

## **ПРИБОРНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ В СПЕКТРАЛЬНОМ АНАЛИЗЕ**

### **АВТОМАТИЗИРОВАННЫЕ СПЕКТРОАНАЛИТИЧЕСКИЕ ПРИБОРЫ КАЗАНСКИХ ОПТИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ ПРЕДПРИЯТИЙ**

*К.Ю.Нагулин, А.Р.Шмидт\**

*Казанский государственный университет, физический факультет  
420008, Казань, Кремлевская, 18  
Konstantin.Nagulin@ksu.ru*

*\*ООО «Графитур»  
420075, Казань, Магистральная, 35*

Современный этап в развитии спектрального приборостроения характеризуется расширением круга решаемых спектрально-аналитических задач, связанных с различными отраслями науки и техники. Среди физических методов анализа наиболее широкое применение нашла атомно-эмиссионная спектрометрия, отличающаяся многоэлементностью, быстротой и дешевизной анализа, возможностью работы с пробами в различном агрегатном состоянии. Идеология создания аппаратуры, принципы ее построения, методическое и программное обеспечение направлены на максимальное удовлетворение требований проведения массовых рутинных анализов.

В настоящее время ряд казанских оптико-механических предприятий разрабатывает и выпускает несколько модификаций автоматизированных атомно-эмиссионных полихроматоров типа ДФС-458 с ФЭП-454 (НПО «Казанский оптико-механический завод»), ДФС-461 (Центральное конструкторское бюро «Фотон») и ДФС-462 (НПО «Сеталл»). В зависимости от решаемых аналитических задач в качестве источника возбуждения спектра используются дуга, низковольтная искра, разряд в индуктивно-связанной плазме или излучение твердотельного импульсного лазера.

Поиск оптимальных решений по улучшению аналитических характеристик приборов ведется по нескольким направлениям:


- тщательное исправление аберраций за счет использования неклассических оптических элементов и асферических поверхностей;

- получение высокого качества изображения спектральных линий при большой физической светосиле прибора;
- применение регистрирующих систем на основе позиционно-чувствительных приемников излучения с одновременным охватом широкой спектральной области без пропуска информации на стыках фотодетекторов.

Помимо вышеперечисленных приборов, спектрофотометрия представлена тремя моделями атомно-абсорбционных спектрофотометров: СА-10, СА-13 (НПО «КОМЗ»), СА-12 (ЦКБ «Фотон») и многоканальным спектрофотометром для видимой и ближней ИК области спектра САТ-1100 (ООО «Ра-Сан»). Последний, в зависимости от аналитической программы, используется для измерения октанового числа бензинов, либо для определения процентного содержания спирта в прозрачной и цветной алкогольной продукции.

В докладе также рассматриваются проблемы наиболее экономичной модернизации находящихся в эксплуатации спектрофотометров разных типов путем оснащения их приставками для фотоэлектрической регистрации спектра.

Анализируются возможности и пути совершенствования программных продуктов эмиссионных и атомно-абсорбционных спектральных приборов. Обсуждается вопрос о целесообразности перехода в вакуумную ультрафиолетовую область спектра, с целью улучшения аналитических характеристик эмиссионных спектральных приборов.



## **АНАЛИЗАТОРЫ СЕРИИ «МЕТАВАК» В УРАЛЬСКОМ РЕГИОНЕ**

*П.К.Спицын, В.В.Стрелков\*, В.И.Карелин\*, Е.В.Поляков\*\*, В.Т.Суриков\*\*,  
Н.П.Спицына\*\*, З.Н.Сажина\*\*\*, Г.С.Пушмелева\*\*\*\**

*ОАО «Уралредмет»*

*Верхняя Пышма Свердловской обл., Петрова, 59*

*urmet@vpcit.ru*

*\*НПП «МЕТ\*ВАК»*

*Ижевск, Барышникова, 53*

*\*\*Институт химии твердого тела УрО РАН*

*Екатеринбург, Первомайская, 91*

*\*\*\*Верхнесалдинское металлургическое производственное  
объединение*

*Верхняя Салда Свердловской обл.*

*\*\*\*\*ОАО «Гидромаш»*

*Сысерть Свердловской обл.*

Определение газовых и газообразующих примесей (С, S, O<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>) в металлах, сплавах проводится в основном на установках зарубежного производства фирм LECO (США) и ELTRA (Германия). Приборы последней фирмы появились на рынке сравнительно недавно, но уже успели завоевать популярность в аналитических лабораториях. Возможности приборов обеих фирм примерно одинаковые, но стоимость производства фирмы ELTRA существенно ниже, что является немаловажным фактором при их приобретении. Из отечественных разработок, в которых используется принцип анализа как и в приборах указанных фирм, следует сказать о приборах серии «МЕТАВАК» производства НПП «МЕТ\*ВАК», г.Ижевск, а именно, «МЕТАВАК-CS» - определение С и S, «МЕТАВАК-K» (O<sub>2</sub>), «МЕТАВАК-AK» - последовательный анализ O<sub>2</sub> и N<sub>2</sub>, «МЕТАВАК-H» (определение водорода). К настоящему времени в Уральском регионе эксплуатируются все приборы серии «МЕТАВАК» для определения С, S, O<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>.

Первый прибор под названием «ИЖСТАЛЬ» был внедрен в 1982 году в институте химии твердого тела Уральского отделения Академии наук. Прибор используется для определения азота в различных соединениях, синтезируемых в лабораториях Академии, а именно: керамических материалах, твердых сплавах на основе вольфрама, карбидах, нитридах, карбонитридах и т.д. Прибор функционирует и в настоящее время, но физические его возможности уже исчерпаны.

В 1997 году на Верхнесалдинском объединении внедрен

прибор «МЕТАВАК-А» для определения азота в ферротитане и различных лигатурах. Прибор работает в круглосуточном режиме. Ежегодно анализу подвергается до 20 тысяч проб, диапазон определения от 0,01 % до 1,0 ас. %. Градуировка прибора проводится по государственным стандартным образцам ФТи-70С и ВТ5-1 и стандартному образцу предприятия. Предприятие прорабатывает вопрос о закупке анализатора нового поколения этой же фирмы.

В 2000 году на ОАО «Уралредмет» внедрены анализаторы «МЕТАВАК-АК» (последовательный анализ  $N_2$  и  $O_2$ ) и «МЕТАВАК-К» (определение  $O_2$ ). Проводятся массовые анализы проб (до 5 тысяч в год) ванадиевых и молибденовых лигатур, а также ванадия электролитического и электроннолучевого переплава. Уровень определений от  $n \cdot 10^{-3}$  до  $n \cdot 10^{-1}$  мас. %. Особо жесткие требования по кислороду и азоту выставляют «Заказчики» к ванадию электроннолучевого переплава и в этой ситуации задействованные приборы играют весьма положительную роль. В конце года на предприятии внедрен анализатор «МЕТАВАК-С» для определения углерода и серы. Проведены сопоставительные анализы ряда объектов с использованием указанного прибора и на приборе «СS-800» ф. «ELTRA». Результаты положительные. В 2003 году на предприятии поставлен анализатор «МЕТАВАК-Н» для определения водорода. Проводятся его испытания, обучение сотрудников и разработка методических подходов для анализа материалов предприятия.

В начале 2003 года в институте химии твердого тела УрО РАН запущены в эксплуатацию анализаторы «МЕТАВАК-АК» (последовательный анализ  $N_2$  и  $O_2$ ) и «МЕТАВАК-С» (одновременное определение С и S). Проводится освоение приборов и адаптация их для определения кислорода, азота, углерода и серы в различных, исследуемых в Академии, соединениях.

В начале 2003 года на заводе «Гидромаш» (г.Сысерть) запущен в эксплуатацию анализатор «МЕТАВАК-С» для определения углерода и серы в ферротитане и чугунах.

Указанные выше приборы имеют соответствующие сертификаты Госстандарта России, зарегистрированы в Государственном реестре средств измерений и допущены к применению в Российской Федерации.

## **АНАЛИТИЧЕСКИЕ ВОЗМОЖНОСТИ УНИВЕРСАЛЬНОГО АТОМНО-АБСОРБЦИОННОГО СПЕКТРОМЕТРА С ЗЕЕМАНОВСКОЙ КОРРЕКЦИЕЙ ФОНА МГА-915**

*Н.Б.Иваненко, А.А.Иваненко, Е.М.Яковлева, В.С.Вергизова, Е.Б.Носова*

В настоящее время современные универсальные аналитические системы должны удовлетворять следующим очевидным требованиям. Они должны обеспечивать низкие пределы обнаружения, высокую селективность, высокую чувствительность, широкий спектр анализируемых элементов, широкий круг анализируемых объектов, возможность автоматического ввода пробы. Кроме того, желательно, чтобы анализ даже сложных объектов проводился в отсутствие или с минимальной пробоподготовкой. Всем этим требованиям удовлетворяет высокоэффективная разновидность атомно-абсорбционной спектроскопии с электротермической атомизацией - Зеemannовская модуляционная поляризационная спектроскопия (ЗМПС). На основе этого метода в НПФ «Люмэкс» разработан атомно-абсорбционный спектрометр с электротермической атомизацией МГА-915. Доклад посвящен аналитическим возможностям этого универсального анализатора. Подробно освещаются следующие моменты:

- снижение пределов обнаружения и расширение динамического диапазона определяемых концентраций широкого ряда элементов, благодаря использованию высокоинтенсивных безэлектродных высокочастотных источников излучения, в качестве альтернативы традиционным источникам с полым катодом;
- прямой анализ металлов в различных жидких средах – природной и сточной воде, крови, моче, молоке, винно-водочной продукции;
- принцип действия и аналитические возможности ртутно-гидридной приставки, расширяющей возможности анализатора при определении низких содержаний элементов, склонных к образованию легколетучих гидридов и ртути;
- принцип действия и аналитические возможности приставки электростатического осаждения, позволяющей напрямую анализировать металлы в аэрозольных частицах воздуха;
- исследование аналитических возможностей атомно-абсорбционного анализатора МГА-915 определения металлов в суспензиях.

## **АНАЛИТИЧЕСКОЕ ОБОРУДОВАНИЕ INTERTECH CORPORATION НА ПРЕДПРИЯТИЯХ УРАЛА**

*Ю.И. Попандопуло*

*Московское представительство Intertech Corporation (США)*

*119899, Москва, ГСП-3, В-234, Воробьевы горы,*

*МГУ им. М.В. Ломоносова, химический факультет*

*intmscw.msk@g23.relcom.ru*

INTERTECH Corporation - американская компания, специализирующаяся на поставках аналитических приборов, оборудования для экологического мониторинга, комплексном оснащении и строительстве лабораторий “под ключ” и оказании инжиниринговых услуг.

Основной объем поставляемого оборудования производится лидером мирового приборостроения – американской корпорацией “Thermo Electron”. Лабораторное, вспомогательное, технологическое оборудование, мебель, расходные материалы и все необходимое для реализации комплексного проекта производятся ведущими мировыми компаниями, эксклюзивно представленными в СНГ нашей фирмой.

В Уральском регионе Интертек интенсивно работает последние несколько лет. За это время налажены хорошие связи с многими предприятиями Урала, поставлено большое количество оборудования.

Среди пользователей нашего оборудования такие известные предприятия, как Уральский электрохимический комбинат (Новоуральск), Уральская горно-металлургическая компания (В. Пышма), Кировградский завод твердых сплавов, ОАО “Метафракс” (Пермская обл.), криминалистические лаборатории в различных областях Урала, Приборостроительный завод (Трехгорный, Челябинская обл.), Углекимический институт, завод ОЦМ, Институт водного хозяйства, УрГУ, УГТУ-УПИ (Екатеринбург), “Су-холожцемент”, НПП “Технология” (Челябинск), ПО “Маяк”, “Оренбурггазпром”, “Южуралникель” (Оренбургская обл.).

Указанные предприятия работают с такими нашими приборами, как спектрофотометры УФ-видимой области, ИК-спектрометры, рентгено-флуоресцентные спектрометры, дуговые эмиссионные спектрометры, атомно-абсорбционные спектрометры, ИСР-эмиссионные и ИСР-масс-спектрометры.

Мы обеспечиваем комплексное решение задач наших пользователей, поставляя не только чисто аналитическое, но и вспомогательное оборудование – установки очистки воды и кислот, оборудо-

дование для пробоподготовки (измельчение и фракционирование твердых проб, микроволновое автоклавное вскрытие), общелабораторное оборудование (посуда, весы, муфельные печи и т.д.).

## **АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЕ СПЕКТРОМЕТРЫ КОМПАНИИ THERMO ELECTRON**

*Ю.В.Зорин, А.С.Плинер  
Уральское представительство Intertech Corporation (США)  
620148, Екатеринбург, 8 Марта, 66, офис 45  
intertech@ural.org*

Невозможно найти отрасль народного хозяйства, где бы ни использовались атомно-абсорбционные спектрометры. Среди них химическая и нефтехимическая промышленность, производство керамики, полимерных материалов, лакокрасочная промышленность, производство резины и резинотехнических изделий, смазочных материалов, угольная промышленность, медицина, пищевая промышленность, криминалистика и многое другое.

В последние годы снова проявился значительный интерес аналитиков к атомно-абсорбционному анализу. Возможно, это связано с тем, что ведущие фирмы-производители предложили на рынок аналитического оборудования новые недорогие приборы с уникальными аналитическими характеристиками и аналитическими возможностями.

Одной из первых таких компаний стала компания Unicam (в настоящее время входящая в Thermo Elemental – подразделение концерна Thermo Electron) с атомно-абсорбционными приборами серий SOLAAR M и S.

Атомно-абсорбционный спектрометр SOLAAR M воплотил в себе все последние достижения в области аналитического приборостроения. Комбинация совершенных технологий атомно-абсорбционной спектрометрии и мощного пакета управляющих и обрабатывающих результаты анализа программ позволила создать, по мнению самых компетентных аналитиков, лучший на сегодняшний день инструмент для атомно-абсорбционной спектроскопии.

SOLAAR M – это дулучевой, полностью автоматический спектрометр с двумя фиксированными атомизаторами – пламя и графитовая печь. Построен на основе оптической схемы Эшелле с оптикой Стокдейла, полной термокомпенсацией и высокой

светосилой. Все оптические элементы имеют защитное кремниевое покрытие.

Прибор позволяет работать как с дейтериевым корректором фона «Quadline», так и Зеемановским, или с их комбинацией. Диапазон абсорбции от  $-0,150$  до  $3,000$  А. Оптический диапазон  $180-900$  нм, автоматическая установка длины волны, напряжения на фотоумножителе и полосы пропускания –  $0,2$ ;  $0,5$ ;  $1,0$  нм с дополнительной  $0,1$  нм для длин волн меньше  $400$  нм.

Прибор выпускается в пяти модификациях и может использоваться как в заводских лабораториях, так и в научно-исследовательских учреждениях.

SOLAAR S – упрощенный вариант М серии. Однако, несмотря на отсутствие некоторых возможностей (нет Зеемановской коррекции) обладает практически такими же аналитическими характеристиками. Эта очень надежная «рабочая лошадка», предназначенная специально для массовых рутинных анализов в условиях заводских или даже полевых лабораторий. Оптическая схема построена на основе монохроматора Эберта и оптики Стокдейла. Это тоже двулучевой прибор, коррекция фона – дейтериевая «Quadline». На эти инструменты также устанавливаются два атомизатора.

Приборы обеих серий комплектуются универсальной титановой горелкой, коррозионно-стойким Pt/Ir распылителем и инертной камерой распыления, пригодной для работы с любыми типами растворителей. Указанные приборы поставляются в различных модификациях и комплектуются разными дополнительными устройствами.

Очень показателен пример практического применения атомно-абсорбционного спектрометра SOLAAR M6 для контроля минеральных удобрений на белорусском комбинате «БелКалий». Требовалось определить содержание свинца, кадмия и цинка в образцах хлорида натрия различной чистоты.

Свинец и кадмий анализировались в графитовой печи методом стандартных добавок, коррекция фона – по эффекту Зеемана. При анализе кадмия использовалась аскорбиновая кислота в качестве модификатора. Цинк определялся в пламени воздух-ацетилен, расход ацетилена –  $1,2$  л/мин, калибровочный график строился по чистому стандартному одноэлементному раствору, коррекция фона – дейтериевая.



**Таблица 1**

Температурная программа для печного атомизатора при определении кадмия

Фаза	Температура, °С	Время, с	Скорость нагрева, °С/с	Расход газа, л/мин
Сушка	100	30,0	10	0,2
Озоление	400	20,0	150	0,2
Атомизация	700	3,0	0	0,0
Отжиг	2500	3,0	0	0,3

Примечание. Ввод пробы в кювету осуществлялся в режиме «Hot injection» при температуре 50 °С.

