

ОПТОЭЛЕКТРОНИКА



ОПТОЭЛЕКТРОНИКА

XVI международный симпозиум

Применение анализаторов МАЭС в промышленности

Новосибирский Академгородок, 2018 г.



КОМПЛЕКС «ГРАНД-СВЧ» ДЛЯ АЭС АНАЛИЗА РАСТВОРОВ

О.В. Пелипасов^{1,2}, В.А. Лабусов^{1,2}, А.Н. Путьмаков^{1,2}, К.Н. Чернов³, В.М. Боровиков^{1,2}, И.Д. Бурумов^{1,2},
Д.О. Селюнин^{1,2}, В.Г. Гаранин^{1,2}, И.А. Зарубин^{1,2}

1 – Институт автоматики и электрометрии СО РАН

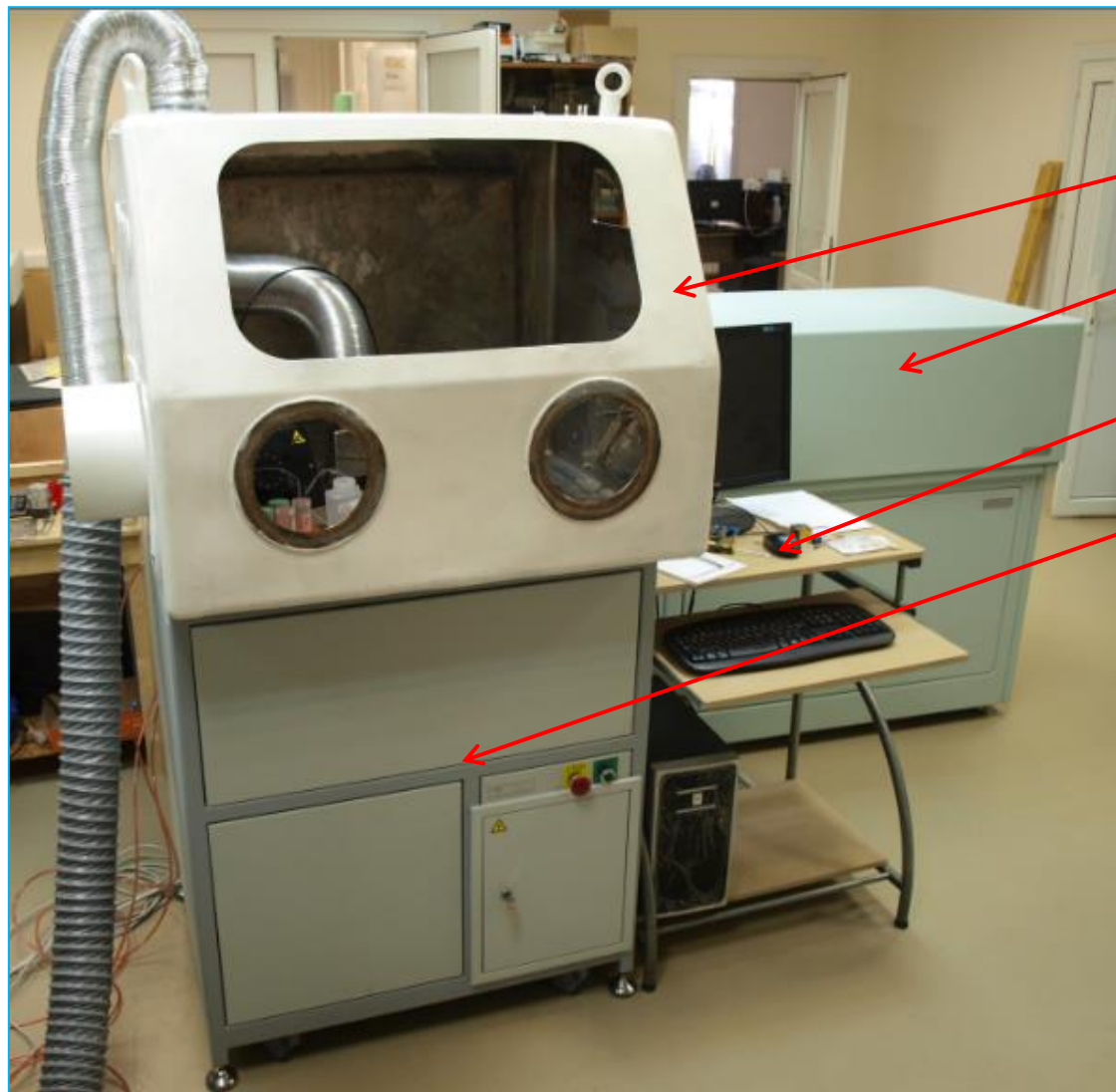
2 – ООО «ВМК – Оптоэлектроника»

