системы в коротковолновой области спектра ниже из-за поглощения тремя элементами системы: защитным стеклом, установленным в искровом штативе, и двумя конденсорами. Элементы были выполнены из кварцевого оптического стекла марки КУ-1. Наконец, за счет полимеризации остаточных молекул органических веществ на поверхности линз в вакуумном корпусе под действием ультрафиолетового излучения образуется пленка, которая поглощает коротковолновое излучение, из-за чего необходимо периодически чистить эти линзы. Благодаря применению в спектрометре «Гранд-Эксперт» безмасляного спирального насоса и другим конструктивным решениям период между чистками линзы составляет 3 месяца интенсивной эксплуатации прибора на производстве (около 4000 измерений). Однако сама процедура очистки с трехлинзовой системой была сложной, трудоемкой и занимала полдня работы квалифицированного специалиста, так как требовала вскрытия вакуумного корпуса спектрометра. Из-за этих проблем было решено заменить осветительную систему спектрометра на однолинзовую.

Настоящая работа посвящена выбору и применению однолинзовой системы освещения входной щели вакуумного полихроматора спектрометра «Гранд-Эксперт» в целях повышения светосилы в коротковолновой области спектра, снижения влияния хроматических aberrаций и пространственного перемещения

источника излучения, а также упрощения технического обслуживания прибора.

Однолинзовая система освещения входной щели. Из литературных данных (например, [4]) известно два основных вида однолинзовой системы: с фокусировкой на входной щели и перед входной щелью. Однако оба эти варианта не обеспечивают достаточной светосилы прибора. В случае фокусировки на входной щели излучение от разрядов, которые локализованы на оптической оси прибора, передается с максимальной эффективностью, но излучение разрядов, отклонившихся от оптической оси, практически не попадает в спектрометр. За счет этого снижаются интенсивности спектральных линий в интегральном спектре и увеличивается разброс интенсивностей линии в спектрах отдельных искр. Хроматическая aberrация также негативно влияет на свойства системы. Второй вариант, с фокусировкой перед входной щелью, сглаживает различие в интенсивности линий при разных положениях искрового разряда, но тоже не обеспечивает достаточной светосилы прибора. Эффективность передачи излучения источника через входную щель оказывается сниженной из-за увеличения размера светового пятна в плоскости щели и распространения излучения под большими, чем в приведенных выше случаях, углами к оптической оси.

С помощью моделирования в программе «Zemax» была рассчитана однолинзовая система с фокусировкой в промежутке между дифракционной решеткой и входной щелью спектрометра. Такой конденсор обладает наилучшими характеристиками по сравнению с другими перечисленными системами. Благодаря увеличенному фокусному расстоянию конденсора и тому, что излучение в окрестности входной щели распространяется практически параллельно оптической оси прибора, значительно снижается влияние хроматической aberrации и смещения искрового разряда вдоль поверхности пробы на интенсивности регистрируемых спектральных линий. Конденсор был изготовлен из фторида магния, который пропускает излучение в диапазоне вакуумного ультрафиолета лучше других материалов. В результате интенсивности спектральных линий в длинноволновой области остались на том же уровне, что и в случае трехлинзовой осветительной системы, а в области вакуумного ультрафиолета возросли примерно в три раза.

Применение в системе освещения входной щели одной линзы позволило использовать ее в качестве входного окна вакуумного спектрометра, которое разделяет аргон искрового штатива при атмосферном давлении и вакуум спектрометра, а также дало возможность реализовать специальное устройство для оперативной чистки линзы. Устройство позволяет извлечь линзу без разъюстировки системы освещения входной щели, не вскрывая вакуумный корпус и сохраняя рабочий уровень давления внутри него. Благодаря этому процедура очистки линзы стала значи-

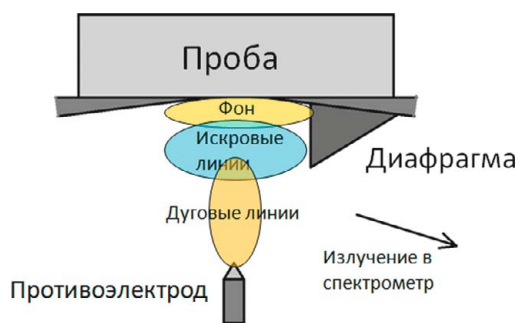


Рис. 1. Распределение излучения в искровом разряде

тельно проще: она занимает несколько минут и может быть выполнена лаборантом.