**Таблица 2**

Температурная программа для печного атомизатора при определении свинца

Фаза	Температура, °С	Время, с	Скорость нагрева, °С/с	Расход газа, л/мин
Сушка	100	30,0	10	0,2
Озоление	800	20,0	150	0,2
Атомизация	1900	3,0	0	0,0
Отжиг	2500	3,0	0	0,3

Примечание. Ввод пробы в кювету осуществлялся в режиме «Hot injection» при температуре 60 °С.

Полученные результаты представлены в следующей таблице.

**Таблица 3**

Результаты анализа трех образцов поваренной соли

Образец	Кадмий, мкг/л	Свинец, мкг/л	Цинк, мг/л
NaCl, особочистый	0,078	3,80	< 0,001
NaCl, пищевой	30,11	9,68	< 0,001
NaCl, технический	43,67	13,46	0,29

Как видно из приведенных данных предлагаемое оборудование позволяет легко и в максимальной степени оптимизировать условия анализа под решаемую задачу и конкретные нужды пользователей.

## **АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЙ КОМПЛЕКС «СПЕКТР-5-3»**

*Л.Ф. Прищепов, И.А. Земскова, В.А. Кривоzubов, Н.Е. Мальцев*  
ОАО «Союзцветметавтоматика»  
127238, Москва, Дмитровское шоссе, 75  
*spektr-5-3@mail.ru*

ОАО «Союзцветметавтоматика» с 1965 г. выпускает атомно-абсорбционные спектрометры серии «Спектр», постоянно совершенствуя их. Модель «Спектр-5-3» сочетает высокие аналитические характеристики, удобство, простоту и надежность в работе с невысокой ценой. Прибор идеально подходит для проведения сертификационных анализов и при проведении экологического мониторинга.

Проблема обеспечения экологической безопасности окружающей среды и продовольствия, ставшая злободневной в настоящее время, повлекла за собой необходимость разработки высокочувствительных, высокоточных и высокопроизводительных методов аналитического контроля. В этом аспекте атомно-абсорбционный спектральный анализ с атомизацией пробы в пламени (ААСАП) в силу своих очевидных достоинств занимает лидирующие позиции среди других методов элементного анализа. Простота аппаратного оформления и возможность автоматизации измерений и пробоподготовки позволяют использовать этот метод в любых лабораториях, делают его удобным сравнительным методом, например, в сочетании с инверсионной вольтамперометрией, фотоколориметрией, а также независимым методом рутинного анализа большого потока проб. Быстрота анализа позволяет измерять содержания в растворе металлических элементов  $10^{-4}$  -  $10^1$  мкг/см<sup>3</sup> за 1 - 3 минуты.

Широкие возможности увеличения чувствительности с помощью различных приёмов: применения проточной техники предконцентрирования; метода «холодного пара» с накоплением и без накопления анализируемого элемента на твёрдом коллекторе позволяют получить низкие пределы достоверно определяемых концентраций для токсичных металлов с низкими значениями ПДК.

Очень высокая селективность метода ААСАП обеспечивает при соблюдении несложных условий определение большинства металлических элементов при совместном присутствии в различных, в том числе сложных по ионному составу средах: сточных водах, озолятах пищевых проб и кормов, почвенных вытяжках

и т.д. К этому можно добавить возможность определения широкого спектра элементов с применением универсальных приёмов в большом диапазоне определяемых концентраций.

Все перечисленные возможности ААСАП успешно реализуются в приборах, выпускаемых в настоящее время российскими фирмами, в частности приборе «Спектр-5-3» производства «Союзцветметавтоматика». В этой модели атомно-абсорбционного спектрометра реализованы основные технические решения, необходимые для проведения рутинного определения микросодержаний металлов:

- автоматическая коррекция фона (неселективного ослабления света источника излучения), осуществляемая за счёт использования явления самообращения аналитической линии при двухимпульсном питании спектральной лампы с полым катодом;
- четырёхламповая турель, позволяющая экономить время оператора при проведении многоэлементного анализа объекта;
- четыре вида пламени (пропан-бутан/воздух, пропан-бутан/динитроксид азота, ацетилен/воздух, ацетилен/динитроксид азота), охватывающие весь температурный диапазон, требуемый для определения металлов с легко- и труднодиссоциирующими оксидами.
- возможность работы в режиме эмиссии, что очень удобно при определении щелочных и щёлочноземельных элементов;
- высоконадёжная газовая автоматика, обеспечивающая безопасную работу с пламенами, в том числе гашение их при возникновении нештатных ситуаций (падение давления горючего или окислителя, обесточивание силовой линии и др.);
- компьютерное управление, существенно повышающее удобство и производительность работы с прибором, точность и воспроизводимость результата анализа, позволяющее оперировать аналитической информацией, введённой в базу данных, что особенно удобно при разработке новых аналитических методик;
- возможность работы с приставками (ртутно-гидридной системой, проточно-инжекционным блоком), значительно расширяющими аналитические возможности прибора без снижения производительности рутинного анализа.

Измерительный комплекс «Спектр-5», включающий упомянутые приставки, широко применяется для оценки качества сточных, природных и питьевых вод (на предприятиях водоснабжения, в службах Санэпиднадзора, на предприятиях строительной индустрии, станциях химической защиты и т.д.), т.е. в тех случаях, когда необходимо определять низкие содержания (до  $10^{-3}$

мкг/см<sup>3</sup>) токсичных металлов. Накоплен большой опыт атомно-абсорбционных измерений содержания токсичных элементов в пище, пищевом сырье и кормах. ААС «Спектр-5-3» хорошо зарекомендовал себя также на металлургических предприятиях: горно-обогатительных комбинатах, на заводах по обработке цветных металлов, никелевых заводах, медеплавильных комбинатах, золотоизвлекательных фабриках и др. объектах (Челябинский электролитноцинковый завод, Гайский ГОК, Лебединский ГОК, Михайловский ГОК, Сухоложский завод вторичного сырья, Режский никелевый завод, Кировский завод ОЦМ, АО «Уралэлектромедь», ОАО «Соврудник», Артель старателей «Полюс», Артель старателей «Поиск», Артель старателей «Нииман» и др.).

На многих перечисленных предприятиях прибор ААС «Спектр-5-3» используется как в технологических (для оперативного контроля содержания легирующих компонентов в готовой продукции, определение металлов в сплавах сложного состава, в рудах, концентратах и т.п.), так и в экологических целях (для контроля содержания металлов в пробах природных и сточных вод, отвалов, хвостохранилищ, воздухе рабочей зоны и других объектах экологического контроля).

Прибор прошел Государственные испытания и включен в Государственный реестр средств измерений РФ.

В настоящее время более 450 спектрометров «Спектр-5-3» эксплуатируются на различных предприятиях Российской Федерации, ближнего и дальнего зарубежья.

Использование ААС «Спектр-5-3» позволило этим предприятиям снизить затраты при проведении аналитического контроля и повысить достоверность и воспроизводимость результатов анализа.

---

## **ГЛОБАЛЬНАЯ ОПТИМИЗАЦИЯ ПАРАМЕТРОВ ФОКУСИРУЮЩИХ ДИФРАКЦИОННЫХ РЕШЕТОК**

*Ю.В.Бажанов, Л.К.Тимергазеева  
ФНПЦ НПО ГИПО  
420075, Казань, Липатова, 2  
bazhanov@bancorp.ru*

В настоящей работе разработан аналитический метод расчёта, который позволяет найти глобальный минимум оценочных функций с последующим его уточнением с помощью численных

методов. В качестве оценочных функций используются известные критерии качества оптического изображения, а именно: усредненный по поверхности решётки квадрат поперечных аберраций и функция передачи модуляции оптической системой. Выражения этих функций получены с точностью до аберраций 3-го порядка включительно.

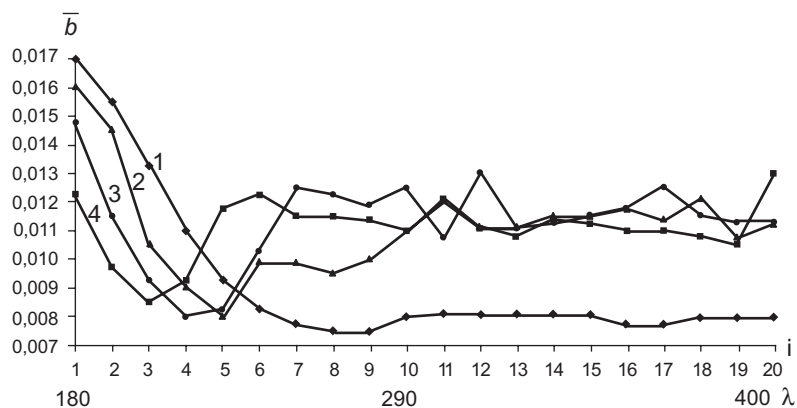
Для численной оптимизации используется прямой метод Хука-Дживса, при этом оптимизируется оценочная функция вида

$$Q = \frac{1}{m} \sum_i^m a_i \bar{b}_i^n ,$$

где  $\bar{b}_i$  - полуширина аппаратной функции для  $i$ -ой длины волны, а произвольные величины  $a_i$  и  $n$  являются весовыми коэффициентами, которые могут подбираться в зависимости от требований к разрешающей способности по спектру. Таким образом, оптимизация может вестись как по суммарной (средней) величине аппаратной функции, так и с помощью дополнительного задания весовых коэффициентов и показателя степени. Эти дополнения необходимы для корректировки процесса оптимизации в целях достижения конкретного результата.

В качестве примера взята оптическая схема спектрографа с постоянным углом падения равным  $30^\circ$  и с расстояниями от решётки до входной щели и до фокальной кривой для средней длины волны спектрального диапазона, равными 493,7 мм. В приборе использована нарезная вогнутая решётка с радиусом кривизны  $r = 500$  мм, размером заштрихованной части  $50 \times 50$  мм<sup>2</sup>, частотой штрихов  $2400$  мм<sup>-1</sup>, работающая в области длин волн  $180 \div 400$  нм. Ширина входной щели составляет 7,5 мкм.

Как видно из рисунка величина полуширины АФ при исходных параметрах решётки, полученных с помощью аналитических методов, практически равна ширине входной щели по всей спектральной области за исключением коротковолновой части спектра (кривая 1). После оптимизации среднего значения полуширины АФ ее величина в коротковолновой области несколько уменьшается, однако для остальных длин волн диапазона увеличивается (кривая 2). Введение показателя степени  $n = 15$  даёт некоторое уменьшение значений АФ для  $\lambda = 180$  нм (кривая 3). Лучшие результаты были достигнуты в случае  $n = 1$ , при выборе всех коэффициентов  $a_i = 1$ , за исключением  $a_1 = 100$  ( $\lambda = 180$  нм) (кривая 4). В результате  $\bar{b} \leq 0,012$  мм по всей рабочей области спектрографа.



Предлагаемый метод оптимизации параметров фокусирующих решёток реализован в виде программы для персонального компьютера. Оптимизация и вычисление аппаратной функции спектрального прибора по этой программе могут быть выполнены с учётом конечной высоты щели, формы заштрихованной поверхности, а также изменения дифракционной эффективности и освещённости по поверхности вогнутой решётки.

## ИСП МАСС-СПЕКТРОМЕТРЫ ELAN 9000, ELAN DRC-e и ELAN DRC II

П.В.Тимофеев

Представительство фирмы ПеркинЭлмер  
117334, Москва, Косыгина, 19  
peter\_v\_timofeev@eur.perkin-elmer.com

Если вам требуется надежный ИСП масс-спектрометр с бескомпромиссными характеристиками, обратите внимание на серию приборов **ELAN** от **PerkinElmer SCIEX**. Спектрометр 6-го поколения **ELAN 9000** содержит множество инноваций и является наиболее удобным и производительным. За полноту функций и эргономичный дизайн **ELAN** приобрел репутацию индустриального стандарта (Серебряный приз *IBO*, победы в номинациях *Scientific Computing and Instrumentation* и *MICRO Top 40 All-Star*).

Технология устранения масс-спектральных наложений в при-

боре **ELAN DRC** сделала его характеристики непревзойденными. Она получила название *Динамической Реакционной Системы* (ДРС). ELAN DRC завоевал **Золотой приз** на главной выставке аналитического оборудования **Pittcon'99**. Усовершенствование ДРС, названное технологией *Аксиального Поля*, реализовано в 2002 году в приборах **ELAN DRC II** и **ELAN DRC-e** (второе поколение ИСП-МС с ДРС). Теперь методология ДРС стала простой для самых трудных объектов (как клинические или геохимические образцы). На Pittcon'03 PerkinElmer признана ведущей приборостроительной фирмой 2003 года, в том числе и за успехи в ИСП-масс-спектрометрии и за ELAN DRC II.

**Перечисленные ниже особенности конструкции и характеристики всех масс-спектрометров** серии ELAN принципиально важны для надежного, быстрого и экономичного анализа сложных образцов:

- Новый интуитивный программный пакет ELAN (под русифицированной Windows XP) с мультимедийной обучающей и консультирующей системой реального времени PathFinder™. Встроенный мощный генератор форм отчетов (в том числе на русском). Простая интеграция в базы данных. Все для полной автоматизации анализа и настроек. Индустриальный стандарт ПО для ИСП-МС.

- Быстрые фиксирующие системы монтажа **распылительной камеры** (вне плазменной камеры), **разборной HF-стойкой горелки и конусов интерфейса**. На замену конусов - 30 с (юстировка X-Y-Z не требуется).

- В комплекты ELAN 9000 и DRC-e входит **HF-устойчивая система ввода** с поперечно-поточным распылителем с воспроизводимостью лучше 0,5 %. Стоимость эксплуатации **в 5-10 раз ниже**, чем у систем с распылителем Маинхарда.

- РЧ генератор на принципе **свободной генерации**. Всегда дает согласованную и стабильную систему «плазма-генератор» (не требуется подстройка генератора под разные типы образцов: концентрированные-бедные, органика-неорганика). Вариации мощности менее 0,1 % в диапазоне мощностей 600-1600 Вт. Генератор вообще не требует какой-либо настройки.

- PlasmaLok® **система генератор/интерфейс**. Стабильный интерфейс **с большим диаметром** (1,1 и 0,9 мм) входных отверстий конусов. Не нужен **экран для «холодной плазмы»**. Уровень  $\text{SeO}^+/\text{Se}^+ < 3\%$  с **неохлаждаемой** камерой (она проще). Стабильность на высокосолевых образцах. Меньше матричный эффект и дрейфы - меньше калибровок и профилактики.

- ShadowStop™ система задержки неионизованного вещества и фотонов. Это круглая металлическая пластинка в нужном месте. Теневой экран уменьшает и фон и дрейфы системы. Экран заземлен и (в отличие от ионных линз) не требует оптимизации.
- Однолинзовая система фокусировки AutoLens™. Фокусировка пучка ионов динамически устанавливается на оптимум для каждой массы и синхронизирована с системой детектирования (оптимизация чувствительности во время сканирования). Значительное ослабление матричного эффекта.
- SwiftMount™ быстрая фиксирующая система монтажа фокусирующей линзы и ShadowStop™. Заметно упрощает профилактику прибора при работе с концентрированными (геохимическими, клиническими и др.) образцами. На замену – 3 минуты.
- Керамический позолоченный квадруполь с термостабилизированной системой питания. Типичный дрейф шкалы масс в течении дня 0.01-0.03 а.е.м. (калибровка шкалы масс не требуется месяцами). Рабочие температуры в помещении 15-30 °С. Самое быстрое сканирование – 2400 а.е.м. в секунду. **Самый быстрый и точный** количественный анализ «на пике» и **лучшие пределы обнаружения (0,1-1 ppt** для большинства элементов при **времени интегрировании 3 с**). Любые режимы сканирования, **включая смешанные**. AutoRes™ **изменение разрешения масс-спектрометра “налету” (диапазон 0,3-3,0 а.е.м.)**. Нужное разрешение **для любых пиков** при сканировании улучшает нижние и верхние пределы измеряемых концентраций для сложных матриц.
- SimulScan™ - динамический диапазон измеряемых интенсивностей одновременно более 9-ти десятичных порядков с защитой системы регистрации от перегрузок. **Автоматический анализ неизвестных образцов**.
- Решение задачи **коррекции спектральных влияний и расчетов концентраций TotalQuant™**. Количественный автоматический анализ **неизвестных образцов**. Быстрый обзорный **анализ без калибровок**.
- Существенно усовершенствована вакуумная система – вместо двух турбонасосов установлена одна (сплит) турбонасосная система. **Два** форвакуумных насоса (что оптимально для ИСП-МС систем) почти бесшумны. Как и прежде насосы помещены внутри прибора и не требуют специального подключения. Теперь время откачки из холодного состояния 10-15 минут. Уровень вакуума лучше при большей надежности насосов.
- AutoStart™, AutoStop™, TubingSaver™. Эти функции позво-



ляют прогреть прибор до прихода оператора, промыть и выключить прибор после ухода оператора, сберечь расходные материалы.