3 – Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН

E-mail: pelipasov@gmail.com



Внешний вид комплекса с боксом



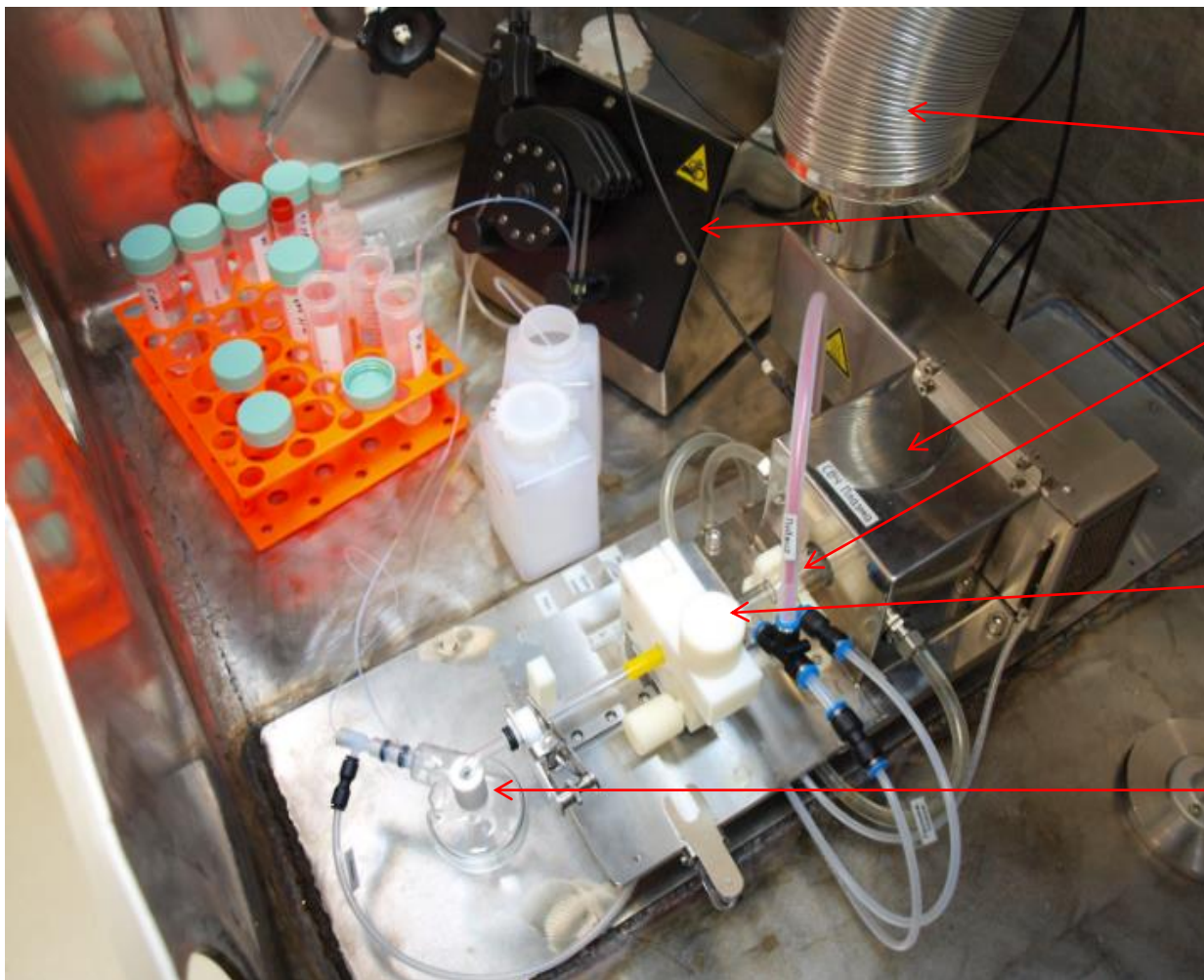
Защитный бокс

Полихроматор в корпусе

Стол для ПК

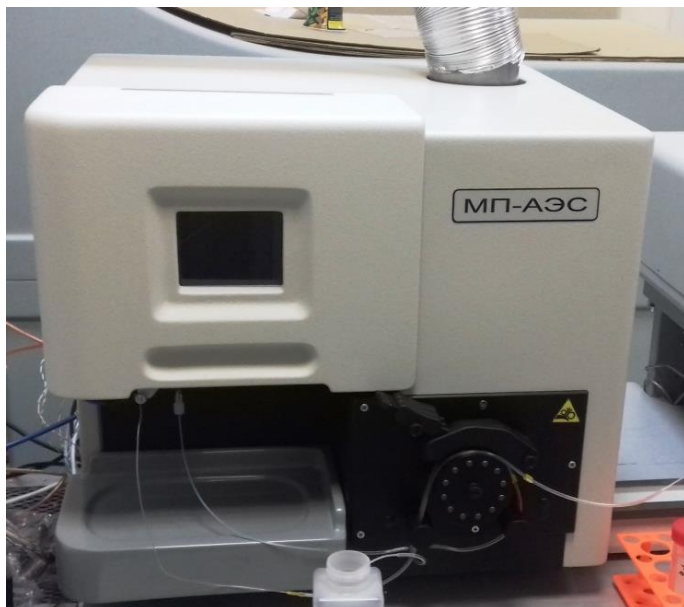
Стол для бокса

Защитный бокс

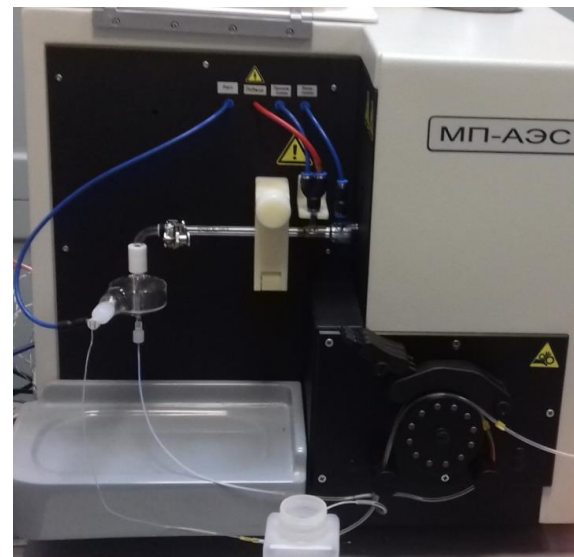


- Вытяжка
- Перистальтический насос
- Резонатор
- Горелка (факел)
- Зажим горелки
- Распылительная камера и распылитель

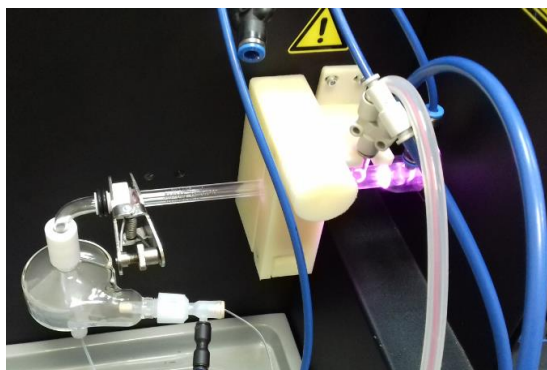
Внешний вид ист. возб. МП-АЭС



МП-АЭС



МП-АЭС с открытой дверцей

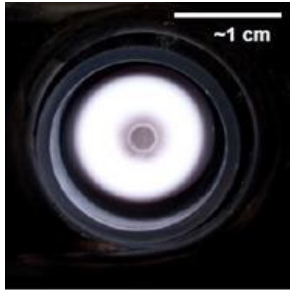


Система ввода пробы

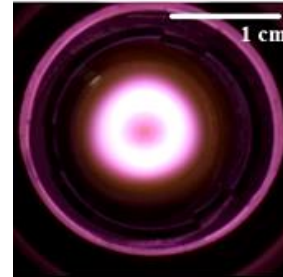


Воздушный нож

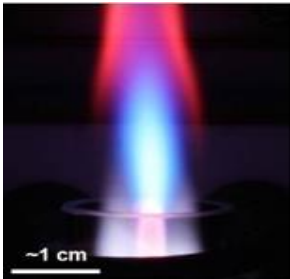
Фотографии плазмы



Аксиальный обзор
аргоновой