Выбор аналитического промежутка с однолинзовой осветительной системой. Чаще всего в качестве аналитических для определения элементов используют дуговые (атомные) линии. В то же время искровые (ионные) линии накладываются на аналитические дуговые линии, что негативно сказывается на пределах обнаружения и погрешностях определения элементов, особенно это заметно при определении малых концентраций примесных элементов.

Излучение в искровом источнике распределено в соответствии с рис. 1. Разогретая поверхность пробы дает тепловое излучение с непрерывным спектром. Излучение искровых линий формируется в наиболее горячей области плазменного канала, ближе к поверхности пробы, а излучение дуговых линий распределено вдоль всего искрового промежутка. Поэтому при использовании трехлинзовой осветительной системы излучение от части разряда рядом с пробой обрезается диафрагмой, расположенной в плоскости второго конденсатора [5], где формируется промежуточное изображение источника. В результате этого отношение интенсивностей дуговых искровых линий существенно возрастает. Чтобы снизить интенсивность искровых линий с однолинзовой осветительной системой, было решено установить диафрагму в искровом штативе (рис. 1), в непосредственной близости от источника излучения.

Было выдвинуто предположение, что для разных металлов и разных режимов работы искрового генератора распределение излучения ионных и атомарных линий в источнике может различаться. Это значит, что оптимальная высота диафрагмы для анализа образцов с разными матрицами будет разной. Чтобы изучить распределение излучения искровых и дуговых линий в искровом источнике для проб с разными матрицами и определить оптимальную высоту диафрагмы для каждого из металлов, в искровой штатив, продуваемый аргоном, была установлена латунная упругая пластинка, которая играла роль диафрагмы. Отклонение пластинки от крышки штатива, т.е. высоту диафрагмы, плавно регулировали с помощью винта. В ходе эксперимента спектры образца регистрировали при поша-