- Простой доступ **ко всем** компонентам внутри масс-спектрометра (конусам, насосам, воздушным фильтрам, вакуумной камере, детектору, линзе, интерфейсному шлюзу). Не нужна помощь от фирмы-производителя и высокой квалификации при обслуживании, **только аккуратность**. В программном пакете имеются **мультимедийные руководства** по обслуживанию основных компонентов.

- Полный набор дополнительных систем ввода образцов, включая лазерные, ГХ/ЖХ/ИХ, проточно-инжекционные и т.д.

Уникальные особенности конструкции и характеристики масс-спектрометров ELAN DRC-e и DRC II с Динамической реакционной системой устранения молекулярного и изобарного фона:

- Патентованная технология ДРС устранения полиатомных и изобарных помех не только их убирает, но и подавляет нежелательные побочные реакции. Для “трудных” элементов (например, как Cr, As, Se, V) в сложных объектах определение на уровнях ppt (нг/л).

- Процесс **химического разрешения** в DRC использует ион-молекулярные реакции **с любыми** активными и инертными газами ( $\text{NH}_3$ ,  $\text{NO}_2$ ,  $\text{CH}_4$ ,  $\text{H}_2$ , Ne, ...). **На порядки** превосходит по избирательности технологии ССТ (гексаполи), ORS (октаполь).

- Динамическая фильтрация масс (DBT) **в квадруполе ДРС работает синхронно** с аналитическим квадруполем. **Уменьшает фон** (до <1 имп/сек) в стандартном режиме (без напуска газа в ДРС) и **убирает матричные и вторичные** помехи в режиме ДРС (с напуском газа).

- Axial Field™ технология дополнительного продольного “Аксиального” поля в квадрупольной системе ДРС сделала возможным применение ДРС для высокосолевых растворов (как морская вода, гальванические растворы и т.д.) и увеличила в 20 раз скорость анализа в ДРС режиме.

- Дополнительная столкновительная стабилизация пучка ионов в квадрупольной системе ДРС дает возможность изотопного состава с точностью лучше 0,05 отн. %. И, как следствие, особоточный анализ с внутренними стандартами и изотопным разбавлением.

- Всегда используется нормальная “горячая” плазма (но DRC может работать при 600-1600 ватт, т.е. и с “холодной плазмой”).

Быстрый анализ  $^{56}\text{Fe}$ ,  $^{40}\text{Ca}$ ,  $^{39}\text{K}$  на уровнях лучше 1 ppt (с использованием  $\text{NH}_3$ ). "Холодная плазма" (трудоемкий и сильно матрично-зависимый метод) для подавления помех от Ar **стала не нужна**.

- ShadowStop™ патентованная система задержки неионизованного вещества **оставляет систему ДРС постоянно чистой (ССТ и ORS системы требуют частой регламентной чистки и даже замены)**.

- Прибор работает и в **стандартном ИСП-МС и в ДРС режимах**. Время автоматического перехода из стандартного в ДРС режим и обратно - секунды. Часто применяются именно **смешанные методы**. Понижение фона выводит многие элементы на **0,01 ppt уровень пределов обнаружения в стандартном режиме**.

#### **Чем масс-спектрометр ELAN DRC II отличается от ELAN DRC-e?**

В DRC II встроенная система напуска  $\text{NH}_3$ , для DRC-e это опция.

В DRC II встроенная система натекания защитного аргона в турбомолекулярный насос, для DRC-e это опция.

В DRC II включены платиновые конуса и кварцевая сверхчистая циклонная распылительная камера, для DRC-e это опция.

#### **Чем масс-спектрометр ELAN DRC-e отличается от ELAN 9000?**

ELAN DRC-e имеет полноценную **квадрупольную** систему подавления фона и наложений (ДРС) и может на месте установки быть достроен до ELAN DRC II.

#### **В чем ELAN DRC превосходит системы высокого разрешения HR ICP-MS ?**

DRC устраняет наложения, включая  $^{40}\text{Ca}$  от  $^{40}\text{Ar}$ ,  $^{80}\text{Se}$  от  $^{40}\text{Ar}^{40}\text{Ar}$ ,  $^{87}\text{Sr}$  от  $^{87}\text{Rb}$ ,  $^{187}\text{Os}$  от  $^{187}\text{Re}$ ,  $^{204}\text{Pb}$  от  $^{204}\text{Hg}$ , чего не могут ИСП масс-спектрометры высокого разрешения (эквивалентное химическое разрешение DRC 150000-450000).

Химическое разрешение в DRC не подавляет чувствительности

У DRC изотопная чувствительность лучше более чем в 10 раз, что дает возможность измерения малых пиков вблизи матричных (у HR ICP-MS без квадрупольного фильтра целый ряд ограничений на пары элементов или изотопов).

Автоматическая разработка методов в DRC делает его простым для применений.

DRC шире по возможностям и при этом гораздо дешевле,

проще в эксплуатации по сравнению HR ICP-MS.

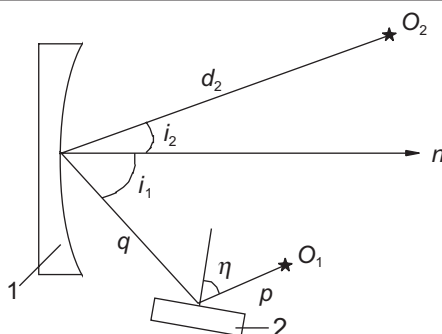
**Ко времени данной конференции** ПеркинЭлмер располагает самой большой базой установленных и функционирующих приборов (более 2000), в том числе более 300 (более 200 DRC II) последнего поколения (с начала 2002 года). В России и СНГ с 1996 года установлено более 30 приборов (более **10 последнего поколения**).

### **КОРРЕКЦИЯ АБЕРРАЦИЙ ГОЛОГРАММНЫХ ДИФРАКЦИОННЫХ РЕШЁТОК, ЗАПИСАННЫХ В АСТИГМАТИЧЕСКИХ ПУЧКАХ**

*Ю.В.Бажанов, Ф.А.Саттаров, Л.К.Тимергазеева  
ФНПЦ НПО ГИПО  
420075, Казань, Липатова, 2  
bazhanov@bancorp.ru*

Аберрационные свойства вогнутых голограммных дифракционных решёток, записанных с помощью точечных источников излучения, достаточно хорошо изучены. Очевидно, что расширение коррекционных возможностей голограммной решетки возможно, если сферические волновые фронты, используемые при записи, заменить на асферические. Наиболее полной следует считать работу [1], где получены выражения для всех коэффициентов аберраций 1-го и 3-го порядков для вогнутой эллипсоидальной решетки, записанной с помощью эллипсоидальных зеркал. Окончательные формулы коэффициентов аберраций, полученные в этой работе, весьма громоздки и пригодны лишь для численной оптимизации параметров решётки, что не гарантирует нахождения действительно оптимального решения.

В настоящей работе показано, что для компенсации всех аберраций 1-3-го порядков в изображении точечного источника достаточно использовать одно дополнительное цилиндрическое зеркало, ось которого лежит в плоскости дисперсии решётки. На рисунке показана схема записи решётки (1) с помощью точечных источников  $O_1$  и  $O_2$  и цилиндрического зеркала (2). Очевидно, что ход лучей в плоскости дисперсии будет таким же, что и при записи обычной голограммной решётки, а компенсация аберраций производится дополнительными параметрами: радиусом кривизны цилиндра, углом  $h$ , а также расстояниями  $p$  и  $q$  (см. рис.).



В таблице приведены результаты расчётов аппаратной функции (АФ) спектрографа с углом падения  $30^\circ$  в спектральной области  $220 \div 400$  нм с использованием голограммных решёток радиусом кривизны 501,2 мм, заштрихованной площадью  $50 \times 40$  мм<sup>2</sup>. Ширина входной щели равна 7,5 мкм, спектральный порядок – первый. Решётка 1 записана с помощью гомоцентрических пучков с параметрами записи:  $i_1 = 447,522370^\circ$ ;  $i_2 = -18,802020^\circ$ ;  $d_1 = 457,083$ ;  $d_2 = 459,175$ ; решётка 2 записана астигматическим и гомоцентрическим пучками, при этом в первом пучке использовалось цилиндрическое зеркало:  $i_1 = 55,980000^\circ$ ;  $i_2 = -13,355820^\circ$ ;  $d_1 = 344,083$ ;  $d_2 = 440,871$ ;  $h_1 = 15^\circ$ ;  $r_1 = 435,000$ ;  $\rho_1 = 125,316$ ;  $q_1 = 218,767$ .

Таблица

Величины полуширины АФ для решёток, записанных в гомоцентрических и астигматических пучках (в мкм)

$\lambda$ , нм	220	290	356	400
Решётка 1	28,4	33,8	34,2	32,5
Решётка 2	9,0	9,4	8,1	8,2

Как видим из таблицы, использование цилиндрического зеркала при записи голографических решеток в данной схеме спектрографа позволяет получить выигрыш в разрешении в 3 – 4 раза. Результаты измерений первых изготовленных дифракционных решёток показали хорошее согласие с расчётами.

#### Литература:

1. Namioka T., Koike M. Aspheric wave-front recording optics for holographic gratings // Appl. Opt. 1995. V. 34, № 13. P.2180-2186.

## **ЛАЗЕРНЫЙ ГАЗОАНАЛИЗАТОР С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СПЕКТРОФОТОМЕТРА НОВОГО ТИПА**

*В.Б.Атнашев, А.В.Атнашев, П.В.Атнашев, А.С.Боярченков, Н.М.Телякова  
ЗАО "УралЭКОС"*

*620002, Екатеринбург, Мира, 19, а/я 11  
vit@uralekos.ru*

Предложена схема газоанализатора включающая полупроводниковый лазер, поглощающую кювету и спектрофотометр нового типа. Спектрофотометр представляет собой оптоэлектронный элемент, выполненный в виде клиновидной пластинки, на одну из поверхностей которой нанесен тонкий (менее  $\lambda/20$ ) частично пропускающий слой, а на другую поверхность нанесено отражающее покрытие, частично пропускающее световое излучение. На клиновидной пластинке со стороны отражающего покрытия укреплен фоточувствительная линейка. Принцип работы спектрофотометра основан на регистрации интерференционных полос стоячей световой волны путем проецирования изображения полос на фоточувствительную линейку. При этом метод обработки сигнала отличается от традиционной Фурье-спектроскопии лишь тем, что преобразованию подвергаются сигналы не временной, а пространственной частоты. Применение линеек CCD или CMOS с размерами фоточувствительной ячейки порядка 4-14 микрон обеспечивает регистрацию более 10000 интерференционных полос с последующим анализом полученных электрических сигналов на спектроанализаторе. Это обеспечивает хорошее разрешение (на уровне 0,1-0,01 нм) при большой светосиле прибора в широком спектральном диапазоне (200-1700 нм). Спектрофотометр обладает высокой помехоустойчивостью к некогерентному световому излучению.

Выделение линии молекулярного поглощения осуществляется путем регистрации пространственных частот системы интерференционных полос при изменении тока питания полупроводникового лазера в рабочем диапазоне.

На примере определения  $O_2$  показано, что рассмотренный газоанализатор является достаточно перспективным аналитическим прибором, простым и дешевым в изготовлении, компактным и удобным в эксплуатации и может найти широкое применение в качестве как лабораторного, так и промышленного анализатора различных газов, в том числе при использовании в режиме "on-line" в качестве датчика в схемах управления технологическими процессами.

## **МНОГОКАНАЛЬНЫЕ ФОТОЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ СИСТЕМЫ SKCCD**

*С.В.Кондратов, А.М.Жадобин, В.Л.Мусихин, В.И.Власов*  
*ООО НПП «СЛАВНА»*  
*624250, Заречный Свердловской обл, Мира, 35*  
*www.slavna.ru*

Сейчас уже ни у кого не вызывает сомнения факт преимущества использования в спектральных исследованиях многоканальных полупроводниковых фотоприемников по сравнению с вакуумными приемниками и фотоматериалами. И они широко применяются как в новых спектральных приборах, так и в системах, предназначенных для установки в уже имеющиеся приборы. Специфика парка аналитических спектральных установок в нашей стране заключается в большом количестве действующих спектрографов и квантометров. Для этих установок отработаны и используется большое количество методик анализа, в большинстве случаев удовлетворяющих потребностям производств, где они используются. Однако возникают трудности в снабжении спектрографов фотоматериалами хорошего качества и в техническом сопровождении квантометров, все больше увеличиваются финансовые затраты. Да и отсутствие автоматизации проведения анализов увеличивает количество ошибок, связанных с человеческим фактором. Но отказываться от использования таких установок во многом нецелесообразно, а установка в них многоканальных фотоприемников превращает их в современный аналитический комплекс при отсутствии затрат на приобретение новой техники, освоения и метрологической аттестации методик анализа.

Нами решалась задача по разработке, внедрению, метрологической аттестации и серийному производству многоканальных фотоэлектрических систем, предназначенных как для установки в действующие спектральные приборы, так и в новые, создаваемые нашим предприятием. К таким системам были сформулированы следующие основные требования:

1. Диапазон спектральной чувствительности от 160 до 900 нм.
2. Высокая помехозащищенность от электромагнитных и сетевых помех, вызываемых работой электроразрядных источников спектра и других промышленных установок.
3. Одновременная регистрация без ограничений всего спектрального диапазона спектрального прибора, на который установлена система.

4. Универсальность конструкции, позволяющая устанавливать систему в любые спектральные приборы при минимальной модификации.

5. Возможность управлять источниками спектра и иными приборами, имеющими такую возможность.

6. Возможность объединения нескольких спектральных приборов с установленными многоканальными системами в единый комплекс.

7. Использование в конструкции микропроцессорной техники, обеспечивающей самодиагностику и автономную работу системы.

8. Возможность использования независимыми от нас разработчиками спектрального и иного оборудования.

Такая задача решена. Сейчас серийно производятся многоканальные системы SKCCD, предназначенные для установки в спектрографы ИСП-28, ИСП-30, ДФС-13, ДФС-8, ДФС-452, ДФС-458, СТЭ-1, PGS-2, квантометры типа МФС, ДФС, монохроматоры типа МДР и др. Система SKCCD установлена в разработанные нами спектрофотометрический хроматографический детектор, спектрофотометр и фотометр. Идет разработка спектрального прибора средней дисперсии с многоканальной системой регистрации.

---

## **МНОГОФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ ВЫСОКОТОЧНЫЕ РЕНТГЕНОВСКИЕ ДИФРАКТОМЕТРЫ НОВОГО ПОКОЛЕНИЯ КОРПОРАЦИИ ШИМАДЗУ**

*Т.Кокацу, П.Я.Голов, К.Г.Щербаков\*, В.И.Мягих\*\**

*Шимадзу Дойчланд ГмбХ*

*Д-47269, Дуйсбург, Альберт Хаан штрассе, 6-10, Германия*

*\*121059, Москва, Бережковская наб., 2, Бизнес центр,*

*гост. «Славянская», к.716*

*\*\*620142, Екатеринбург, Ст.Разина, 16, Бизнес центр, к.304*

*golov@shimadzu.de, shimsek@hotmail.ru*

Дифракция рентгеновских лучей является уникальным аналитическим инструментом изучения кристаллической структуры веществ и имеет большое значение для разработки современных материалов и технологий их производства. Еще недавно широкому внедрению данного метода в повседневную лабораторную практику препятствовали сложность его практичес-

кого использования и высокая стоимость соответствующего оборудования. Дифрактометры нового поколения Шимадзу XRD-6000/7000 интегрируют основополагающие результаты фундаментальных и прикладных исследований в области дифрактометрии с новейшими достижениями научного приборостроения и открывают возможность широкого применения рентгеновской дифракции как для решения исследовательских задач, так и для выполнения обычных анализов в любой области прикладных исследований. Это достигается, с одной стороны, концепцией их многофункциональности, позволяющей путем комбинирования аппаратных и программных средств получать готовое решение для конкретной аналитической задачи и, с другой стороны, лучшими на сегодняшний день характеристиками «качество/цена», включая аналитические возможности, технические и эргономические характеристики, а также требования безопасности.