ИСП плазмы



Аксиальный обзор
азотной
микроволновой
плазмы



Радиальный обзор
аргоновой ИСП
плазмы



Радиальный обзор
азотной
микроволновой
плазмы

Используется струя воздуха

- Удаляется холодный шлейф плазмы
- Защищает входную аксиальную оптику от перегрева и загрязнений



Спектрометр Гранд-2

Многоканальный спектрометр «Гранд-2» в модификации с двумя дифракционными решетками с 2400 шт/мм и 900 шт/мм позволяет охватывать спектральной диапазон от 190 до 800 нм. Детектором является 2 анализатора МАЭС, состоящие из 14 кристаллов БЛПП-2000 каждый. Спектрометр позволяет регистрировать весь спектр одновременно в области 190-800 нм с временем интегрирования от 2 мс.



Источник питания магнетрона

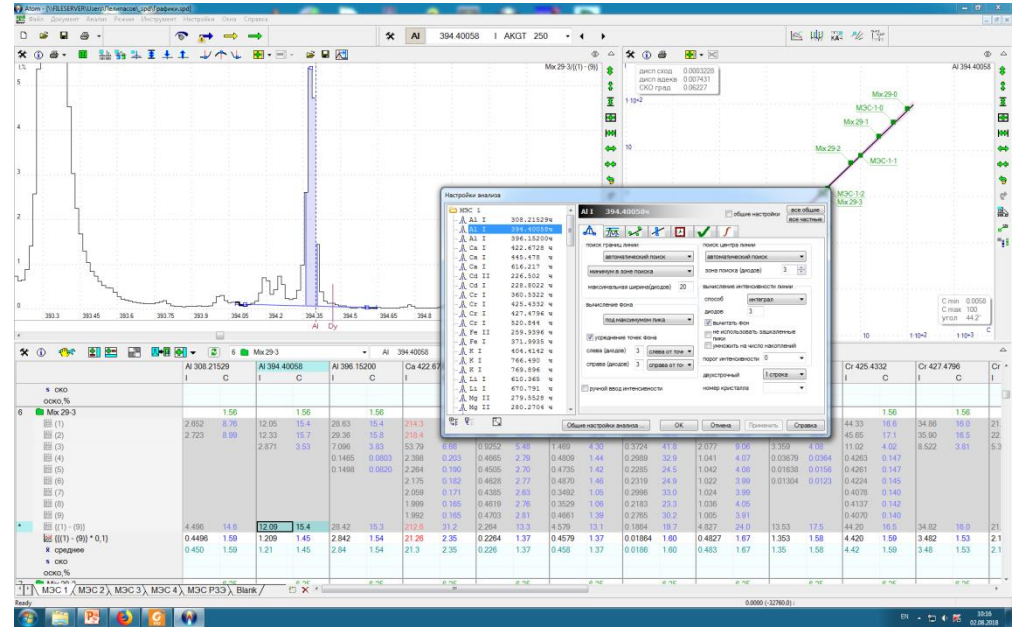
Модифицированный генератор «Везувий-3»