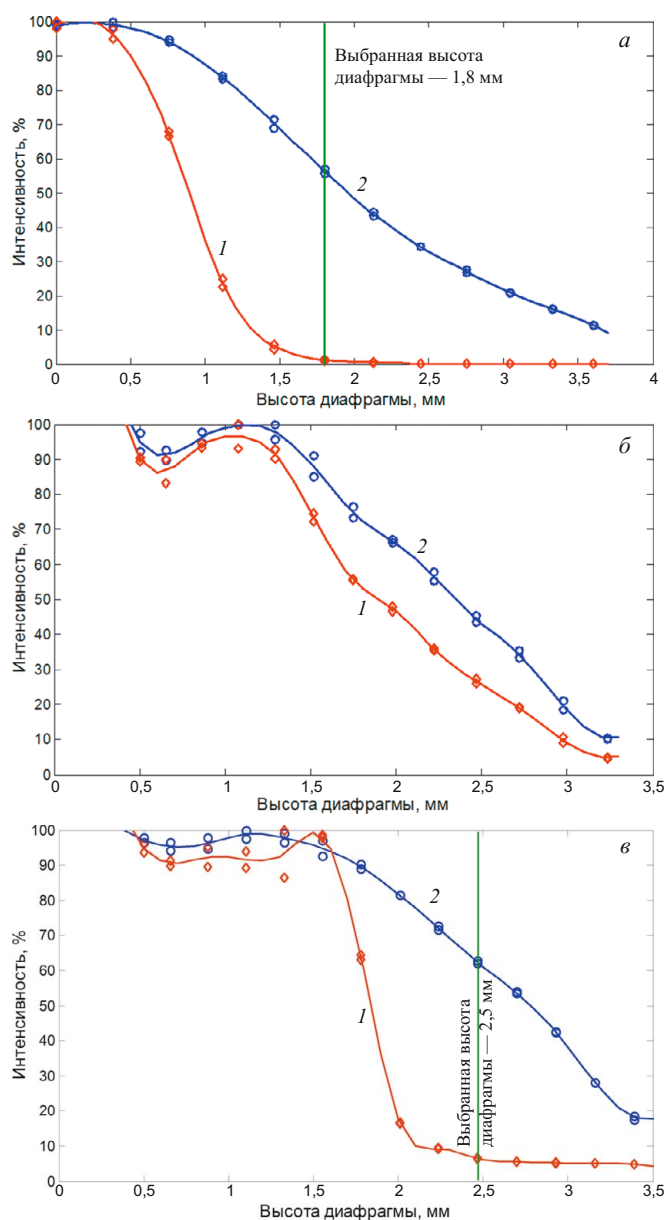


Рис. 2. Зависимости интенсивностей искровой (1) и дуговой (2) линий от высоты диафрагмы: а — Fe II 199,1 нм и Fe I 205,1 нм в спектре образцы стали марки 45; б — Al II 207,4 нм и Al I 231,4 нм в спектре образца чистого алюминия (99,9 %); в — Cu II 186,7 нм и Cu I 312 нм в спектре образца чистой меди (99,9 %)

говом изменении высоты диафрагмы, установленной в искровом штативе.

На рис. 2 приведены типовые зависимости интенсивностей искровых и дуговых линий от высоты диафрагмы в спектрах сплавов на основе железа, алюминия и меди. Из приведенных графиков видно, что интенсивности искровых линий убывают с увеличением высоты диафрагмы быстрее, чем интенсивности дуговых. При этом характер соотношения интенсивностей линий меняется в зависимости от основы пробы. Так, интенсивности дуговых и искровых линий для медного образца убывают медленнее, чем для стального. В случае алюминиевого образца интенсивности ис-

кровых линий убывают недостаточно быстро, что делает нецелесообразным применение диафрагмы при анализе сплавов на основе алюминия. Выбор рабочей высоты диафрагмы для определенной основы пробы продиктован компромиссом между наилучшим отношением интенсивностей дуговых и искровых линий и уровнем интенсивности дуговых линий. При чрезмерном увеличении высоты диафрагмы интенсивности дуговых линий могут существенно снизиться, что приведет к повышению пределов обнаружения элементов, хотя отношение интенсивностей дуговых/искровых линий в этом случае может быть выше.

В ходе эксперимента было доказано предположение о том, что распределение излучения ионных и атомных линий в источнике меняется в зависимости от основы пробы. Исследованные основы пробы можно условно разделить на три группы. К первой группе относятся металлы, в спектрах которых интенсивности искровых линий убывают с увеличением высоты диафрагмы не намного быстрее, чем интенсивности дуговых (нет пользы от применения диафрагмы), такие как алюминий, олово, свинец, цинк и магний. Ко второй группе относятся металлы, в спектрах которых интенсивности искровых и дуговых линий убывают быстро с увеличением высоты диафрагмы (оптимальная высота диафрагмы — 1,6 – 1,8 мм), такие как железо, никель, титан. К третьей группе относятся металлы, в спектрах которых интенсивности искровых и дуговых линий медленно убывают с увеличением высоты диафрагмы (оптимальная высота диафрагмы — 2,3 – 2,5 мм), такие как медь и серебро.

Эксперимент показал, что диафрагма, установленная в непосредственной близости от источника излучения, по эффективности подавления искровых линий не уступает диафрагме, установленной в плоскости формирования промежуточного изображения источника в трехлинзовой осветительной системе.

Влияние давления остаточных газов в вакуумном корпусе на результаты анализа. Количество остаточных газов в вакуумном корпусе прибора влияет на регистрируемые интенсивности спектральных линий в области вакуумного ультрафиолета, поэтому важно поддерживать определенный уровень давления в корпусе во время проведения анализа. Чтобы определить достаточный для достижения необходимых значений интенсивностей линий уровень давления и допустимый диапазон изменения этого уровня, было предложено измерить пропускание остаточных газов в области вакуумного ультрафиолета в зависимости от давления в корпусе прибора.

