

Атнашев Ю.Б., Ревенко А.В., Красноперов В.С., Мелких Л.И., Курзаев Ю.Ф.

СРАВНИТЕЛЬНЫЕ АНАЛИТИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫХ СПЕКТРОФОТОМЕТРОВ СПИРАЛЬ-14 и СПИРАЛЬ-17

ГП «Уральский электромеханический завод»,
620151, Екатеринбург, почтампт, а/я 74

АТНАШЕВ ЮРИЙ БОРИСОВИЧ

главный метролог государственного предприятия
«Уральский электромеханический завод», доктор
технических наук.

Область научных интересов: спектральный анализ.
Автор 120 печатных работ, 21 авторского свидетельства,
9 патентов.

РЕВЕНКО АЛЕКСАНДР ВЯЧЕСЛАВОВИЧ

начальник конструкторского бюро ГП УЭМЗ.
Область научных интересов: аналитическое приборо-
строение. Автор 7 печатных работ, 1 авторского
свидетельства.

МЕЛКИХ ЛЕВ ИВАНОВИЧ

ведущий инженер-конструктор ГП УЭМЗ.
Область научных интересов: программирование.
Автор 6 печатных работ, 2 авторских свидетельства.

КРАСНОПЕРОВ ВЛАДИМИР СТАНИСЛАВОВИЧ

ведущий инженер-конструктор ГП УЭМЗ.
Область научных интересов: электроника. Автор 4
печатных работ.

КУРЗАЕВ ЮРИЙ ФЕДОРОВИЧ

начальник лаборатории ГП УЭМЗ.
Область научных интересов: аналитическое приборо-
строение. Автор 5 печатных работ, 3 авторских
свидетельства.

Атомно-абсорбционный метод анализа с электротермической атомизацией пробы является одним из высокочувствительных методов и нашел широкое применение в практике анализа, особенно в последние годы в связи с возросшим интересом к экологической безопасности. Несмотря на многочисленные разработки различных типов электротермических атомизаторов, серийно выпускаемые приборы комплектуются практически только графитовыми трубчатými печами [1]. Отдавая должное высоким аналитическим и эксплуатационным характеристикам современных конструкций графитовых печей, необходимо отметить, что достаточно широкий круг аналитических задач может быть успешно решен с помощью более простых и дешевых электротермических атомизаторов.

Одним из таких атомизаторов является, на наш взгляд, вольфрамовый спиральный атомизатор, предложенный в 1973 году на кафедре физико-химических методов анализа УИИ [2]. Исследования его характеристик показали, что по абсолютной чувствительности анализа он превосходит графитовую печь, по относительной чувствительности близок к ней, в сотни раз менее энергозатратен и дешевле, у него практически отсутствует «память» и он не загрязнен определяемыми элементами, имеет высокую стабильность аналитических характеристик. В то же время вольфрамовый атомизатор более критичен к солевому составу проб, не позволяет анализировать порошковые и твердые непроводящие материалы.

Тем не менее вышеперечисленных достоинств этого атомизатора вполне достаточно для производства на его основе серийных атомно-абсорбционных приборов, которые, как показала практика, позволяют решать многие аналитические задачи, особенно в области экологического контроля.

Первым серийным прибором с вольфрамовым спиральным атомизатором, который был разработан и выпускался с 1992 по 1997 год на Уральском электромеханическом заводе совместно с АО «ИТМА», был спектрофотометр СПИРАЛЬ-14. За эти годы было изготовлено 90 приборов, которые нашли применение в лабораториях санэпиднадзора, водоканалов, электростанций, охраны окружающей среды, промышленных предприятий. Прибор сертифицирован и внесен в Госреестр стандартных средств измерений.

С 1997 года начат серийный выпуск новой модели спектрофотометра с вольфрамовым

спиральным атомизатором СПИРАЛЬ-17 (рис.)

В новой конструкции прибора использованы результаты последних лет исследований характеристик спирального атомизатора и методов анализа, способов измерения аналитического сигнала и его обработки и пятилетний опыт эксплуатации спектрофотометров СПИРАЛЬ-14.