- Холодный старт магнетрона
- Напряжение питания магнетрона 4,2 кВ
- Анодный ток от 0 до 500 мА
- Защита от перегрева
- Стабилизация тока магнетрона при изменении входного напряжения питания от 160 до 250 В



ПО «АТОМ»

- Интуитивно понятный интерфейс
 - Набор предустановленных методов анализа и таблицы с рекомендованными длинами волн
 - Полный контроль всего процесса
 - Повторная обработка данных
 - Расширенные функции контроля качества данных (QC)
 - Корректировка градуировочного графика
 - Построение контрольных карт
 - Учет спектральных наложений и межэлементных влияний
 - Запись «выгораний»
- И многое другое***

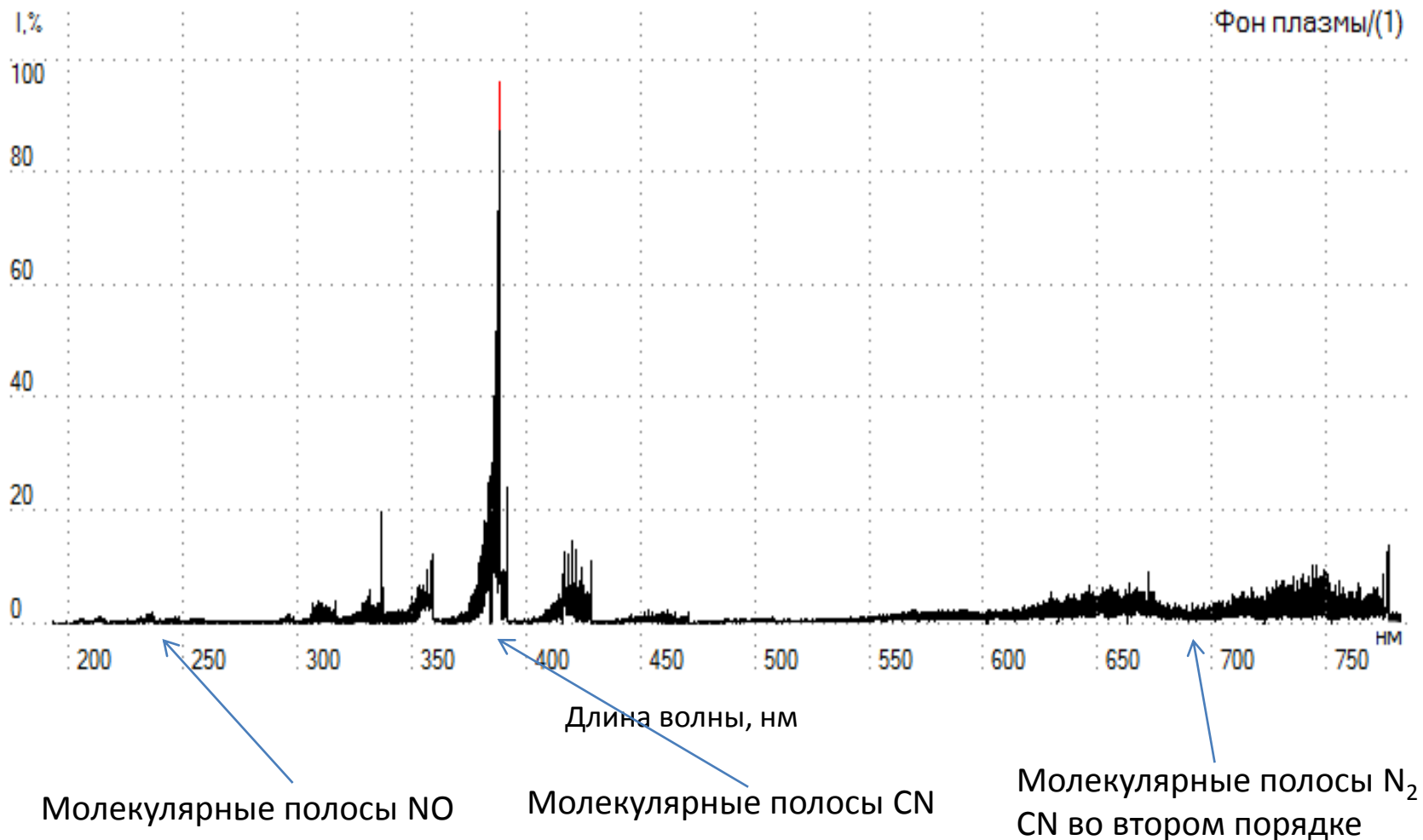


- База данных спектральных линий для ИСП плазмы
- Качественный анализ

Параметры работы

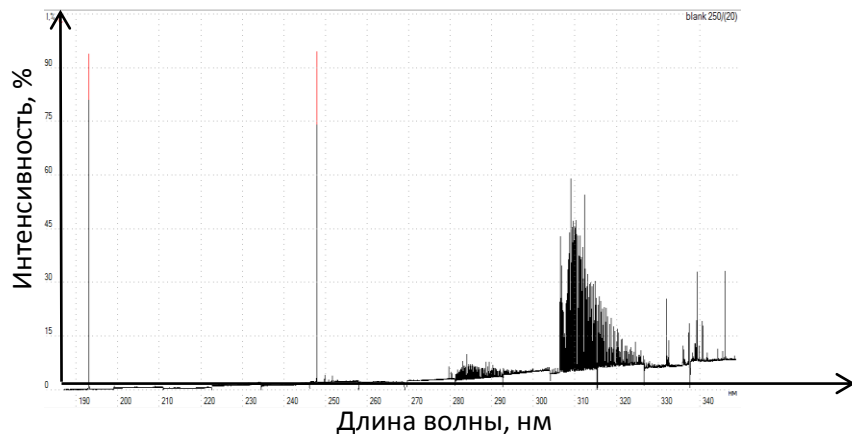
Параметр	Значение
Мощность СВЧ, Вт	1000