Эксперимент проводили следующим образом. Вместо искрового штатива была установлена дейтериевая лампа, промежуток между лампой и конденсором спектрометра, по которому проходит вакуумирование, продували аргоном. В процессе откачки воздуха из вакуумного корпуса от атмосферного давления до 2 Па регистрировали спектры лампы, которые

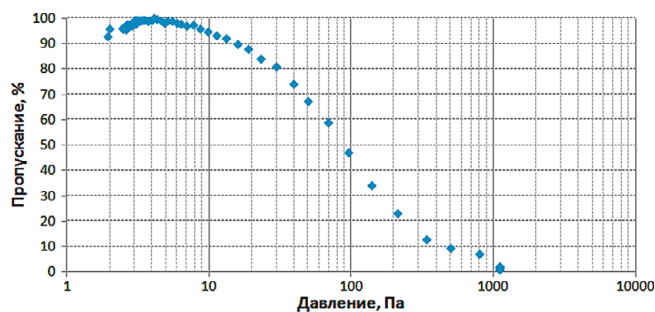


Рис. 3. Зависимость пропускания остаточных газов в корпусе спектрометра от давления на длине волны 170 нм

затем сравнивали с максимально ярким из полученных таким образом спектров.

Чем короче длина волны излучения, тем сильнее влияет давление остаточных газов на пропускание этого излучения. На рис. 3 приведена зависимость пропускания остаточных газов в корпусе спектрометра от давления на длине волны 170 нм, т.е. на коротковолновом краю рабочего спектрального диапазона прибора. Из графика видно, что при давлении ниже 5 – 6 Па пропускание выходит на плато. Загиб при давлении 2 – 3 Па обусловлен изменением состава остаточной атмосферы в корпусе прибора. Стоит учитывать, что эксперимент проводили непосредственно во время откачки, начиная с атмосферного давления. Со временем состав остаточной атмосферы стабилизируется, и изменение давления на 1 – 2 Па не будет приводить к заметному изменению пропускания.

Из приведенных данных можно сделать вывод, что для обеспечения стабильной и достаточной интенсивности спектральных линий в области вакуумного ультрафиолета необходимо поддерживать давление в корпусе на уровне не выше 5 Па. Изменение давления в диапазоне от 2 до 5 Па приемлемо во время проведения измерений.

Расширение рабочего спектрального диапазона прибора в область вакуумного ультрафиолета. Оптические элементы, изготовленные из кварцевого стекла марки КУ-1, поглощают излучение на длинах волн ниже 170 нм. Снижение количества поглощающих элементов в конструкции прибора и применение фторида магния для изготовления конденсора позволило существенно расширить рабочий спектральный диапазон прибора. После проведенных усовершенствований были зарегистрированы спектральные линии в диапазоне от 130 нм (рис. 4, а), в том числе линии кислорода (см. рис. 4, б) и азота (см. рис. 4, в). Эти элементы можно определять при наличии стандартных образцов и дополнительном контроле чистоты аргона в штативе.

Таким образом, однолинзовая система освещения входной щели с фокусировкой в промежутке между входной щелью и дифракционной решеткой позволяет в 3 раза увеличить интенсивности спектральных линий в области вакуумного ультрафиолета по срав-