В отличие от блочной конструкции СПИРАЛЬ-14 новая модель прибора размещена в едином корпусе за исключением ПЭВМ. Оптическая система прибора, как и у СПИРАЛЬ-14, однолучевая, двухканальная с использованием дейтериевого корректора фона. Для уменьшения габаритов прибора в оптической схеме использованы три поворотных зеркала. В качестве монохроматора использован МУМ-01 с линейной дисперсией равной 3,2 нм/мм.

В СПИРАЛЬ-17 использован спиральный атомизатор больших размеров (внешний диаметр 1,6 мм и длина 3 мм) и изготовленный из более толстой проволоки (0,14 мм вместо 0,08 мм в СПИРАЛЬ-14). Увеличение размеров спирали позволяет отбирать 6 мкл пробы вместо 3 мкл для предыдущей модели, что повысило относительную чувствительность метода (табл. 1). Использование более толстой проволоки позволило повысить срок службы спирали до 1500 - 2000 измерений и несколько снизить скорость нагрева атомизатора, в связи с чем максимальное время измерения абсорбционного сигнала увеличено до 175 мс.

Таблица 1

Сравнительные пределы обнаружения некоторых элементов для спектрофотометров с вольфрамовым спиральным атомизатором СПИРАЛЬ-14, СПИРАЛЬ-17 и с графитовой печью фирмы PERKIN-ELMER (в мкг/л)

Элемент	Тип прибора		
	СПИРАЛЬ-14	СПИРАЛЬ-17	PE - 5100
Ag	0,2	0,07	0,05
Al	3,0	1,2	0,3
Cd	0,02	0,007	0,02
Co	1,0	0,5	0,4
Cr	0,3	0,1	0,08
Cu	0,2	0,1	0,25
Fe	0,8	0,4	0,3
Mn	0,1	0,05	0,09
Ni	1,0	0,5	0,8
Pb	0,5	0,2	0,15
Zn	0,5	0,3	0,3

В новой модели прибора полностью переработана конструкция автоматического пробоотборника. Держатель атомизатора выполнен с использованием только коррозионно стойких материалов. Изменена конструкция сопла для обдува спирали аргоном, что позволило вдвое снизить расход аргона и упростить замену рассеивающего фильтра. В приводах поворота

столика для проб и подъема стаканчика использованы шаговые двигатели, что позволило точно регулировать глубину погружения спирали в исследуемый раствор. За счет этого удалось снизить СКО измерений до 2-3 %.

Существенные изменения претерпели системы электропитания атомизатора и регистрации аналитического сигнала. Так, атомизатор в режиме сушки может питаться как постоянным напряжением, так и нагреваться до постоянной температуры. Атомизация пробы может быть импульсная, либо с автоматическим регулированием температуры [3]. Последний режим позволяет увеличить диапазон определения концентрации элементов до 3-5 порядков величины. Это, например, существенно упрощает методику определения цинка в питьевой воде: отпадает необходимость использования высококипящей воды для приготовления градуировочных растворов и разбавления пробы, так как диапазон определяемых концентраций составляет от десятков мкг/л до десятков мг/л. Многоступенчатый режим нагрева при пиролизе пробы, высокотемпературный отжиг атомизатора, возможность отбора определяемого элемента на спираль за счет процесса сорбции [4], многократный отбор пробы, реализация метода добавок непосредственно на атомизаторе путем последовательного отбора пробы и добавки все это значительно расширяет аналитические возможности прибора.

Существенные изменения претерпела и система измерения аналитического сигнала. Как и в СПИРАЛЬ-14 в новой модели прибора возможны измерения амплитуды импульса поглощения, либо его площади во время всего импульса атомизации или в заданном временном интервале. Для более точного регулирования уровней сигналов при использовании дейтериевого корректора неселективного поглощения введен усилитель с регулируемым от ПЭВМ коэффициентом передачи, а также увеличено количество сменных светоделительных зеркал с различным коэффициентом отражения.

Впервые в новой модели прибора введен режим измерения эмиссионного сигнала атомизируемой пробы. Это позволяет определять ряд элементов (например, калий, цезий, барий, магний) в эмиссионном режиме.

Значительное изменение претерпело и программное обеспечение нового прибора, которое написано на языке Паскаль (Borland Pascal 7.0) при помощи пакета Super Vision, обеспечивающим стандартизованный интерфейс пользователя в стиле Windows-95, и работает под управлением операционной системы MS DOS.