Поток азота – охлаждающий, л/мин – промежуточный, л/мин – распылителя, л/мин	10 0,2 0,7
Обзор плазмы	Аксиальный
Скорость перистальтического насоса в режиме измерения, об/мин	10
Скорость перистальтического насоса в режиме промывки, об/мин	60
Время измерения, сек	10
Количество реплик	3
Ширина щели спектрометра, мкм	15
Время стабилизации плазмы до измерений, минут	10
Освещение входных щелей спектрометра	4:1 ахромат f=83 мм
Базовая экспозиция многоканального детектора, мс	От 2 до 250
Спектральный диапазон, нм	190-800
Спектральное разрешение, нм	0.010 (200 нм)
Температура стабилизации детектора, °C	20

Фон микроволновой плазмы

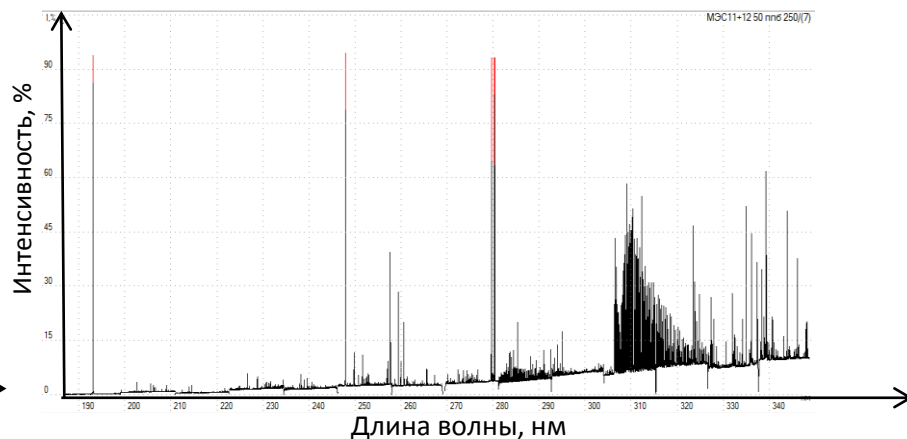


Фон микроволновой плазмы в области 190-800 нм.

Обработка спектров



1. Регистрируется Бланк (вода)

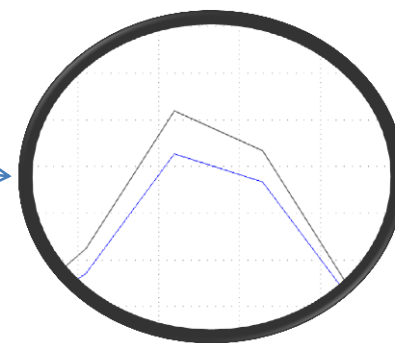
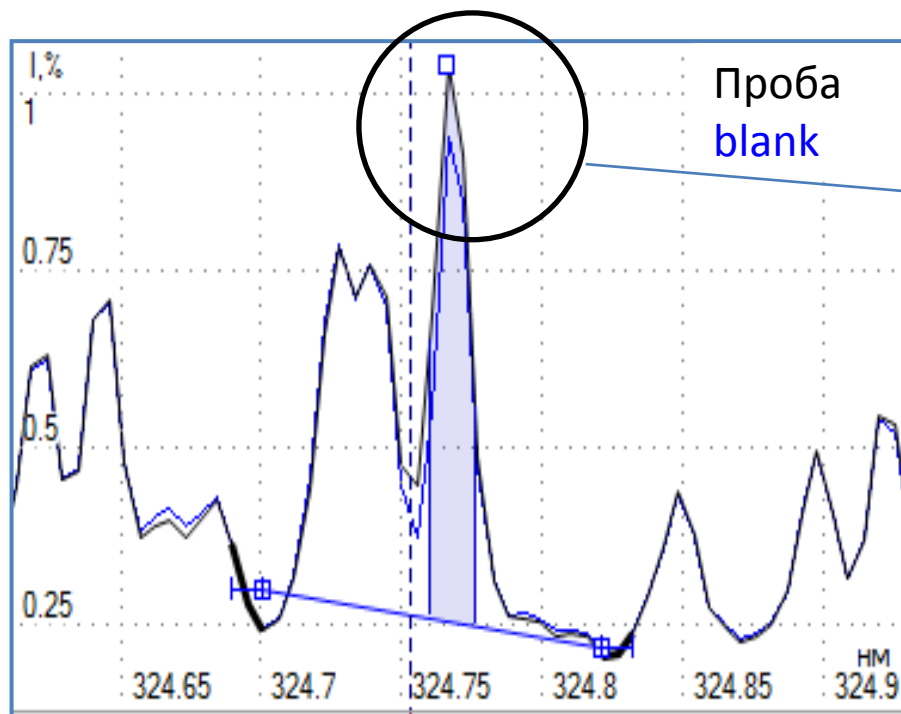