В приборах применяются рентгеновские трубки мощностью 2 - 3 кВт с высокостабильными источниками питания и системой формирования плоскопараллельного пучка излучения, высокоточные быстро позиционируемые вертикальные гониометры с независимыми приводами по осям  $\theta$ - $\theta/\theta$ - $2\theta$  и угловым разрешением 0,0001 – 0,001°, а также широкий набор приставок для качественного и количественного анализов, программируемого нагрева/охлаждения образцов, измерений тонких пленок, микрообъектов, волокон, аэрозолей, исследования распределения напряжений в изделиях со сложным рельефом поверхности, автоматизации выполнения анализов и др.

Комплексное программное обеспечение, помимо стандартных функций управления приборами и измерениями (обслуживание, юстировка, сканирование, учет фона, калибровка, обработка результатов, поддержка баз данных и др.), позволяет автоматизировать процедуры определения кристаллографических групп и точных констант кристаллических решеток, разделения налагающихся пиков, расчета степени кристаллизации, размеров кристаллитов и сдвигов решетки по методу Холла, измерения остаточного аустенита, кристаллографического анализа без применения стандартных образцов по методу Рьетвельда или Центра передовых технологий компании Митсубиси.

В докладе даны также примеры использования дифрактометров Шимадзу для идентификации минералов и определения их содержания в образцах горных пород, оценки степени и характера замещения ионов по величине сдвига решетки минерала, анализа микроколичеств асбестов и двуокиси кремния в аэрогенных образцах пыли, исследования степени кристал-



личности и фазовых переходов в полимерных и фармацевтических продуктах.

## **МОБИЛЬНЫЙ СПЕКТРОМЕТР ДЛЯ РАЗБРАКОВКИ МЕТАЛЛОВ ПО МАРКАМ**

*М.С.Александров, В.А.Ловцюс, О.Н.Смирнов, О.Г.Торонов*  
*ЗАО "Спектральная лаборатория"*  
*191123, Санкт-Петербург, а/я 500*  
*spectrlab@mail.ru*

ЗАО "Спектральная лаборатория" производит изготовление и поставку переносных оптических эмиссионных спектрометров, с помощью которых можно анализировать химический состав черных и цветных металлов, сплавов и других материалов непосредственно в цехах, шихтовых дворах, складах. Прибор позволяет производить разбраковку по маркам любого металла и сплава (без ограничения количества аналитических каналов). Спектрометр может исполняться как в настольном, так и мобильном варианте, что позволяет определять марки металлов крупногабаритных деталей, механизмов, от которых невозможно отрезать образец, а также металлоотходов для подготовки шихты, приемки лома цветных и черных металлов. Таким образом, прибор на современном уровне и с более высокой точностью выполняет функции, которые раньше выполнялись с помощью переносных стилоскопов (малым весом, всепогодностью, неограниченным числом рабочих каналов).

### Технические характеристики

Назначение	Экспрессный анализ химического состава черных и цветных металлов и сплавов непосредственно на месте расположения материалов и изделий
Оптическая схема	Пашена -Рунге с радиусом 250 мм
Решетка	Голографическая
Количество штрихов	2400 на мм
Обратная линейная дисперсия	1,67 нм\мм
Регистрируемая область спектра	От 190 нм до 410 нм

Определяемые элементы	все, кроме серы, фосфора (углерод- по спецзаказу)
Количество одновременно определяемых элементов	до 50
Время анализа	от 7 до 30 с
Приемник	ПЗС-линейки фирмы «TOSHIBA»
Количество отдельных ячеек линейки –пикселей	3648*5
Динамический диапазон	не менее 1000
Источник возбуждения спектров	Генератор ИВС-97 (низковольтная искра плюс дуга)
Компьютер	Pentium III (пыле, влаго, ударозащищенное исполнение)
Пистолет	воздушного типа
Электропитание	- 220 В 50 Гц не более 500 Вт
Потребляемая мощность	не более 500 Вт во время обжига и 100 Вт в обычном режиме
Габариты:	470*290*376
Вес	17 кг

## **МОЩНЫЙ ШИРОКОДИАПАЗОННЫЙ ПОРТАТИВНЫЙ РЕНТГЕНОВСКИЙ ИЗЛУЧАТЕЛЬ**

*В.Л.Кузнецов, А.Л.Филатов\*, С.В.Щербинин\*, М.А.Горбунов\*\*,  
О.В.Игнатьев\*\*, А.А.Пулин\*\*, Г.И.Сметанин\*\*, К.О.Хохлов\*\**

*Институт физики металлов УрО РАН  
620219, Екатеринбург, С.Ковалевской, 18*

*\*Институт электрофизики УрО РАН  
620016, Екатеринбург, Амундсена 106*

*\*\*Уральский государственный технический университет-УПИ,*

*физико-технический факультет, НИЛ ЭРП*

*620002, Екатеринбург, Мира, 19*

*ovi@dpt.ustu.ru*

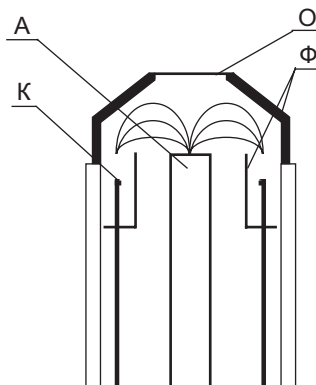
Аналитические возможности портативных и компактных энергодисперсионных рентгенофлуоресцентных анализаторов (ЭДРФА) с полупроводниковыми детекторами во многом определяются характеристиками применяемого рентгеновского излучателя. До последнего времени ЭДРФА ПРИМ-1РМ производства ЗАО «Южполиметалл-холдинг» (г.Москва) в сотрудничестве с УГТУ – УПИ

(г.Екатеринбург) и МАРФ-002 производства УГТУ-УПИ оснащались рентгеновскими излучателями Модуль-50 производства компании «Флэш-электроникс» ( $V_a = 20, 40 \text{ KV}$ ;  $I_a = 50, 100 \mu\text{A}$ ; W- анод). Таких приборов выпущено несколько сотен экземпляров, с помощью которых «закрываются» задачи экспресс-анализа проб с минимальной концентрацией элементов тяжелее кальция  $\geq 0,01 \%$ . Решение более сложных задач, чем разбраковка металлолома, исходного сырья и проверка соответствия перевозимого товара таможенной декларации требует существенного расширения возможностей излучателя.

Оптимальным вариантом рентгеновского излучателя для расширения диапазона анализируемых элементов в сторону легких и снижения порога обнаружения традиционных был бы излучатель с плавно изменяемым напряжением во всем диапазоне измеряемых с помощью ППД энергий ( $1,5\div 40 \text{ KeV}$ ), с достаточно большим током анода ( $\approx 0,5\div 2 \text{ mA}$ ) и с отсутствием в спектре излучения характеристических линий конструкционных материалов излучателя, которые бы совпадали с линиями элементов пробы.

Разработанный нами и освоенный в мелкосерийном производстве новый портативный излучатель в значительной мере этим требованиям отвечает. Основные параметры таковы:  $V_a = 5\div 40 \text{ KV}$ ;  $I_a = 0\div 2 \mu\text{A}$ ;  $P_a \leq 20 \text{ VA}$ ; Rh-анод.

Основой этого излучателя является новая, специально разработанная рентгеновская трубка, схематическое изображение которой приведено на рис.1, а внешний вид показан на рис.2.



**Рис.1.** Конструкция рентгеновской трубки.  
 А – анод, К – катод, Ф – фокусирующий электрод, О – окно для выхода рентгеновского излучения

Главная отличительная особенность этой трубки от других, выпускаемых в России – “массивный”, а не “прострельный” анод, что в несколько раз увеличивает выход тормозного излучения при тех же токах анода.



Рис.2. Рентгеновская трубка

Подробные данные об излучателе будут приведены в докладе. Здесь же следует отметить возможность с таким х-источником даже на воздухе анализировать содержание Mg и Al в концентрациях до 0,1 %. Кроме того, имеющаяся возможность плавного изменения напряжения на аноде при соответствующем программном обеспечении позволяет в несколько раз снизить пороги обнаружения более тяжелых элементов за счет резонансного возбуждения каждого из них.

Управление параметрами излучателя и контроль режимов осуществляются от IBM PC через COM-порт, либо порт USB. Питание цепей накала и анода осуществляются от источника постоянного напряжения 12 В (аккумулятор прибора МАРФ-002).

## **НОВАЯ СЕРИЯ ЭНЕРГОДИСПЕРСИОННЫХ РЕНТГЕНО-ФЛУОРЕСЦЕНТНЫХ СПЕКТРОМЕТРОВ КОРПОРАЦИИ ШИМАДЗУ ДЛЯ ЭЛЕМЕНТНОГО МИКРОАНАЛИЗА**

*Т.Кокацу, П.Я.Голов, К.Г.Щербаков\*, В.И.Мягих\*\**

*Шимадзу Дойчланд ГмБХ*

*Д-47269, Дуйсбург, Альберт Хаан штрассе, 6-10, Германия*

*\*121059, Москва, Бережковская наб., 2, Бизнес центр,*

*гост. «Славянская», к. 716*

*\*\*620142, Екатеринбург, Ст.Разина, 16, Бизнес центр, к. 304*

*golov@shimadzu.de, shimsek@hotmail.ru*

Анализ микрораспределения элементов в материалах сложного состава является одной из актуальных проблем научных и прикладных исследований в микроэлектронике, металлургии, машиностроении, мониторинге окружающей среды, химической, фармацевтической, пищевой и других отраслях промышленности. Традиционные методы решения подобных задач являются либо трудоемкими и деструктивными (спектрометрия индуктивно-связанной плазмы, электронно-зондовый микроанализ), либо являясь недеструктивными и удобными, не обладают достаточной чувствительностью и пространственным разрешением для анализа микронеоднородностей состава объектов (рентгеновская флуоресцентная спектроскопия).

Особенную остроту данной проблеме придают вводимые в Европейском Сообществе ограничения по использованию некоторых опасных веществ в электротехнических и электронных изделиях и правила обращения с ними (WEEE&RoHS), согласно которым становится обязательным контроль за содержанием в изделиях и отходах таких элементов и веществ как Cd, Hg, As, Ni, Zn, Al, Cr<sup>6+</sup>, поливинилхлорид, оловоорганические соединения и др. Данные ограничения и правила непосредственно связаны с качеством продукции и экономическим положением производителей, в связи с чем соответствующие программы обеспечения выполнения требований WEEE&RoHS приняты ведущими японскими корпорациями Sony, Hitachi, Canon, Matsushita Electric и т.д. Ключевым вопросом в реализации этих программ является наличие недорогого, компактного, высокопроизводительного анализатора, который при минимальной площади анализа должен иметь хорошие характеристики разрешения и воспроизводимости для элементов, в т.ч. легких, в широком диапазоне концентраций, допускать анализ образцов различной природы без стандартов, специальной подготовки проб и

даже разборки изделий, быть простым в управлении и обработке результатов.

Оптимальное сочетание вышеперечисленных требований обеспечено в новой серии энергодисперсионных микрорентгеновских спектрометров mEDX-1200/1300/1400, в которых применен принцип поликапиллярной фокусировки излучения рентгеновской трубки на микроучастках образца до 50 мкм и тем самым достигнуто повышение интенсивности возбуждающего излучения до 1000 раз по сравнению с приборами на основе коллиматоров. Оптимизация систем возбуждения и регистрации рентгеновской флуоресценции позволила проводить анализ легких и тяжелых элементов (Na/Al – U) в воздушной атмосфере. Для повышения соотношения сигнал/шум в стандартную комплектацию прибора включены пять фильтров первичного излучения. Встроенная цифровая видеокамера обеспечивает визуализацию поверхности образцов в цвете при низком и высоком увеличении, дополнительный блок позволяет регистрировать изображение в проходящих рентгеновских лучах. Функции программного обеспечения включают автоматическую фокусировку, масштабирование изображения в реальном времени, программную установку расположения анализируемых участков образцов, качественный и количественный анализ состава, высокоскоростное картирование с наложением элементов, определение типа материалов, численную оценку соответствия сравниваемых образцов между собой или эталоном, создание отчетов требуемых форматов и их электронную рассылку по заданным адресам. Количественные определения выполняются с использованием методов калибровочных кривых, фундаментальных параметров, фоновых фундаментальных параметров, в т.ч. для определения состава и толщины тонких пленок (до 10 слоев, 100 элементов).

Приборы серии  $\mu$ EDX-1200/1300/1400 позволяют анализировать образцы любой природы (твердые, порошкообразные, жидкие) с максимальными размерами  $200^{\text{ш}} \times 300^{\text{д}} \times 40^{\text{в}}$  мм весом до 2 кг. Модель  $\mu$ EDX-1400 не требует для охлаждения детектора жидкого азота.

## **НОВОЕ ПОКОЛЕНИЕ ICP МАСС-СПЕКТРОМЕТРОВ - “СЕРИЯ X”**

*Ю.И. Попандопуло*

*Московское представительство Intertech Corporation (США)*

*119899, Москва, ГСП-3, В-234, Воробьевы горы,*

*МГУ им. М.В. Ломоносова, химический факультет*

*intmscw.msk@g23.relcom.ru*

ICP масс-спектрометры фирмы “VG Elemental” известны Российским специалистам уже около 15 лет. Именно приборы “VG Elemental” (модель PlasmaQuad) были первыми масс-спектрометрами с плазменным источником, купленными в СССР (1989 год). Впоследствии фирма сменила название на “Thermo Elemental”, войдя в крупнейшую приборостроительную корпорацию мира - “Thermo Electron Corporation”.

Модель PlasmaQuad была первым коммерческим ICP масс-спектрометром на мировом рынке; с тех пор сменилось четыре поколения масс-спектрометров и, в конце 2001 года, на рынке появилась концептуально новая серия приборов Thermo Elemental – “серия X”.

Отделом исследований и разработок была задумана, проработана и реализована концепция прибора нового поколения – компактного, полностью автоматизированного, не нуждающегося в юстировках и настройках как в процессе эксплуатации, так и после профилактических работ и ремонта. Были использованы абсолютно новые решения в вакуумной технике, электронике, программном обеспечении и, в то же время, сохранены конструкционные решения, зарекомендовавшие себя в предыдущих моделях (квадруполь, система подавления фотонного шума, возможность “достройки” модели низкого уровня до более высокого на месте у пользователя, и т.п.).

В результате приборы серии X (модели X5, X7, X7CCT) не только являются самыми компактными масс-спектрометрами (вес - 145 кг, размеры 110x76x58 см), но и уникальными по своим аналитическим характеристикам. Приборы серии X по сравнению с другими масс-спектрометрами на рынке имеют самый низкий фон (< 0,5 имп/с), самое высокое отношение сигнал/фон ( $n \cdot 10^8$ ), оснащаются (модель X7) ячейкой удаления интерференций (CCT<sup>ED</sup>), работающей как с инертными (H<sub>2</sub>, He), так и с реакционными (NH<sub>3</sub>, CH<sub>4</sub>) газами и их смесями. Программное обеспечение позволяет работать с включенной ячейкой CCT и с выключенной на разных участках спектра в процессе изме-

рения, работать с разным (заданным оператором) разрешением на разных участках спектра в процессе измерения. Пределы обнаружения большинства элементов находятся на уровне  $n \cdot 10^m$  ppq ( $m = 1 - 3$ ), динамический диапазон  $> 10^8$ .

Спектрометры оснащаются большим комплектом приставок и дополнительных устройств, основные из них:

- различного типа автосэмплеры;
- приставка лазерного пробоотбора для прямого анализа твердых образцов (задаваемый диаметр пучка, от 5 до 300  $\mu\text{m}$ );
- устройство автоматического разбавления, добавления внутреннего стандарта и отделения матричного элемента (PrepLab).

Масс-спектрометры серии X уверенно завоевывают рынок, - за неполных 2 года после появления на рынке было продано более 200 приборов, в основном для работы в геологии, экологии, ядерной промышленности и исследовательских лабораториях, включая приборы, поставленные фирмой Intertech Corporation на предприятия СНГ.

---

## **НОВОЕ ПОКОЛЕНИЕ АТОМНО-ЭМИССИОННЫХ СПЕКТРОМЕТРОВ IRIS (THERMO ELEMENTAL) С ИНДУКТИВНО-СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ ДЛЯ АНАЛИЗА ОБРАЗЦОВ СЛОЖНОГО ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА**

*Г.Л.Бухбиндер*

*Красноярское представительство Intertech Corporation (США)*

*660012, Красноярск, Гладкова, 6, 12-й этаж*

*intertech@online.nsk.su*

Компания Thermo Elemental выпустила в 2003 году новое, 4-е поколение спектрометров IRIS для выполнения анализа методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой (АЭС-ИСП). Это новое поколение получило название Intrepid II.