Управление программами осуществляется как при помощи клавиатуры, так и ручным манипулятором типа «мышь».

Входящая в комплект спектрофотометра универсальная управляющая программа обеспечивает полное управление всеми блоками прибора, автоматическое выполнение процессов градуировки спектрофотометра и измерения

концентрации, а также проведение поверки спектрофотометра. В комплект поставки методик выполнения измерений для спектрофотометра Спираль-17 входит дискета с соответствующим пакетом, обеспечивающим проведение измерений на спектрофотометре согласно инструкции на данную МВИ.

Все программы снабжены контекстной системой справки, позволяющей в любой момент получить инструкции по дальнейшим действиям в зависимости от текущего состояния спектрофотометра.

Выбирая пункты меню программы пользователь может задать определяемый химический элемент, установить режимы работы спектрофотометра, провести настройку монохроматора на длину волны (аналитическую линию) выбранного элемента, произвести градуировку спектрофотометра с построением градуировочного графика, а затем измерения концентрации искомого элемента в пробах. Программа выполнена таким образом, что стандартная последовательность действий (выбор элемента - настройка монохроматора - градуировка - измерение концентрации) задается принудительно, то есть после завершения очередной операции запрашивается подтверждение на переход к следующей. В то же время любую из них можно запустить из меню.

Программное обеспечение прибора позволяет также следить за состоянием атомизатора по изменению его омического сопротивления в процессе эксплуатации и количеству проведенных измерений с данным атомизатором, определять наличие жидкости на спирали и не допускать нагрева атомизатора без предварительного испарения раствора. В сочетании с контролем расхода аргона, автоматической предварительной продувкой газовой магистрали перед каждым новым включением прибора это обеспечило значительное увеличение срока службы атомизатора.

В спектрофотометре СПИРАЛЬ-17 имеется возможность измерения температуры спирали на всех стадиях ее нагрева, что существенно облегчает разработку методик анализа и служит объективным параметром контроля и исследования процессов атомизации и пиролиза проб.

Все ранее разработанные для СПИРАЛЬ-14 и аттестованные в Госстандарте методики анализа питьевых и природных вод, муки и хлебобулочных продуктов, вино-водочных изделий адаптированы применительно к режимам работы спектрофотометра СПИРАЛЬ-17. В

настоящее время ведутся работы по расширению круга определяемых элементов в питьевой воде, сточных водах, пищевых продуктах.

Спектрофотометр СПИРАЛЬ-17 прошел государственные испытания и внесен в Гос-



Внешний вид спектрофотометра «СПИРАЛЬ-17»

реестр средств измерений. Высокие аналитические и технические характеристики (табл. 2) и существенно меньшая стоимость прибора по сравнению со спектрофотометрами с графитовой

Таблица 2

Основные технические характеристики спектрофотометра СПИРАЛЬ-17	
Спектральный диапазон, нм	от 200 до 600
Диапазон измерения оптической плотности, Б	0-1,5
Корректор неселективного поглощения	дейтериевый
Максимальная температура атомизатора, С	3000
Объем отбираемой пробы, мкл	6
Время измерительного цикла, с	60-90
Расход защитного газа (аргон), л/мин	0,5-1
Среднее число рабочих циклов атомизатора, шт.	1500
Емкость кассеты пробоотборника, проб	16
Потребляемая мощность, В*А	не более 300
Масса, кг	не более 50
Габаритные размеры, мм, не более	680x350x610

печью позволяют рекомендовать его для использования, прежде всего, в экологическом контроле окружающей среды, при анализе пищевых продуктов, в медицине.

Литература:

1. Львов Б.В. // Заводская лаборатория. 1989. Т. 55, № 9. С. 24.
2. Атнашев Ю.Б., Музгин В.Н., Ляшенко Ю.П., Кореланов В.Е., Пилипенко Е.П. // Ж. аналит. химии. 1980. Т. 35, № 11. С. 2156.
3. Атнашев Ю.Б., Корепанов В.Е., Музгин В.Н. // Ж. прикл. спектроскопии. 1985. Т. 42, № 4. С. 537.
4. Патент РФ № 2076306. /Атнашев Ю.Б., Курзаев Ю.Ф., Мелких Л.И., Смирнова О.А. // Б.и. 1997, № 9.