2. Регистрируется стандартный образец или проба

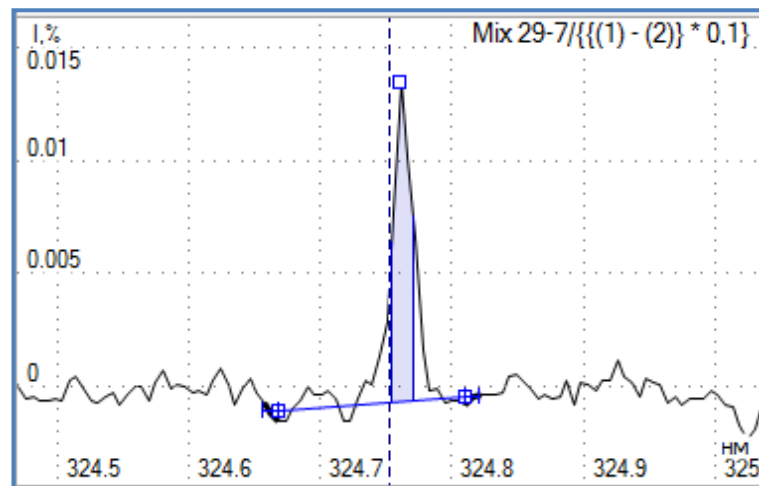


3. Математически вычитается зарегистрированный спектр Бланка из спектра Стандартного Образца или пробы. В результате получается спектр элементов пробы без молекулярных полос или других составляющих фона плазмы.

Обработка спектров

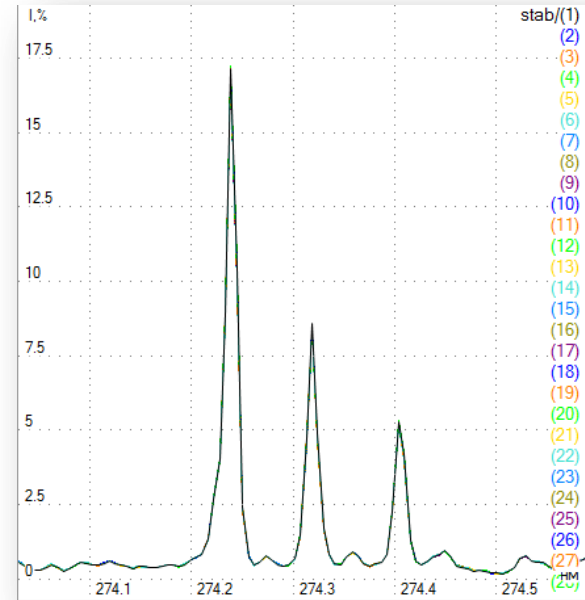
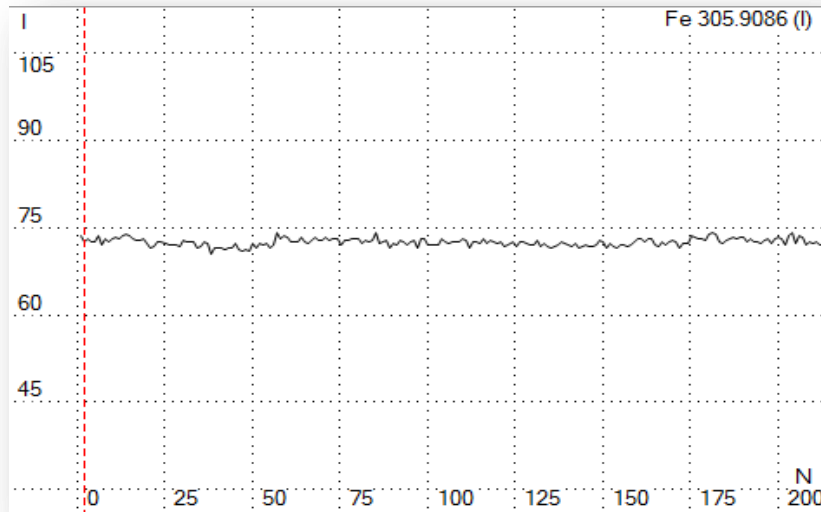