Спектрометры IRIS INTREPID II объединяют скорость и точность одновременного АЭС-ИСП спектрометра с гибкостью последовательного. Это обеспечивается применением Эшелле спектрометра и нового термостатированного детектора CID-38A. Детектор состоит из 262000 светочувствительных пикселей и обеспечивает измерение любых аналитических линий и одновременный учет фона рядом с линиями в диапазоне 165-1050 нм.



Спектрометры IRIS INTREPID II выпускаются в трех модификациях.

Модификация XSP (eXtremely Stability Platform) предназначена для получения результатов со стандартными для метода АЭС-ИСП пределами обнаружения и с непревзойденной повторяемостью и точностью результатов.

Модификация XDL (eXtremely Detection Limit) предназначена для получения результатов анализа с пределами обнаружения, рекордными для метода АЭС-ИСП, например (3-σ критерий, мкг/л), Ag - 0,2; Ba - 0,02; P - 3; Sb - 1; Zn - 0,05.

Модификация XUV (eXtremely Ultra Violet) имеет расширенный оптический диапазон от 130 до 1050 нм и предназначена, главным образом, для нефтехимических производств.

Спектрометры IRIS Intrepid II выпускаются с радиальным и двойным (аксиальным, технология TraceTech™ и радиальным) наблюдением плазмы.

Для анализа растворов спектрометры оснащены циклонными распылительными камерами и концентрическими распылителями нового поколения, которые, как указано в недавнем обзоре [1], характеризуются самой высокой чувствительностью и самыми низкими матричными эффектами.

Для анализа металлов без растворения применяется уникальная комбинация спектрометра IRIS Intrepid II и системы искрового пробоотбора SSEA.

*Литература:*

1. J.L.Todoli, L.Gras, V.Hernandis, J.Mora. Elemental matrix effects in ICP-AES // J. of Anal. Atom. Spectrometry. 2002. V.17. P.142-169.

---

## **НОВЫЕ ОПТИЧЕСКИЕ ЭМИССИОННЫЕ СПЕКТРОМЕТРЫ С ССД ДЕТЕКТОРОМ**

*E.Halasz, D.Dantonel, Ph.Charpié, A.Cabras, P.Trinkler, F.Vincent,  
J-M.Böhlen*

*Thermo Electron Austria  
En Vallaire Ouest C, CH-1024, Ecublens, Switzerland*

Аналитический метод оптической эмиссионной спектроскопии с простой подготовкой проб и дешевым содержанием (расходные материалы и обслуживание) предлагает широкие возможности при исключительно высокой скорости элементного

анализа металлов. Именно поэтому многие годы преимущественно данный метод применялся в металлургии. Около десяти лет назад в некоторых спектрометрах (настольных и портативных) вместо фотоумножителей (ФЭУ) стали использовать полупроводниковые средства регистрации, позволившие уменьшить размеры оптики и увеличить возможности выбора аналитических линий, выполнять анализ нескольких матриц и модернизировать оборудование. Из полупроводниковых детекторов чаще всего применяются ПЗС матрицы (ПЗС = приборы с зарядовой связью). Преимущество этих детекторов - в доступности всех линий спектрального диапазона при условии их достаточного разрешения. До недавнего времени считалось, что возможности спектрометров на базе ПЗС матрицы ограничены: их пределы обнаружения оказались выше, а воспроизводимость ниже, по сравнению с классическими ФЭУ спектрометрами. В данном докладе мы демонстрируем, что в новом поколении приборов, сочетающих новейшие достижения в области оптической эмиссии с такими достоинствами современных ПЗС детекторов, как гибкость выбора аналитических линий и новые возможности обработки сигнала, частично устранены такие недостатки этих детекторов, как слабая чувствительность и ограниченное разрешение.

---

## **ОБЗОР ОТЕЧЕСТВЕННОГО РЫНКА ПРИБОРОВ ДЛЯ РЕНТГЕНСПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА**

*Е.М. Лукьянченко, Л.М. Антонова, И.М. Виноградова  
НПП "Буревестник", ОАО*

*Россия, 195112 Санкт-Петербург, Малоохтинский пр., 68  
E-mail: bourestnik@bourestnik.spb.ru*

Рентгенофлуоресцентный метод анализа широко используется в научных исследованиях и в промышленности для анализа состава сырья и исходных продуктов, на различных стадиях технологических и производственных процессов, в сертификации готовой продукции, в экологии, криминалистике, авиации, при таможенном контроле и т.д.

Метод неразрушающий и экспрессный. Диапазон определения элементов от углерода до урана. Диапазон определяемых концентраций от 0,0001% до 100%. Объектами анализа могут быть твердые, порошкообразные и жидкие вещества, тон-

кие пленки, осадки на фильтрах, экстрагированные частицы вещества.

В обзоре рассматриваются состояние выпуска отечественными производителями аппаратуры для рентгенофлуоресцентного анализа с позиций удовлетворения спроса основных потребителей – промышленности и науки, оценивается уровень выпускаемых приборов и тенденции развития этой области приборостроения.

1. Рентгенофлуоресцентные спектрометры: кристалл-дифракционные и энергодисперсионные. Универсальные и специализированные, лабораторные и переносные

Кристалл-дифракционные спектрометры (КДС) обладают высоким спектральным разрешением (25-60 эВ на линии  $MnK_{\alpha}$ ) и обеспечивают решение задач на трудных для рентгеноспектрального анализа объектах с близкорасположенными спектральными линиями. Ввиду сложности устройства современных КДС эти приборы выпускает небольшое число фирм в стране: НПП «Буревестник», ОАО (коротковолновый спектрометр СПАРК-1-2М) и фирма «Спектрон» (семейство спектрометров «Спектроскан»). Многоканальные спектрометры СРМ-25 с шестнадцатью фиксированными кристалл-дифракционными каналами выпускает ПО «Орелнаучприбор». Три вышеназванные фирмы покрывают потребности отечественного рынка в кристалл-дифракционной аппаратуре.

Энергодисперсионные спектрометры (ЭДС), уступая КДС по разрешению (150-250 эВ на линии  $MnK_{\alpha}$ ) сочетают в себе два достоинства: одновременность анализа присутствующих в образце элементов и высокую светосилу. Этот класс приборов наиболее динамично развивается в последнее десятилетие благодаря успехам в создании малогабаритных термоохлаждаемых полупроводниковых детекторов. Создается большое число портативных и переносных приборов на их основе. Производятся такие приборы в нашей стране 6-7 фирм, а число моделей приборов около 15.

Успешно разрабатываются и выпускаются энергодисперсионные анализаторы и на основе газовых отпаянных детекторов и газовых электролюминесцентных детекторов.

Выпускаемые отечественные энергодисперсионные анализаторы удовлетворяют спрос промышленности и других областей применения (таможенный контроль, промышленность драгоценных металлов, криминалистика, искусство) и даже создают конкуренцию в ряде областей. Следует отметить, что пока нет отечественного универсального лабораторного энергодисперсионного

спектрометра с диапазоном анализируемых элементов от Mg ( $Z = 12$ ) до U ( $Z = 92$ ) с пределами обнаружения на уровне  $10^{-4}\%$ .

**ОБЛАСТИ ПРИМЕНЕНИЯ, ПРЕИМУЩЕСТВА  
И НЕДОСТАТКИ АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫХ  
СПЕКТРОФОТОМЕТРОВ «СПИРАЛЬ-14»,  
«СПИРАЛЬ-17» И «АНАЛИТИК-2000»**

*Ю.Б.Атнашев*

*ФГУП Уральский электро-механический завод  
620151, Екатеринбург, почтамп, а/я 74,  
analit@mail.utk.ru*

Рассмотрены основные области применения атомно-абсорбционных спектрофотометров с электротермическим вольфрамовым спиральным атомизатором «Спираль-14» и «Спираль-17», выпускаемых Уральским электромеханическим заводом (г.Екатеринбург) с 1992 г. Большинство из 120 произведенных приборов используются в лабораториях санэпидемстанций, водоканалов, промышленных предприятий, электростанций для анализа питьевой и сточных вод, воздуха, пищевых продуктов. Отличительной особенностью этих приборов являются малые эксплуатационные расходы и высокая степень автоматизации анализа. К числу недостатков можно отнести относительно небольшое количество аттестованных методик анализа, поскольку их разработкой занимается только завод – изготовитель приборов.

Спектрофотометр «Аналитик-2000» базируется на хорошо известном пламенном атомизаторе с наиболее используемыми в аналитической практике типами пламени: «ацетилен-воздух» и «ацетилен-закись азота». Основными особенностями прибора являются использование однолучевой оптической системы в сочетании с подвижной относительно просвечивающего луча горелкой, позволяющей учитывать дрейф интенсивности источника света, а также автоматическая настройка монохроматора с применением кодированных спектральных ламп. Обсуждены основные области применения спектрофотометра «Аналитик-2000» и его сравнительные с аналогами аналитические характеристики.

## **ОБОРУДОВАНИЕ КОМПАНИИ DIGILAB ДЛЯ МОЛЕКУЛЯРНОЙ СПЕКТРОСКОПИИ**

*К.В.Понкратов*

*Компания InterLab Inc*

*127055, Москва, Тихвинский пер., 11, стр. 2*

*interlab@interlab.ru*

Компания Digilab, основанная в 1969 году (с 1978 по 2001 - Bio-Rad), является одним из мировых лидеров в разработке (более 30 патентов) и производстве оборудования для молекулярной спектроскопии. Выпустившая в 1969 году первый коммерческий ИК-Фурье спектрометр, компания в настоящее время предлагает оборудование, включающее как приборы начального уровня, так и исследовательские системы.

Последняя разработка компании – ИК-спектрометр начального уровня Scimitar FTS 2000. Он предназначен для проведения исследований в диапазоне волновых чисел от 7800 до 375 см<sup>-1</sup> при разрешении до 0,5 см<sup>-1</sup>. Особенности этого прибора, как и других приборов Digilab, является высокая энергия ИК-излучения, подводимая к образцу и стабильность получаемых данных, обеспечиваемая наличием динамической юстировки и детектора ДТГС, охлаждаемого элементом Пельтье, а также наличие дополнительного выхода ИК-излучения для присоединения ИК-микроскопа. На базе этого прибора выпускаются маслоанализатор и ИК-спектрометр для фармацевтической промышленности.

Прибор среднего уровня Excalibur имеет спектральный диапазон от 20000 до 50 см<sup>-1</sup> при разрешении до 0,1 см<sup>-1</sup>. Выпускается в шести стандартных модификациях, отличающихся спектральными диапазонами, но может конфигурироваться индивидуально по желанию заказчика. Имеет функцию Rapid Scan (до 40 сканов/с), что позволяет оптимально использовать различные типы детекторов, в том числе охлаждаемые МСТ. Позволяет одновременно устанавливать два источника, два детектора и обеспечивает простую смену светоделителей без дополнительной юстировки. Может применяться для присоединения различных приставок (до 4 одновременно), таких, как ГХ-ИК, ТГА-ИК, Раман, ИК-микроскопы, выносное кюветное отделение, экспериментальный модуль и других, выпускаемых компанией. Приобретенный в минимальной комплектации прибор, со временем, может быть модернизирован до максимально возможной прямо на рабочем месте пользователя.

Прибор исследовательского уровня FTS 7000 перекрывает спектральный диапазон от 50000 до  $10 \text{ см}^{-1}$  при разрешении до  $0,075 \text{ см}^{-1}$ . Возможность выбора источников (из 5 возможных), светоделителей (из 8) и детекторов (из 16) для работы в различных спектральных диапазонах учитывает все потребности самого взыскательного исследователя. Полностью управляемый с компьютера интерферометр с функцией Step Scan позволяет проводить исследования с фазовой модуляцией с переменной частотой и амплитудой; исследования циклических процессов с разрешением во времени до 1 нс; с поляризационной модуляцией с использованием фотоэластического модулятора (динамический инфракрасный линейный дихроизм, вибрационный круговой дихроизм, спектроскопия отражения-поглощения), а также исследования в УФ-Вид области. Имеет возможность для присоединения различных приставок.

ИК-микроскопы начального и исследовательского уровня UMA 400 и UMA 600, позволяют регистрировать ИК-спектры микрообъектов в режиме отражения и пропускания. Могут оснащаться двумя детекторами (точечными, матричными до  $128 \times 128$  пикселей, для средней или ближней ИК-областей и др.); видеокамерой, моторизованными апертурой, фокусом и столиком; НПВО-объективами и другими имеющимися приспособлениями и приставками.

С мая 2003 года компания Digilab представляет линейку УФ-Вид и флуоресцентных спектрометров Hitachi. Линейка включает шесть УФ-Вид спектрометров, от простейших до мультдиапазонных, перекрывающих ближнюю ИК-область, а также два флуоресцентных спектрометра. Кроме того, имеется большой выбор различных приставок, кювет и других аксессуаров. Такой широкий модельный ряд позволяет подобрать приборы как для решения рутинных задач, так и для проведения исследовательских работ.

## **ОПЫТ МОДЕРНИЗАЦИИ СПЕКТРО-АНАЛИТИЧЕСКИХ УСТАНОВОК НА ФГУП «ПО УРАЛВАГОНЗАВОД»**

*Н.И.Садым, А.Г.Чунихин*

*Центр исследования и испытания материалов*

*ФГУП «ПО Уралвагонзавод»*

*622051, Нижний Тагил Свердловской обл., Восточное шоссе, 28*

Поскольку ускорение и повышение точности анализа в условиях современного производства являются главными в контроле материалов, то перед аналитической службой предприятия встала задача в решении этого вопроса путём модернизации парка спектро-аналитических установок типа ДФС-Зб, ДФС-51, ДФС-41, МФС-8, МФС-4. Под модернизацией подразумевались работы, связанные с улучшением (повышением) первоначально принятых нормативных показателей функционирования объекта основных средств с пересмотром срока полезного использования.

За основу модернизации был выбран принцип, реализованный ЗАО «Спектральная лаборатория» г. Санкт-Петербург. Метод предполагает замену ЭПУ и старой вычислительной техники типа ДЗ-28 и ДВК-3 на новую «SL» с программным обеспечением «GRAD» и ПК типа IBM.

В решении вопроса модернизации были использованы быстродействующие бесконтактные коммутаторы (на полевых транзисторах) аналитических сигналов в накопительных ячейках, что обеспечивает надёжность работы приборов без частой их профилактики и ремонтов. ЭПУ «SL» предназначено для приёма, накопления и хранения электрических сигналов, полученных с анодов фотоэлектронных умножителей (ФЭУ) в составе многоканальных спектрометров эмиссионного анализа, преобразования этих сигналов в цифровой код, ввода в персональный компьютер с последующей обработкой информации и вывода на печатающее устройство данных о концентрации анализируемых элементов в пробе.

Для решения аналитических задач было использовано предложенное программное обеспечение высокого уровня «GRAD», которое включает:

- создание методики;
- общую для всех методик библиотеку СО;
- расчёт современными методами регрессионного анализа коэффициентов градуировочных характеристик;
- возможность определения значимых параметров межэле-

ментного влияния и учёта разбавления матриц;

- рутинный анализ и анализ обезличенных материалов.

Используя возможности модернизации, нами были отработаны и внедрены новые методики анализа чёрных и цветных материалов, применяемых в производстве на нашем предприятии. На модернизированных установках ДФС-3б и МФС-8, находящихся в ЦЗЛ были внедрены и отработаны методики анализа углеродистых, легированных и высоколегированных сталей, медных и алюминиевых сплавов.

Получив приборы, позволяющие ускорить время выдачи результатов анализа, с достаточной точностью определения необходимых элементов и надёжных в эксплуатации, была создана новая спектральная экспресс-лаборатория в цехе металлургического производства. При внедрении новых методик анализа на модернизированных квантометрах ДФС-51 и ДФС-41 сталей 20ФЛ, 20ГЛ и 32Х06 на Mn, Si, Al, Cr, Ni, V, Cu, C, P и др. значительно снизилось время выдачи результатов анализа и повысилась их точность. Это позволило снизить брак по литью с 8 % до 1,5 % в стали 20ГЛ и с 27,7 % до 5 % в стали 32Х06. Был получен экономический эффект.