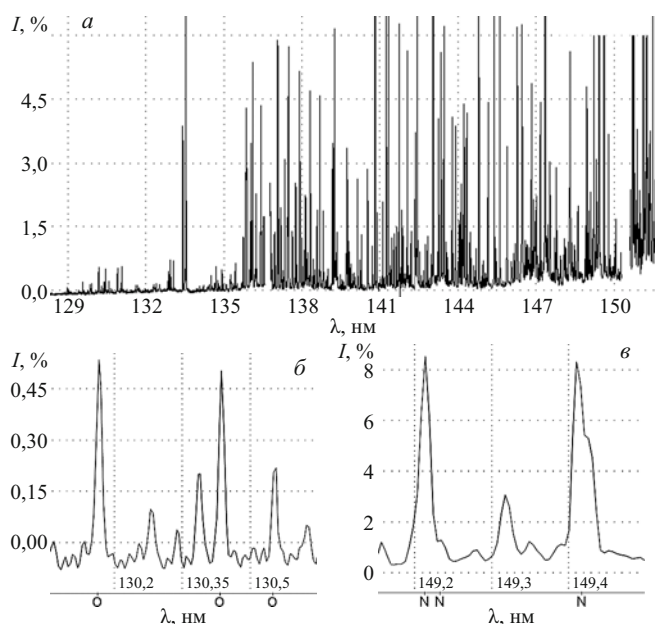


Рис. 4. Спектр стали марки 45 в области вакуумного ультрафиолета (а), спектральные линии кислорода (б) и азота (в)

нению с трехлинзовой системой, снизить влияние хроматических aberrаций и перемещения искрового разряда в перпендикулярном к оптической оси направлении. Выбор аналитического промежутка осуществляется с помощью диафрагмы, установленной в продуваемом аргоном искровом штативе. Применение однолинзовой системы позволило расширить рабочий спектральный диапазон спектрометра «Гранд-Эксперт» в область вакуумного ультрафиолета до 130 нм, а также реализовать устройство для оперативной чистки линзы. Экспериментально определено, что для стабильной работы прибора давление остаточных газов в вакуумном корпусе не должно превышать 5 Па.

ЛИТЕРАТУРА

1. Гаранин В. Г., Зарубин И. А., Лабусов В. А. и др. Определение состава металлов и сплавов на вакуумном атомно-эмиссионном спектрометре «Гранд-Эксперт» / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2012. Т. 78. № 1. Ч. II. С. 115 – 123.
2. Гаранин В. Г. Применение спектрометра «Гранд-Эксперт» для определения состава металлов и сплавов на основе магния, титана и алюминия / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2015. Т. 81. № 1. Ч. II. С. 79 – 88.
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. Зайдель А. Н., Островская Г. В., Островский Ю. И. Техника и практика спектроскопии. — М.: Наука, 1972. — 376 с.
5. 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.

REFERENCES

1. Garanin V. G., Zarubin I. A., Labusov V. A., et al. Opredelenie sostava metallov i splovov na vakuumnom atomno-émisionnom spektrometre «Grand-Ékspert» [Determination of metals and alloys in vacuum atomic emission spectrometer “Grand Expert”] / Zavod. Labor. Diagn. Mater. 2012. Vol. 78. N 1. Part II. P. 115 – 123 [in Russian].
2. Garanin V. G. Primenenie spektrometra «Grand-Ékspert» dlya opredeleniya sostava metallov i splovov na osnove magniya, titana i alyuminiya [Application of a «Grand-Ékspert» spectrometer to analysis of metals and alloys of magnesium, titanium and aluminum used in aerospace production] / Zavod. Labor. Diagn. Mater. 2015. Vol. 81. N 1. Part II. P. 79 – 88 [in Russian].
3. Labusov V. A., Put'makov A. N., Zarubin I. A., Garanin V. G. Novye mnogokanal'nye opticheskie spektrometry na osnove analizatorov MAÉS [New multichannel optical spectrometers based on MAES analyzers] / Zavod. Labor. Diagn. Mater. 2012. Vol. 78. N 1. Part II. P. 7 – 13 [in Russian].
4. Zaidel' A. N., Ostrovskaya G. V., Ostrovskii Yu. I. Tekhnika i praktika spektroskopii [Technique and practice of spectroscopy]. — Moscow: Nauka, 1972. — 376 p. [in Russian].
5. Zarubin I. A., Labusov V. A., Bokk D. N. Optimal'naya sistema osvesheniya vkhodnoi shcheli mnogokanal'nykh spektrometrov «Grand» i «Ékspress» [Optimum system for illuminating the entrance slit of Grand and Ékspress multichannel spectrometers] / Zavod. Labor. Diagn. Mater. 2015. Vol. 81. N 1. Part II. P. 114 – 116 [in Russian].