Линия меди и линия фона плазмы,
зарегистрированная как blank



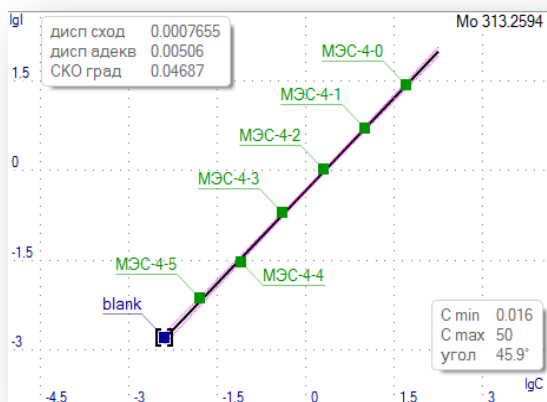
Результат вычитания спектров

Стабильность результатов анализа

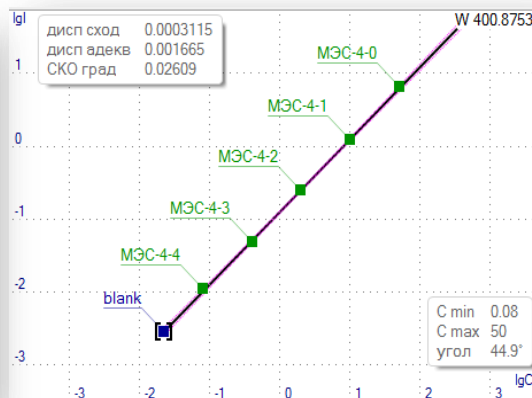


ОСКО аналитического сигнала линии Fe 305.90 нм измеряемого непрерывно в течении 6 часов без использования внутреннего стандарта составляет менее 1,5 %

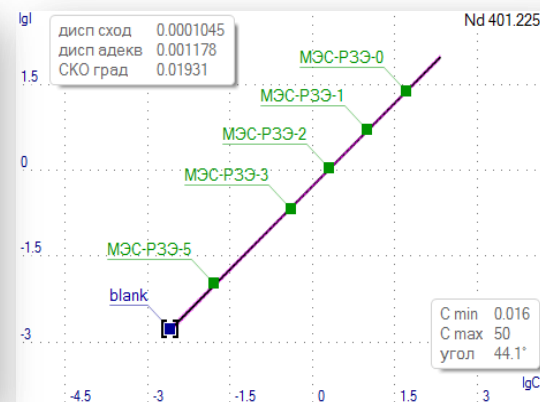
Градуировочные графики



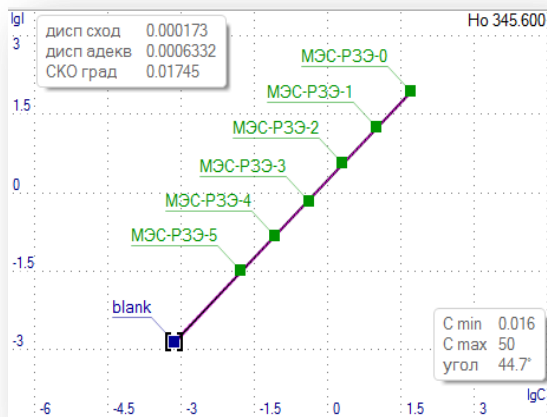
Mo 313,25 нм



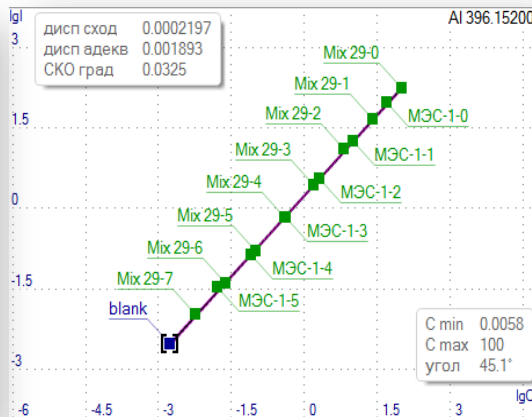
W 400,87 нм



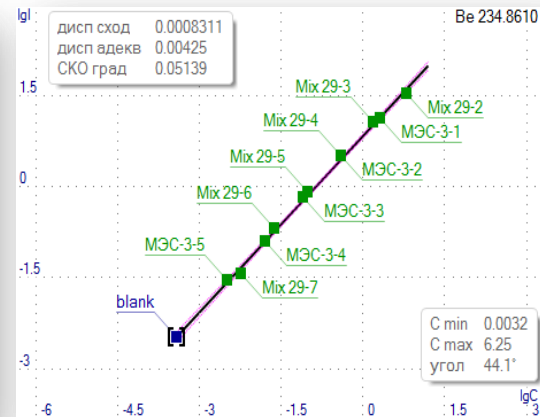
Nd 401,23 нм



Ho 345,60 нм



Al 396,15 нм



Be 234,86 нм

Линейность графика по одной линии – 10^5 с возможностью расширения до 10^7

Пределы обнаружения, мкг/л

Э-г		$\lambda, \text{нм}$	«Гранд-СВЧ»	Agilent MP 4100 [2]	ICP AES [3]	Flame AA [3]
Ag	I	328,07	0,6	0,5	0,6	1,5
As	I	234,98	52,5	60	1	150
Al	I	396,15	1,6	1,3	1	45
B	I	249.77	0,6	0,6	1	1000
Ba	II	455,4	0,2	0,2	0,03	15
Be		234,86	0,2	0,1	0,09	1,5
Cd	I	228.80	1,2	1,4	0,1	0,8
Co	I	345.35	4	н.д.	0,2	9
Cr	I	428,97	0,3	0,5	0,2	3
Cu	I	324.75	0,7	0,6	0,4	1.5
Fe	II	259.93	1,2	1,6	0,1	5
Mg	II	279.55	0,11	0,12	0,04	0,15
Mn	II	257.61	0,3	0,25	0,1	1,5
Ni	I	341.47	1,8	1,3	0,5	6
Pb	I	283,30	4,5	4,4	1	15
Sb	I	206.83	9	12	2	45
Se	I	196.02	6	7	2	100
V	II	309.31	0,4	0,2	0,5	60
Zn	I	213.85	2,8	3,2	0,2	1,5