В период с 1999 года по 2002 год на нашем предприятии было модернизировано:

ДФС-3б - 4 шт., ДФС-51 – 3 шт., ДФС -41 – 2 шт., МФС-4 – 1 шт., МФС-8 – 3 шт. Квантометры прошли метрологическую поверку с получением свидетельства о их пригодности к работе в НИИ Метрологии г.Екатеринбург.

В результате проведённых работ по модернизации парка квантометров на нашем предприятии мы получили: спектрометры, снабжённые надёжной электроникой; легко перестраиваемую аналитическую программу, что удобно при появлении новых марок материалов; программное обеспечение, осуществляющее управление работой прибора с возможностью разработки методик и проведения рутинных определений химического состава материалов.

*Литература:*

1. Буравлев Ю.М. Фотоэлектрические методы анализа // Москва. Металлургия.1984
2. Программное обеспечение «GRAD». Инструкция оператору.



## **ПРИМЕНЕНИЕ ПЛАТЫ ВВОДА-ВЫВОДА L-761 ПРИ АВТОМАТИЗАЦИИ ЛАЗЕРНОЙ СИСТЕМЫ ДЛЯ ДИАГНОСТИКИ ВОДОРОДА В ГАЗОВЫХ СМЕСЯХ**

*Г.М.Михеев, А.Ю.Попов, Т.Н.Могилёва, Д.Г.Калюжный  
Институт прикладной механики Уральского отделения РАН  
426000, Ижевск, М.Горького, 222  
p-alex@udm.net*

В данном докладе обсуждаются особенности автоматизации лазерной системы, предназначенной для диагностики водорода в газовых смесях методом когерентного антистоксова рассеяния света (КАРС) и бигармонической лазерной накачки на основе вынужденного комбинационного рассеяния (ВКР) [1], с применением платы L-761.

При регистрации водорода методом КАРС с применением опорной кюветы необходима одновременная регистрация энергии лазерных импульсов, по крайней мере, по двум каналам [1]. Для настройки лазерной системы в целом, а также для контроля импульсной мощности на входе генератора бигармонической накачки возникает необходимость еще в двух дополнительных каналах. Кроме того, для определения концентрации водорода в измерительной кювете необходимо произвести расчеты с усреднением результатов измерений без изменения масштаба от вспышки к вспышке лазера. Полученные массивы измеренных значений должны сохраняться в памяти компьютера. Регистрация энергии лазерных импульсов должна проходить с подавлением наводок в реальном масштабе времени. С целью экономии ресурсов лазерной системы, для простоты эксплуатации, а также для расширения возможностей лазерной системы в целом желательно, чтобы блок питания лазера функционировал под управлением компьютера. Включение и выключение блока питания лазера и задание частоты повторения импульсов разряда накопительных конденсаторов через лампу вспышки оптической накачки должны происходить под управлением компьютера. При этом компьютер совместно с соответствующим формирователем импульсов должен обеспечить подачу запускающих импульсов на блок питания лазера.

Кроме того, чтобы регистрировать фоновый сигнал в отсутствие излучения бигармонической накачки, но в присутствии генерации лазера, в резонаторе лазера необходимо размещать механический прерыватель. Механический прерыватель должен управляться персональным компьютером по заданной программе.

Для выполнения автоматизации в качестве устройства сопряжения компьютера с лазерной установкой была выбрана электронная плата L-761 фирмы L-Card. Эта плата является быстродействующим устройством на базе высокопроизводительной шины PCI для многоканального ввода-вывода и обработки аналоговой и цифровой информации в персональных IBM-совместимых компьютерах. Все режимы работы платы задаются программным образом. На плате установлен один 14-разрядный аналого-цифровой преобразователь (АЦП) с максимальной частотой преобразования 125 кГц, на вход которого через коммутатор может быть подан сигнал с одного из 16 или 32 аналоговых каналов с внешнего разъема. Имеется возможность программно управлять коэффициентом усиления сигнала (в 1, 4, 16, 64 раз), подаваемого на любой из аналоговых каналов. На плате также имеются цифровые входные и выходные линии ТТЛ-уровня, которые могут быть использованы для управления внешними устройствами. Плата L-761 позволила полностью обеспечить интерфейс между лазерной системой, многоканальной электронной системой регистрации энергии лазерных импульсов и персональным компьютером.

Разработанная компьютерная программа управления лазерной системой реализована в системе программирования Delphi 3.0. Для ее работы необходима операционная система MS Window's 95. Программное обеспечение позволяет выполнять следующие действия: вырабатывать импульсы, запускающие лазер; закрывать и открывать механический прерыватель в резонаторе лазера; регистрировать энергию световых импульсов, поступающих по любым из 16 каналов платы сопряжения; регистрировать фоновую составляющую сигнала фотодатчиков в измерительной и опорной ветвях, а также фоновую составляющую энергии входной лазерной накачки (регистрация при закрытом механическом прерывателе, помещенном в резонатор лазера); по желанию пользователя учитывать фоновые сигналы; осуществлять цифровую фильтрацию измеряемых сигналов; проводить вычисления по формуле; усреднять получаемые результаты от вспышки к вспышке лазера без изменения масштаба; сохранять полученные данные на диске PC и выводить данные на экран во время регистрации.

*Литература:*

1. Михеев Ген.М., Михеев Георг.М., Могилева Т.Н., Калужный Д.Г.  
// Квантовая электрон. 2002. Т.32, № 1. С.39.

## **ПРИБОРЫ ДЛЯ ИК-ФУРЬЕ СПЕКТРОСКОПИИ КОМПАНИИ THERMO NICOLET**

*Т.Б.Кимстач*

*Московское представительство Intertech Corporation (США)  
119899, Москва, ГСП-3, В-234, Воробьевы горы,  
МГУ им. М.В.Ломоносова, химический факультет  
intmscw.msk@ru.net*

Компания Thermo Nicolet более 30 лет специализируется на производстве оборудования для ИК-спектроскопии. В настоящее время Thermo Nicolet является мировым лидером в производстве и продаже ИК-Фурье спектрометров, ИК-микроскопов и аксессуаров для ИК-спектроскопии, занимая 45 % мирового рынка этого оборудования. 86 % компаний, входящих в список R&D (крупнейших мировых производителей) используют приборы Thermo Nicolet в своих лабораториях.

Модельный ряд ИК-Фурье спектрометров Thermo Nicolet включает широкий спектр приборов от недорогих спектрометров для рутинного анализа серии IR до исследовательских спектрометров Nexus, позволяющих работать в широком спектральном диапазоне от видимой до дальней ИК области. Кроме того, к спектрометру Nexus можно подключить ИК микроскоп, КР приставку, приставку для ТГА анализа, газовый хроматограф и дополнительное кюветное отделение. Причем все эти устройства можно подключить к одному ИК-Фурье спектрометру Nicolet Nexus. Программное обеспечение OMNIC для управления приборами Thermo Nicolet поставляется в том числе и на русском языке.

Все ИК-Фурье спектрометры Thermo Nicolet имеют неюстируемую оптику «pinned-in-place», обеспечивающую высокие оптические характеристики приборов. Отсутствие юстировок позволяет проводить замену любых оптических элементов прибора (лазера, источника, детектора, зеркал) пользователем. Кроме того, патентованный интерферометр Nicolet с динамической юстировкой обеспечивает высокую стабильность работы интерферометра, высокую воспроизводимость результатов и долгий срок службы оборудования.

Более 120 приборов для ИК спектроскопии продано в СНГ за последние 5 лет. Среди пользователей оборудования криминалистические подразделения МВД и ФСБ, научно-исследовательские институты и научные центры, университеты, фармацевтические лаборатории, предприятия Минатома и других отраслей промышленности.

Компания INTERTECH Corporation является эксклюзивным представителем Thermo Nicolet в странах СНГ и отвечает за поставку, установку и обучение пользователей оборудования Thermo Nicolet.

## **ПРИБОРЫ ДЛЯ ТЕРМОАНАЛИЗА КОМПАНИИ TA INSTRUMENTS**

*А.Ю.Румянцев*

*Московское представительство Intertech Corporation  
119899, Москва, ГСП-3, В-234, Воробьевы горы,  
МГУ им. М.В.Ломоносова, химический факультет  
intmscw.msk@g23.relcom.ru*

Термоанализ представляет собой широко распространенный, простой и надежный способ исследования и контроля материалов. Методы термоанализа, такие как дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК), термогравиметрия (ТГА), динамический механический анализ (ДМА), термомеханический анализ (ТМА), диэлектрический анализ (ДЭА), позволяют подойти к характеристике материала с различных точек зрения и полностью исследовать возможности использования данного материала в различных условиях работы конкретного изделия. С другой стороны, информация методов ТГА и ДСК дает возможность идентифицировать материалы сложной структуры и состава, контролировать наличие добавок и примесей, влажность и летучие вещества, зольность, наличие и степень кристаллизации, устойчивость к статическим и динамическим нагрузкам при различных температурах и в различных газовых средах, коэффициент расширения материала и диэлектрическую проницаемость.

Перечисленные методы широко используются в самых различных отраслях промышленности, среди которых химическая и нефтехимическая промышленность, производство керамики, полимерных материалов, лакокрасочная промышленность, производство резины и резинотехнических изделий, смазочных материалов, угольная промышленность, и разработка новых материалов. Термоаналитические методы также получили широкое распространение при сравнении материалов, исследовании их термической стабильности, окисляемости, пожаробезопасности, износостойкости, виброустойчивости и изолирующих свойств.

Американская компания TA Instruments специализируется на

разработке и производстве приборов для термоанализа уже более 35 лет и является ведущим производителем термоаналитического оборудования в США на сегодняшний день. Высокоточное и надежное оборудование компании TA Instruments хорошо зарекомендовало себя в мире и используется во многих ведущих зарубежных компаниях. В нашей стране оборудование TA Instruments хорошо известно по старому названию фирмы - Du Pont Instruments. Необходимо отметить, что оборудование, приобретенное 25-15 лет назад, до сих пор полностью функционально и интенсивно эксплуатируется в различных институтах. Компания Intertech Corporation является официальным представителем TA Instruments на территории бывшего СССР, начиная с 1 сентября 2002 года.

В настоящее время компания TA Instruments предлагает более 12 приборов для термического анализа. Это высокоточные дифференциальные сканирующие калориметры Q10, Q100 и Q1000 с различными приставками и системами контроля атмосферы и температуры образца, термогравиметрические анализаторы Q50 и Q500 с возможностью использования не только классического термогравиметрического анализа, но и модулированного ТГА и ТГА высокого разрешения, совмещенный ТГА/ДСК/ДТА анализатор SDTQ600, термомеханические анализаторы Q400 и Q400EM и динамические механические анализаторы Q800 и RFS III. Указанные приборы поставляются в различных модификациях и комплектуются разными дополнительными устройствами, что позволяет максимально оптимизировать оборудование под решаемую задачу и конкретные нужды пользователей.

---

## **ПРИБОРЫ ДЛЯ ХИМИКО-СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА**

*С.Р. Жуков*

*Представительство фирмы ПеркинЭлмер  
117334, Москва, Косыгина, 19  
zhukovsn@eur.perkin-elmer.com*

Метод атомно-абсорбционной спектрометрии находит широкое применение в различных областях науки, промышленности, сельского хозяйства и мониторинге окружающей среды. Он стал эталонным для ряда применений, хорошо методически проработан и сертифицирован. В 2002 году фирма ПеркинЭлмер (США) выпустила на рынок новые АА-спектрометры AAnalyst 200 и 400 учитывающих многочисленные требования пользователей.

К числу несомненных достоинств этих спектрометров, необходимо отнести следующее:

- Интуитивный интерфейс;
- Восемь языков по выбору;
- Новый дизайн системы распыления;
- Новый распылитель;
- Новый подход к сервисному обслуживанию;
- Новая Эшеле оптическая система с твердотельным детектором;
- Встроенный блок питания безэлектродных ламп.

Это первый серийный прибор с реальной двухлучевой Эшеле – оптической системой, которая компенсирует возможные изменения интенсивности излучения ламп и любой дрейф сигнала во время анализа и между измерениями. Использование Эшеле монохроматора позволяет увеличить светосилу оптики по сравнению с традиционными монохроматорами. Впервые на приборах такого класса используется уникальный твердотельный детектор, имеющий повышенный квантовый выход в УФ-области. Все это обеспечивает стабильность базовой линии и улучшает пределы обнаружения элементов.

Большая часть времени при анализе объектов тратится на пробоподготовку. Для снижения времени затрачиваемого на этой стадии анализа и предотвращения ошибок при разложении фирма ПеркинЭлмер (США) предлагает новую систему микроволнового разложения Multiwave 3000. Типичное время полного цикла разложения, включая охлаждение, составляет 20-45 минут. Система обеспечивает высокую степень автоматизации с помощью встроенного компьютера-контроллера, который полностью управляет системой, предлагает и хранит стандартные и созданные методы разложения проб. В методы включается информация о разлагаемых пробах, типах и объемах используемой кислоты, взятой навеске пробы, типе реакционной емкости и т.д. Имеется возможность документированного процесса разложения.

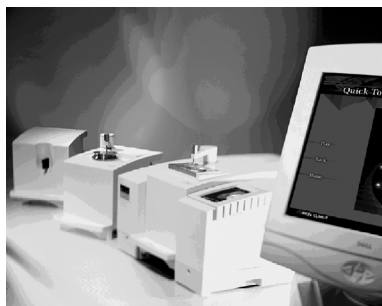
В докладе рассмотрены технико-эксплуатационные характеристики АА-спектрометров и микроволновой системы разложения и их приложения при решении аналитических задач заводских, геологических и экологических лабораторий.

## СОВРЕМЕННЫЕ ПРИБОРЫ ДЛЯ МОЛЕКУЛЯРНОЙ СПЕКТРОСКОПИИ КОМПАНИИ PERKINELMER (США)

Я.В.Соковиков

Московское представительство компании PerkinElmer,  
119334 Москва, Косыгина, 19  
sokoviyv@eur.perkin-elmer.com

Корпорация PerkinElmer - один из ведущих мировых производителей аналитического оборудования. Начиная с 1943 г., когда фирма PerkinElmer представила первый в мире серийный ИК-спектрометр, компания неизменно находится в числе лидеров среди производителей спектрального оборудования. В настоящий момент компания предлагает приборы для ИК-спектроскопии, УФ/Вид.-спектрофотометрии, люминесцентной спектроскопии и поляриметрии.



Модельный ряд ИК-Фурье спектрометров фирмы PerkinElmer состоит из шести приборов: простейшего и недорогого ИК-Фурье спектрометра **Spectrum RXI** со встроенной системой управления; системы **Spectrum BXII**, оборудованной более чувствительным детектором и управляющейся с ПК; спектрометра **Spectrum One**, вобравшего в себя многие инновационные разработки последних лет, такие как система АВИ (Абсолютно Виртуальный Инструмент), коррекция влияния атмосферы и автоматическое распознавание и юстировка приставок; ИК-Фурье спектрометра для ближней ИК-области **Spectrum One NTS**; модульного ИК-Фурье спектрометра **Spectrum GX** – единственного в мире прибора, построенного в соответствии с концепцией открытой архитектуры; портативного прибора **TravelIR**. Дополнительно ИК-спектрометры могут комплектоваться разнообразными приставками и аксессуарами, которые позволяют максимально упростить работу с различными материалами и расширить возможности этих приборов. Компания PerkinElmer также производит системы для ИК-микроскопии: простейший ИК-микроскоп с отличными характеристиками **MultiScope** и полностью автоматизированный микроскоп **AutoIMAGE**, предназначенный для решения любых задач в области анализа микрообъектов. Последняя разработка компании PerkinElmer в области ИК-спект-

роскопии – система ИК-изображения **Spectrum Spotlight 300**. Этот прибор построен на основе новейших разработок компании, позволивших создать систему с уникальными характеристиками и возможностями. Запатентованная компанией конструкция матричного детектора *Duet* позволяет работать как в режиме “картирования”, так и в режиме снятия спектра в одной точке без какой-либо перестройки конфигурации прибора, а быстросканирующий интерферометр, синхронизированный с системой управления передвижением предметного столика, обеспечил высочайшую скорость получения ИК-изображения образца.

Семейство спектрофотометров для УФ/Вид.-области представлено приборами серии Lambda: Спектрофотометры **Lambda EZ301** имеют низкую цену при высоком качестве и отличных технических характеристиках. Приборы этой серии – удачный выбор для малобюджетных лабораторий и для организаций, которым требуется прибор для рутинного анализа. УФ/Вид.-спектрофотометры **Lambda 25, 35 и 45**, созданные на базе хорошо зарекомендовавшей себя во всём мире модели Lambda 2, имеет наилучшие характеристики среди аналогичных приборов в своём классе. Большое количество приставок, включая интегрирующую сферу и оптоволоконный интерфейс для подключения внешних систем, существенно расширяет границы применения этих приборов. Спектрофотометры высшего уровня **Lambda 800 и 900** разработаны специально для использования в научных исследованиях и высокоточных оптических измерениях. Эти системы по своим характеристикам практически не имеют аналогов и являются стандартами в области сложных оптико-физических измерений.