Башилов А.В., Рогова О.Б. Атомно-эмиссионная спектрометрия микроволновой плазмы: позиционирование, возможности, достоинства и ограничения // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2016. – Т. 81, № 1(II). – С. 117-121.
 Электронный ресурс URL: https://www.perkinelmer.com/Content/relatedmaterials/brochures/bro_worldleaderaaicpmsicpms.pdf
 [Дата обращения 30.07.2018]

Плюсы микроволновой плазмы

- + Низкая себестоимость анализа из-за использования азота для образования плазмы. В качестве источника газа может использоваться генератор азота или жидкий азот;
- + Температура плазмы до 6000 К;
- + Низкие пределы обнаружения от 0,2 мкг/л;
- + Линейный диапазон до 10^7 ;
- + Возможность работать с высокоминерализованными образцами при использовании увлажнителя и распылителя для высокосолевых растворов;
- + Высокопроизводительный анализ. Возможность определения одновременно до 70 элементов за время до 10 секунд на одну пробу;
- + Возможность анализа проб объемом от 0,1 мл при использовании системы распыления пробы ограниченного объема (распылительная камера объемом 20 мл и распылитель с расходом пробы от 50 мкл/мин);
- + Высокая скорость интегрирования детектора от 2 мс позволяет использовать режим сцинтилляции для анализа взвешенных частиц в растворах, частиц пыли в газе или частиц, образованных с помощью дугового и искрового метода распыления металла, лазерной абляции и др.
- + Анализ органики. Для подавления интерференций молекул CN и C₂ в промежуточный поток вводится воздух.
- + Не требуется горючих газов для работы;
- + Не требует специальных ламп;
- + Горелка фиксируется в направляющей - не требуется юстировка;
- + Общая потребляемая мощность (включая дополнительно оборудование) не более 4 кВт
- + Меньшее по сравнению с ИСП количество ионных спектральных линий тяжелых элементов.

Минусы микроволновой плазмы

- Пределы обнаружения выше, чем в ИСП;
- Мало разработанных методик анализа объектов окружающей среды;
- ± Влияние вязкости раствора на эффективность распыления приводит к тому, что высокие содержания особенно H_2SO_4 приводят к занижению результатов анализа. С этим позволяет справиться либо использование подогнанных под пробу стандартов (по кислотности) или введение внутреннего стандарта в пробу;
- Предположительно, матричные элементы оказывают большее влияние на аналит, чем в ИСП;

Сравнение с Agilent MP 4210

Параметр	Гранд-СВЧ	Agilent MP 4210*
Мощность СВЧ, Вт	900-1400	1000
Поток азота – охлаждающий, л/мин – промежуточный, л/мин – распылителя, л/мин	10-14 0,2-1 0,3-1	20 1,5 0,3-1
Обзор плазмы	Аксиальный	Аксиальный
Время измерения 20 длин волн элементов в одной пробе, сек	10	60 (3 сек - время интегрирования длины волны элемента)
Тип спектрометра	Полихроматор	Сканирующий монохроматор
Разрешение, нм	0,01	0,05
Время стабилизации плазмы до измерений, сек	0	15
Спектральный диапазон, нм	187-780	178-780
Спектральное разрешение, нм	0.010 (250 нм)	0,05 (250 нм)
Детектор	CCD 1 × 57344 пикселей	CCD 538 × 128 пикселей
Для поджига плазмы используется	Аргон	Аргон

*<http://hpst.cz/sites/default/files/attachments/5991-7245en.pdf>

Быстродействие

13 элементов* (калибровка – 10 точек, 3 пробы)

Инструмент	Время анализа
Гранд-СВЧ	3 мин
Agilent MP-AES 4210	22 мин
ICP-OES последовательный (Optima 7000 DV)	22 мин
Agilent AA-240	25 мин
ContrAA 300 Continuum Source AAS	29 мин
AA-спектрометра «Квант – 2А»	43 мин

*При идентичных параметрах измерения (время, повторы и т.д.)

*213 -760 nm: К-Na-Ca-Cr-Cu-Mg-Mn-Fe-Co-Ni-Cd-Pb-Zn

Тяжелые металлы в водах и почвах

№ 205-39/RA.RU.311787-2016/2016 (Свидетельство о метрологической аттестации МВИ ВНИИМС)

Методика измерений массовой концентрации металлов методом атомно-эмиссионной спектromетрии с микроволновой плазмой в питьевой воде, природной (поверхностной и подземной) воде и воде для фармацевтического производства

№ 205-40/RA.RU.311787-2016/2016 (Свидетельство о метрологической аттестации МВИ ВНИИМС)

Методика измерений массовой доли металлов методом атомно-эмиссионной спектromетрии с микроволновой плазмой в пробах почв и грунтов