Спектрофлуориметры фирмы PerkinElmer представлены двумя моделями **LS-45 и LS-55**, которые могут комплектоваться многочисленными приставками, имеют отличную чувствительность и работают в широком спектральном диапазоне. Компания PerkinElmer выпускает также **Поляриметры моделей 341 и 343**, отличающиеся высочайшей точностью и воспроизводимостью измерений, а также универсальностью в использовании.



## **СОВРЕМЕННЫЕ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫЕ ПРИБОРЫ BRUKER AXS ДЛЯ НАУКИ И ПРОИЗВОДСТВА**

*Н.В.Яковлев*

*Bruker AXS*

*119992, Москва, Ленинский пр., 47, ИОХ им. Зелинского*

*[jakowlew@bruker.ru](mailto:jakowlew@bruker.ru)*

Более пятидесяти лет рентгеновские аналитические приборы фирмы Bruker AXS были известны у нас и за рубежом под маркой Siemens, до тех пор, когда в 1998 году крупнейший электротехнический концерн продал свою рентгеновскую аналитику группе компаний Bruker.

Рентгенофлуоресцентный анализ - это весьма универсальный и хорошо зарекомендовавший себя способ анализа элементов, широко применяемый в самых различных отраслях промышленности и научных исследованиях. К числу главных достоинств такого метода относятся минимальные трудозатраты при пробоподготовке, малое время измерения, высокая воспроизводимость результатов и возможность полной интеграции в автоматизированный производственный процесс.

В 1999 году фирма Bruker AXS выпустила на рынок совершенно новый последовательный спектрометр S4 EXPLORER, который в отличие от традиционных мощных волнодисперсионных спектрометров не требует для своей работы постоянного подвода газовой смеси для детектора, охлаждающей воды и сжатого воздуха. Прибор позволяет анализировать все элементы от бериллия до урана в жидких, твердых и порошкообразных пробах.

Уровень измеряемых концентраций от долей ppm до 100 %.

Металлы, концентраты, руды, стекла, огнеупоры, шлаки, золы, топлива, сточные воды – неполный перечень проб, которые можно анализировать на одном таком приборе.

При этом для каждого элемента любой пробы возможна установка индивидуальных параметров измерения для оптимальной точности и разрешения – ток и напряжение рентгеновской трубки, фильтр первичного луча, коллиматор и кристалл-анализатор, параметры пропорционального и сцинтилляционного счетчиков.

Для более оптимального возбуждения легких элементов был разработан прибор с генератором мощностью 4 кВт - S4 PIONEER.

Значительно упрощает работу со спектрометрами и оценку

аналитических результатов новая программа SPECTRAplus - 32-х битовое программное обеспечение в системе Windows 95 или Windows NT, включающее в себя все современные эффективные методы оценки и стратегии "интеллектуальных" измерений с использованием оптимальных параметров.

Обеспечивая многозадачный режим работы компьютера и прибора, оперируя различными базами данных для оценки результатов, SPECTRAplus позволяет использовать все возможности сетевой системы и легко интегрируется в любой автоматизированный процесс.

Используя дополнительный модем можно быстро и надежно осуществлять дистанционную диагностику приборов и консультации специалистов при обработке аналитических данных.

## СПЕКТРАЛЬНЫЕ ПРИБОРЫ ДЛЯ АНАЛИЗА ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА ВЕЩЕСТВА

*Я.Н.Тумаркин*

*194144, Санкт-Петербург, Чугунная, 20*

*yakov@spectr.spb.su*

ОКБ СПЕКТР – одна из ведущих фирм в России и СНГ в области спектрального приборостроения. Мы можем решить самые разные задачи анализа материалов, возникающие у заказчиков. С января 2003г. нам полностью передано производство спектральных приборов, последние годы выпускавшиеся совместно с АО ЛОМО; для выпуска этих приборов организована дочерняя фирма «ЛОМО-Спектр».

Мы производим приборы для количественного анализа элементного состава металлов и сплавов. Это **эмиссионные спектрометры МФС-7, МФС-8, МФС-10, ДФС-51 и ДФС-71**. Использование этих приборов позволяет осуществлять входной контроль и разбраковку материалов, производить экспресс-анализ по ходу плавки, контролировать качество продукции. Приборы **полностью удовлетворяют требованиям ГОСТ** на спектральный анализ металлов и сплавов. Не уступая по точности и надежности западным аналогам, наши приборы значительно дешевле.

Сегодня мы выпускаем спектрометры как с традиционной регистрацией на фотоэлектронных умножителях, так и с системой регистрации на ПЗС-линейках (совместно с ООО «МОРС»,

г. Москва); эти приборы чрезвычайно удобны для предприятий с большим разнообразием анализируемых материалов, для анализа геологических образцов и т.д.

Сегодня более чем на 600 предприятиях России и ближнего зарубежья работают приборы, поставленные или модернизированные нашей фирмой.

ОКБ СПЕКТР обеспечивает поставку всех приборов «под ключ»: настраивает на вашу аналитическую программу, разрабатывает аналитические методики, комплектует стандартными образцами, производит градуировку спектрометров и подготавливает его метрологическую аттестацию.

Мы можем модернизировать практически любой эмиссионный спек-трометр производства ЛОМО, а также старые приборы зарубежных фирм. Мы заменим старую систему регистрации на новую, подключим к спектрометру персональный компьютер типа IBM PC, установим программу QUANT1 и произведем обучение персонала Вашей лаборатории.

Возможна поставка нового малогабаритного высокостабильного генератора SPARK-400 с микропроцессорным управлением, универсального генератора УГЭ-4, а также дополнительного оборудования для Вашей аналитической лаборатории.

Мы также производим **УВИ- и ИК-спектрофотометры** - приборы с широким диапазоном применений для анализа и идентификации различных веществ в химии, нефтехимии, фармакологии, экологии, пищевой промышленности, медицине, биологии и т.д. Множество разработанных методик позволяет использовать эти приборы для решения задач качественного и количественного анализа, определения содержания органических и неорганических веществ, иммунферментного анализа.

Спектрофотометры имеют все необходимые сертификаты, внесены в Госреестры средств измерений России, Белоруссии, Украины.

Наименование	Назначение
Спектрометр МФС-8	Анализ цветных металлов и сплавов на все легирующие элементы и примеси, а также черных металлов и сплавов на все элементы, кроме серы и фосфора.
Спектрометр МФС-8 ПЗ (Кассета на 6-12 ПЗС)	
Спектрометр МФС-10	
Спектрометр МФС-10 ПЗС (Кассета на 6-12 ПЗС)	
Спектрометр МФС-7	Диагностика двигателей и других механизмов по продуктам износа в смазочном масле.

Наименование	Назначение
Спектрометр ДФС-51	Анализ черных и цветных металлов и сплавов на все легирующие элементы и примеси, включая серу и фосфор.
Спектрометр ДФС-71 (до 36 каналов)	
УВИ-спектрофотометр СФ-56	Решение широкого круга задач анализа и идентификации различных веществ в химии, фармакологии, пищевой промышленности, медицине, биологии и т.д. Решение задач экологического контроля. Спектрофотометр СФ-56 может быть укомплектован приставкой диффузного отражения (в том числе, для определения цветовых характеристик образцов) и приставкой зеркального отражения.
УВИ-спектрофотометр СФ-2000	
ИК-спектрофотометр ИКС-40	Решение широкого круга задач анализа и идентификации различных веществ по их инфракрасным спектрам в химии, фармакологии, экологии и пищевой промышленности, медицине, биологии и т.д. Могут быть укомплектованы различными приставками для работы со сложными образцами.
ИК-спектрометры ФСМ	

## СПЕКТРАЛЬНЫЕ ПРИБОРЫ ТЛЕЮЩЕГО РАЗРЯДА LECO

*А.В.Исаков*

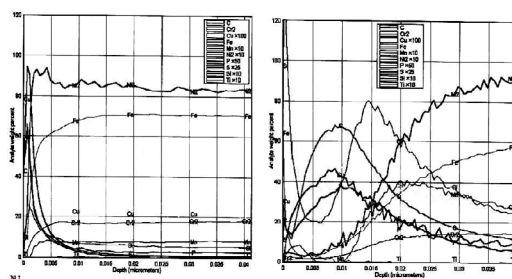
*Представительство LECO в Екатеринбурге  
620219, Екатеринбург, Красноармейская, 4  
lecoural@etel.ru, lecoural@uniim.ru*

Фирма LECO продолжает развивать серии приборов на основе технологии тлеющего разряда. В последние годы эти приборы хорошо зарекомендовали себя как за рубежом, так и в России. В числе пользователей этих приборов - Уральский электрохимический комбинат (г.Новоуральск), Ревдинский метиз-



но-металлургический завод, Институт стандартных образцов (г.Екатеринбург), “Буммаш” (г.Ижевск), “Сургутнефтегаз”, “ЮКОС-Сибнефть” (Нефтеюганск, Ноябрьск), “Брестгазоаппарат”, Лысьвенский металлургический завод и др. Тлеющий разряд позволяет получить стабильную, хорошо контролируемую гомогенную плазму. На возбуждение спектра образца не оказывает влияния эффект

“памяти” матрицы, что бывает у искровых спектрометров. Это дает ряд преимуществ по сравнению с традиционными методами возбуждения дуга/искра, получить отличные показатели стабильности и линейности калибровки. Контролируемый послойный унос вещества с поверхности образца делает тлеющий разряд чрезвычайно эффективным инструментом, как для рутинного анализа образцов различного состава, так и для послойного поверхностного анализа токопроводящих и непроводящих покрытий. Последние разработки LECO позволяют использовать тлеющий разряд для измерения толщины тонких пленок (например, оксид алюминия). Закаленные, а также азотированные материалы могут анализироваться при тех же параметрах, что и обычные материалы. При послойном анализе спектрометры исключают трудоемкие металлографические исследования, измерения твердости и химический анализ для характеристики обработки поверхности.



Послойный анализ тонкого листа нержавеющей стали одинакового химсостава для определения загрязнения поверхности на уровне до 0,04 мкм. Слева – лист сваривается, справа – не сваривается. (SA-2000, Лысьвенский металлургический завод)

При низкой стоимости анализа они за несколько минут предоставят информацию о качественном и количественном химсоставе пробы и покрытия. Опыт работы российских предприятий говорит о том, что спектральные приборы тлеющего разряда LECO могут использоваться в различных областях, где требуется анализ материалов широкой номенклатуры.

В настоящее время фирмой LECO производятся три вида спектрометров на основе тлеющего разряда: GDS-500A, SA-2000 и GDS-850A. Новейшей разработкой LECO является прибор GDS-500A - первый прибор с источником тлеющего разряда и фотодиодной матрицей вместо фотоумножителей в качестве регистрирующего устройства. Этот прибор создан для замены GDS-400A, который снят с производства.

В GDS-500A запатентованная система прохождения света с двумя дифракционными решетками позволяет при сохранении всех преимуществ приборов предыдущих поколений значительно упростить конструкцию прибора, снизить его стоимость. Прибор предназначен главным образом для рутинного анализа черных и цветных металлов в лабораториях литейных цехов.

Сравнительные характеристики спектрометров приведены в таблице.

Таблица

Сравнительные характеристики оптических эмиссионных спектрометров LECO на основе тлеющего разряда

Спецификация	GDS-500A	SA-2000	GDS-850A
Оптика	Горизонтально-центрированная сфера с выпуклой дифракционной решеткой	Горизонтальная вогнутая решетка на круге Пашена-Рунге, вакуумный спектрометр 0,4 м	Горизонтальная вогнутая решетка на круге Пашена-Рунге, вакуумный спектрометр 0,75 м
Детектор	CCD с 12,000 активными пикселями (0,007 мм ширина x 0,2 мм высота)	Фотоумножители на заданные длины волн	Фотоумножители на заданные длины волн
Спектральный диапазон	Полный спектр от 165 нм до 460 нм	Выбранные длины волн от 149 до 450 нм	Выбранные длины волн от 120 до 800 нм
Количество каналов	Неограничено в предлагаемом диапазоне	До 24 - 30	До 58
Источник возбуждения	Источник тлеющего разряда с 4 мм анодом (опция 2 и 2,5 мм)	Источник тлеющего разряда с 4 мм анодом (опция 2 и 2,5 мм), дополнительно RF источник 4 мм	Источник тлеющего разряда с 4 мм анодом (опция 2,5 и 7 мм), дополнительно RF источник 4 мм и 2 мм

Окончание табл.

Спецификация	GDS-500A	SA-2000	GDS-850A
Возможность послойного анализа	нет	да	да
Вакуумная система	Двухступенчатый прямоточный вакуумный насос для спектрометра и источника возбуждения с аргоновой защитой от масляных испарений	Двухступенчатый прямоточный вакуумный насос для спектрометра с аргоновой защитой от масляных испарений, второй насос для источника возбуждения	Двухступенчатый прямоточный вакуумный насос для спектрометра с аргоновой защитой от масляных испарений, второй насос для источника возбуждения. Опция - турбопомпа
Температурная стабильность	Автоматически поддерживается на уровне 36 °С с точностью +/- 0,10 °С	Автоматически поддерживается на уровне 36 °С с точностью +/- 0,10 °С	Автоматически поддерживается на уровне 36 °С с точностью +/- 0,10 °С
Размеры	118 x 105 x 80 см	118 x 130 x 80 см	130 x 140 x 87 см
Вес	239 кг	300 кг	621 кг

## СПЕКТРОМЕТРЫ МФС-8, ДФС-51 С НОВЫМИ ИСТОЧНИКАМИ ВОЗБУЖДЕНИЯ СПЕКТРОВ

*П.С.Крылов, Н.П.Соловьев, О.Г.Торонов*  
 ЗАО «Спектральная лаборатория»  
 191123, Санкт-Петербург, а/я 500  
 spectrlab@mail.ru

За десятилетия, прошедшие со времени разработки генераторов УГЭ-4, ИВС-6 существенно изменилась элементная база приборов, появилась возможность разработать новые источники возбуждения спектров для спектрального анализа гораздо меньших габаритов. Кроме того, совмещение в одном приборе многих режимов не всегда необходимо, ведет к усложнению и удорожанию генераторов. В связи с этим в рамках ЗАО «Спектральная лаборатория» разработаны и поставляются по заказам 2 новых малогабаритных источника возбуждения спектров. Эти источники поставляются как в комплекте с новыми спектрометрами МФС-8 «СЛ» (Внесен в 2003 г. в Государственный Реестр средств измерений) и ДФС-51 «СЛ», так и по отдельным договорам поставки.

Эти генераторы прошли всестороннюю проверку в заводс-

ких лабораториях и могут быть поставлены: ИВС-97 - как замена УГЭ-4 в соответствующем режиме, а ИВС-500 - как замена ИВС-6, а также для комплектации эксплуатирующихся на заводах и новых спектрометров МФС-8 и ДФС-51 в ЗАО «Спектральная лаборатория».

Оба типа источника возбуждения спектров обладают лучшими аналитическими характеристиками по сравнению со своими предшественниками, а также отличаются высокими эксплуатационными качествами: малой энергоемкостью, надежностью, ремонтпригодностью.

С внедрением источников на Ашинском металлургическом, Пермском моторном, Чебоксарском тракторном, Невском машиностроительном и других заводах стало возможным проводить спектральный анализ сложных материалов (стали жаропрочных и жаростойких марок, аморфных сплавов, сложных сплавов для лопаток турбин, легированных чугунов и других).

Технические характеристики источников возбуждения спектров

	Параметр \ Источник	ИВС-97	ИВС-500
1	Применение	МФС-4, -6, -8, ДФС-10, -36, -40, -44, спектрографы ИСП-22, ИСП-30, СТЭ-1	ДФС-51, ДФС-41, спектрометры ARL, BAIRD
2	Штатив	Воздушный	С аргоновой продувкой
3	Тип разряда	Низковольтная искра плюс дуга переменного тока	CRL –разряд
4	Напряжение заряда емкости в контуре	300-560 В	До 590 В
5	Емкость контура	4-34 мкФ	2, 4, 6, 8 мкФ
6	Резистор в контуре	4,4 Ом	1, 2, 4, 6 Ом
7	Индуктивность контура	150 мкГн	150 мкГн
8	Частота разряда	100 имп/с	300-600 имп/с
9	Точность стабилизации заряда	не хуже 0,5 %	не хуже 0,5 %
10	Потребляемая мощность	Не более 750 Вт, 220 В 50 Гц	не более 750 Вт, 220 В 50 Гц
11	Вес	7,0 кг	9,0 кг



## **СПЕЦИАЛИЗИРОВАННЫЕ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ СИСТЕМЫ НА БАЗЕ ГАЗОВЫХ ХРОМАТОГРАФОВ PROG+**

*А.С.Плинер*

*Уральское представительство Intertech Corporation (США)*

*620148, Екатеринбург, 8 Марта, 66, офис 45*

*intertech@ural.org*

Газовая хроматография является мощным аналитическим методом, получившим широкое распространение в самых различных областях науки и техники для количественного анализа широчайшего круга веществ.

Имея в своем распоряжении целый арсенал хроматографических колонок и детекторов, этот метод дает возможность проводить количественный анализ различных смесевых объектов.

В настоящее время на рынке аналитических приборов представлено множество компаний, производящих лабораторные хроматографы.

Особенностью же промышленного использования газовой хроматографии является то, что, как правило, время анализа в газовой хроматографии измеряется десятками минут. Этот факт накладывает ограничения на использование традиционных схем газовой хроматографии при анализе в режиме "онлайн". Также при использовании традиционных схем подчас не удастся подобрать колонку и детектор, дающие удовлетворительные результаты разделения всех требуемых компонентов и необходимую чувствительность детектора. Кроме того, определение низких содержащих примесей на фоне основного компонента подчас затруднено тем, что основной компонент не только снижает эффективность хроматографического разделения, но и просто «забивает» колонку, а также делает невозможным применение высокочувствительных детекторов.

Применение хроматографических систем, сконфигурированных для анализа конкретных примесей и объектов, не только значительно сокращает время анализа, но и снижает расход рабочих газов, подчас дорогостоящих.

Использование техники переключения колонок и детекторов позволяет не только применять в одной хроматографической системе несколько колонок и детекторов, но и проводить одновременный анализ по нескольким каналам, что значительно снижает время анализа.

В настоящее время имеется значительный опыт по созда-

нию хроматографических систем для анализа природных газов, нефти и продуктов ее переработки, чистых газов, таких как водород, азот, кислород, аргон, неон, ксенон, углекислый газ и т.д., газов для полупроводниковой промышленности, полимерных материалов, продуктов основного и тонкого органического синтеза, а также систем мониторинга окружающей среды. Кроме того, компания предоставляет инженеринговые услуги по созданию хроматографических систем, соответствующих потребностям заказчика. Гарантия распространяется не только на само оборудование, но и на результаты анализа.

## **ФОТОГРАФИЧЕСКИЕ МАТРИЧНЫЕ АНАЛИЗАТОРЫ СПЕКТРА МАС-СЛ И МАС-СП**

*Е.Г.Руденко, М.П.Алтынцев, А.А.Кузнецов*  
*ОАО «Омский агрегатный завод»*  
*644007, Омск, Герцена, 48*  
*nikitenko\_boris@mail.ru, kand\_2001@mail.ru*

В устройствах атомно-эмиссионного анализа автоматизация промышленного контроля осуществляется в основном за счет совершенствования процессов поиска контролируемых линий, последующего вывода измеренных значений информационных параметров элементов на выходные блоки обработки результатов измерений с помощью градуировочных графиков.

Качественный скачок в направлении дальнейшего совершенствования спектральных методов возможен в принципиально ином подходе к решению задач повышения эффективности и качества анализов. В частности, он заключается в разработке новых методов исследования спектрального состава, как некоторой макросистемы (спектральной матрицы), представленной совокупностью ее отдельных частей (спектральных линий) относительно эталонной матрицы, находящейся в той же самой системе отсчета. Эти исследования спектрального состава должны производиться в процессе диалогового режима работы оператора с компьютером.

Решение задач в таком виде позволяет расширить функциональные возможности метода и одновременно увеличить область его практического применения. Например, становится возможным создание систем входного экспресс анализа и определения марок неизвестных объектов. До настоящего време-

ни подобные задачи в какой-то мере могли быть решены только малопродуктивными химическими методами.

Ниже рассматривается принцип действия фотографических систем анализа с использованием промышленных спектрографов (матричные анализаторы спектров МАС-СП) и стилоскопов (матричный анализатор спектров МАС-СЛ).

Общим в устройствах является то, что перевод изображений спектров излучения в компьютер осуществляется с помощью телевизионных микрокамер. Далее в диалоговом режиме производятся дальнейшие исследования спектральных матриц.

На рисунке показан принцип действия фотографического анализатора МАС-СП. На нем регистрация координат спектральных линий, в зависимости от длин волн излучения, осуществляется при помощи координатной линейки. Ее положение на спектрограмме фиксируется совмещением реперной линии с соответствующим делением линейки. Значения почернений выводятся в окно, расположенное рядом с курсором. Для повышения точности определения максимума интенсивности предусмотрен автоматический поиск этого значения.



Изображение спектрограммы на мониторе



Принцип действия анализатора МАС-СП

Одним из очевидных преимуществ такой системы является высокая производительность анализов за счет устранения ручных операций определения почернений на промышленных микрофотометрах. При этом повышается точность анализов, увеличивается производительность контроля и снижаются затраты на приобретение микрофотометров, их обслуживание и ремонт.

Структурная схема количественных анализов на стилоскопах с помощью анализаторов МАС-СЛ такая же, что и на МАС-СП. Отличие заключается в том, что перенос видимого изображения спектра производится непосредственно в процессе обыск-

ривания проб и эталонов. Для этих целей используется цветная телевизионная микрокамера, помещающаяся вместо объектива стилоскопа.

До настоящего времени на стилоскопах проводились только полуколичественные анализы. Содержание элементов оценивалось оператором субъективно в процессе визуального просмотра изображений спектров. Предлагаемая методика позволяет выполнять количественный анализ материалов и изделий.

Матричные анализаторы прошли производственные испытания на ОАО «Омский агрегатный завод».

## **ФОТОЭЛЕКТРОННАЯ КАССЕТА С ОХЛАЖДЕНИЕМ К СПЕКТРОГРАФАМ**

*Б.В.Добролеж, Ю.А.Бушев, В.Г.Макаренко, О.Н.Смирнов, В.Г.Черненко  
ЗАО «Спектральная лаборатория»  
191123, Санкт-Петербург, а/я 500  
spectrlab@mail.ru*

Фотоэлектронная кассета разработана для автоматизации процесса спектрального анализа и расширения аналитических возможностей спектрографов типа ИСП-22, -28, -30, ДФС-8, -13, PGS-2, СТЭ-1 и других. Кассета вставляется в спектрограф вместо обычной кассеты с фотопластинкой. Внутри кассеты на месте фотографической пластинки расположен ряд микросхем, имеющих светочувствительный слой, разделенный на тысячи отдельных ячеек, каждая из которых может индивидуально измерять интенсивность падающего на нее светового потока. Соответствующая электроника обеспечивает регистрацию этих сигналов, которые после обработки поступают в персональный компьютер. Таким образом оператор может одновременно наблюдать спектр материала на экране дисплея, производить качественный и количественный анализ сразу в процентах концентрации за 10-60 секунд. При этом становятся ненужными фотопластинки, химические реактивы, утомительные процессы расшифровки спектров. **Применение охлаждения ПЗС-линеек в 5-7 раз увеличило динамический диапазон** измеряемых спектральных линий, что позволило использовать наш **цифровой спектрограф** при анализе материалов, содержащих как высокие, так и низкие концентрации элементов вплоть до микропримесей.

Технические характеристики фотоэлектронной кассеты		
1	Назначение	Автоматизация, расширение аналитических возможностей спектрального анализа на спектрографах и спектрометрах
2	Типы спектрографов	ИСП-22, -28, -30; ДФС-8, -13; PGS-2; СТЭ-1 и другие
3	Типы спектрометров	МФС-4, -5, -6, -7, -8; ДФС-36, -40,
4	Время анализа	10 - 60 секунд
5	Количество анализируемых элементов	Не ограничено
6	Вид выводимой информации	Непосредственно в процентах концентраций элементов на экране монитора, принтере, долговременной памяти
7	Анализируемые материалы	Металлы, сплавы, руды, порошки, золы и т.д.-все, что можно анализировать на спектрографах
8	Фотоприемники	ПЗС –линейки фирмы «TOSHIBA» (Япония)
9	Размеры одного элемента	8 мкм x 200 мкм
10	Количество элементов в одной ПЗС-линейке	3648
11	Регистрируемая спектральная область	200 - 900 нм
12	Количество ПЗС-линеек	4 - 8, по спецзаказу до 24 линеек
13	Наличие мертвых зон	Отсутствуют
14	Тип интерфейса	USB
15	Программное обеспечение	Среда «WINDOWS», есть программы для качественного и количественного анализов
16	Скорость регистрации	До 50 кадров в секунду

Фотоэлектронная кассета ЗАО «СПЕКТРАЛЬНАЯ ЛАБОРАТОРИЯ» имеет СЕРТИФИКАТ ГОССТАНДАРТА РФ об утверждении типа средства измерений RU.E.31.001.A 12558 и допущена к применению в качестве законного средства измерений.

Кассета установлена на заводах: «Красное Сормово» (Н.Новгород), «АТЛАНТ» (Минск), Чусовском металлургическом, Волжском подшипниковом, Курском аккумуляторном, Запорожском абразивном, Санкт-Петербургском Сталепрокатном, ЗАО «Першинское литье» (Киржач), «СТАРТ» (Долматово), а также НИИ Электроугольных изделий, РНЦ «Прикладная химия» (Санкт-Петербург) и других.

## **ФОТОЭЛЕКТРИЧЕСКИЙ МАТРИЧНЫЙ АНАЛИЗАТОР СПЕКТРА МАС-ДЛ**

*М.П.Алтынцев, А.А.Кузнецов, А.Е.Руденко*  
*ОАО «Омский агрегатный завод»*  
*644007, Омск, Герцена, 48*  
*nikitenko\_boris@mail.ru, kand\_2001@mail.ru*

Наиболее широкое распространение в области фотоэлектрического атомно-эмиссионного количественного анализа получили автоматизированные устройства, первичные преобразователи которых представлены системой фотодиодных линеек. Такие датчики способны регистрировать и преобразовывать в напряжение интенсивность излучения любой спектральной линии во всем интервале излучения. На конечных этапах исследований по градуировочным графикам производится преобразование напряжения с выхода диодных линеек в процентное содержание элементов.

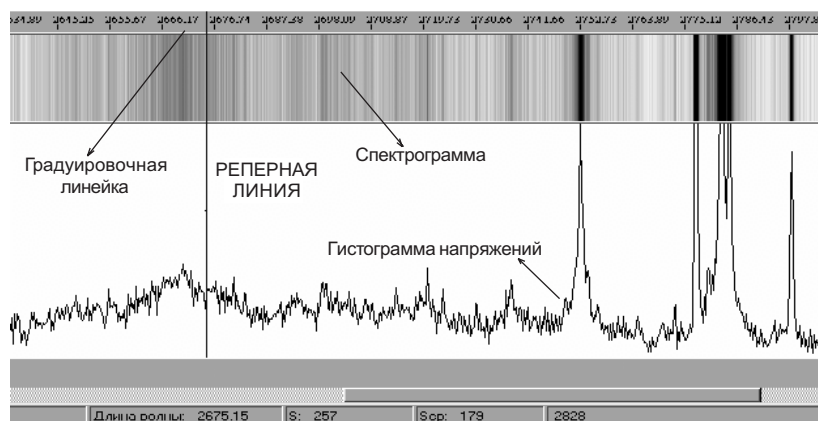
Кроме преимуществ эти устройства имеют ряд недостатков. К ним следует отнести, прежде всего, продольное смещение выходных сигналов вследствие изменения параметров окружающей среды, вызывающих деформации входной щели. Существенное влияние на процессы формирования параметров импульсов напряжений оказывают также такие факторы, как наличие колебаний напряжений в цепи газового разряда, прохождение наводок по цепи питания и нестабильность работы источника возбуждения спектра. Все это приводит к появлению грубых и систематических ошибок.

Очевидно, что дальнейшее совершенствование спектральных методов должно производиться за счет решения таких важных задач, как повышение точности и достоверности результатов анализа. В работе эти задачи решаются за счет разработки специализированных методик исследования выходного сигнала с первичного преобразователя в процессе диалогового режима работы оператора с компьютером. В этом режиме производятся измерения участков спектра излучения, представленного матрицей в виде спектрограммы, как совокупности спектральных линий.

В фотоэлектрическом устройстве МАС-ДЛ на монитор выводятся спектры электрических импульсов в виде гистограммы напряжения, которые затем преобразуются в эквивалентные спектрограммы (см. рисунок). На следующих этапах осуществляются измерения относительных почернений спектральных

линий. Получение конечного результата осуществляется по той же методике, что и для фотографического метода анализа. Это позволяет увеличить точность результатов за счет индивидуального подбора линий сравнения и основных линий с близкими потенциалами возбуждения.

Поиск спектральных линий также осуществляется также по методикам фотографического анализа. Для реализации этих методик на монитор дополнительно выводится градуировочная линейка (см.рис.), которая калибруется реперной линией с известной длиной волны. Абсолютная погрешность соответствия координат линейки и линий на спектрограмме не превышает 0,5 %.



Изображение выходных сигналов на мониторе

Для устранения влияние изменения параметров окружающей среды предусмотрена электронная стабилизация «нуля» темнового тока.

Другим преимуществом устройства является возможность проведения оперативного входного экспресс контроля. Для этого, на начальных этапах производится качественный анализ соответствия материала пробы по взаимному расположению линий в спектрах пробы и образца. Окончательный выбор образца и определение марки материала осуществляется в соответствии с принципом минимума энергии из решения уравнения

$$\Delta h = \sum h_x - \sum h_{гсо}(i) = \min ,$$

где  $\sum h_x$  и  $\sum h_{гсо}(i)$  - суммарные почернения линий в материале и образце.

Среднее время анализа одной пробы составляет 10 минут, а определения марки материала пробы - 16 минут.

Устройство прошло производственные испытания на ОАО «Омскагрегат».

## **ШИМАДЗУ В РОССИИ**

*Б.Штайнхофф*

*Шимадзу Дойчланд ГмбХ (Германия)*

*Д-47269, Дуйсбург, Альберт Хаан штрассе, 6-10, Германия*

*shimadzu@shimadzu.de, shimsek@hotmail.ru*

Корпорация Шимадзу, основанная в 1875 году выдающимся японским изобретателем Гензо Шимадзу в г. Киото, на протяжении многих лет имеет официальное признание как один из лидеров мирового приборостроения с годовым объемом поставок более двух миллиардов долларов в областях аналитической техники, медицинских диагностических, аэрокосмических и технологических систем. В странах СНГ продукция Шимадзу известна более 40 лет и только за последнее десятилетие здесь установлено более 1500 аналитических комплексов в лабораториях научно-исследовательских и отраслевых институтов, промышленных предприятий, инспекций различного профиля и др.

В связи с многопрофильным назначением поставляемых приборов для обеспечения информационной и сервисной поддержки на местах в 2002 году Шимадзу, в дополнение к официальному представительству в Москве, открыла региональные офисы в Санкт-Петербурге, Нижнем Новгороде, Екатеринбурге, Новосибирске и Владивостоке. Одновременно расширен диапазон поставляемой техники: серии традиционного аналитического оборудования дополнены приборами нового поколения (спектрофотометры, хроматографы, масс-спектрометры и др.), кроме того, стали доступны системы производственного контроля и испытаний (оптические эмиссионные и рентгеновские спектрометры, электронные и зондовые микроскопы, испытательные машины и др.), а также приборы для биотехнологий (анализаторы и синтезаторы ДНК и белков, MALDI-TOF MS<sup>n</sup>-спектрометры и др.). Каждая серия оборудования включает приборы нескольких уровней с большим набором принадлежностей, что позволяет реализовать оптимальную конфигурацию аналитических систем для конкретных задач – от выполнения рутин-



ных анализов до осуществления исследовательских проектов в различных областях приложений. Корпорация Шимадзу имеет сертификат качества ISO 9001, вся предлагаемая в России продукция сертифицирована Госстандартом РФ и характеризуется высокими значениями показателя «качество/цена».

Корпорация Шимадзу намерена содействовать развитию общества во всех странах СНГ и Балтики посредством науки и технологии в соответствии с нашим принципом деятельности во имя процветания человечества и окружающей среды.

---