

УДК 543.422.8

ПРИМЕНЕНИЕ МНОГОКАНАЛЬНОГО АНАЛИЗАТОРА ЭМИССИОННЫХ СПЕКТРОВ (МАЭС) НА ВАКУУМНОМ КВАНТОМЕТРЕ ДФС-51 ДЛЯ АНАЛИЗА СТАЛИ, ЧУГУНА И МЕДИ

В.Н.Самопляс, Н.Н.Гаврилюков, В.В.Мандрыгин
ОАО «Западно-Сибирский металлургический комбинат»
654043, Новокузнецк, шоссе Космическое, 16
rslczl@zsmk.ru

Представлены первые результаты, полученные на спектрометре ДФС-51 после установки многоканального анализатора эмиссионных спектров (МАЭС). Проведено сравнение метрологических характеристик методов анализа стали и чугуна с теми, которые были получены при использовании ФЭУ. Представлены примеры использования специфических возможностей полупроводниковых детекторов.

Самопляс Виктория Николаевна – инженер 1 категории ЦЗЛ ОАО «Западно-Сибирский металлургический комбинат» (ЗСМК).

Область научных интересов: атомно-эмиссионный спектральный и рентгеноспектральный анализ, определение газов в металлах, метрологические аспекты химического анализа.

Автор 6 публикаций.

Гаврилюков Николай Николаевич – ведущий инженер ЦЗЛ ОАО «ЗСМК».

Область научных интересов: атомно-эмиссионный спектральный и рентгеноспектральный анализ, определение газов в металлах.

Автор 13 публикаций.

Мандрыгин Владимир Васильевич – заместитель начальника ЦЗЛ - начальник рентгеноспектральной лаборатории ЦЗЛ ОАО «ЗСМК».

Область научных интересов: атомно-эмиссионный спектральный и рентгеноспектральный анализ, оборудование для анализа материалов металлургического производства.

Автор 25 публикаций.

Спектральные и рентгеноспектральные методы химического анализа активно используются в ОАО «Западно-Сибирский металлургический комбинат» уже более тридцати лет. В лаборатории эксплуатируются приборы многих ведущих зарубежных фирм: Hilger Analytical, ARL, BAIRD, Jobin Yvon, Shimadzu, Spectro, Thermo Electron.

По мере возможности мы стараемся внедрить в практику новые интересные разработки. Так, с 1993 года в лаборатории эксплуатируется энергодисперсионный рентгеновский спектрометр EX-6500 (BAIRD), обеспечивающий применение метода фундаментальных параметров. С 1995 года и по настоящее время содержание азота в экспрессных пробах стали в экспресс-лаборатории ККЦ-2 определяется спектральным методом на квантметре PDA-5017G (Shimadzu) [1]. В ноябре 2001 года введен в эксплуатацию спектрометр с индуктивно связанный плазмой IRIS Advantage Duo HR (Thermo Element) с приставкой для прямого анализа твердых образцов методом искровой аблации [2 - 5], в котором применен полупроводниковый детектор (CID).

Таким образом, рентгеноспектральной лабораторией ЦЗЛ ОАО «ЗСМК» накоплен огромный опыт эксплуатации аналитического оборудования в условиях заводской лаборатории, обслуживающей непрерывное производство. На основе опыта сформировано конкретное представление о том, каким должен быть прибор и его математическое обеспечение. Исходя из этого, мы и хо-

тели бы представить первые результаты эксплуатации МАЭС, полученные в нашей лаборатории на модернизированном спектрометре ДФС-51.

Направление аналитического приборостроения, связанное с разработкой различных типов полупроводниковых детекторов для спектрального анализа веществ, в последние годы развивается очень быстро. Уже первый наш собственный опыт работы с полупроводниковым детектором (на спектрометре IRIS Advantage) позволил ощутить те явные преимущества, которые дает его использование. Это - регистрация полного спектра со всеми вытекающими из этого возможностями: возможность выбора наиболее подходящих спектральных линий, одновременный учет фона.

На российском рынке работает несколько фирм, продающих различные типы твердотельных детекторов. Технические особенности и преимущества этих типов подробно изложены в обзоре [6]. Когда было принято решение о модернизации ДФС-51, мы остановили свой выбор на МАЭС. Это связано с тем, что используемые в нем фотодиодные линейки, по литературным данным, обеспечивают больший динамический диапазон, свободны от перетекания заряда между ячейками, обеспечивают достаточную чувствительность в ультрафиолетовой части спектра без применения сенсибилизации.

Поэтому мы с интересом отнеслись к предложению ВМК «Оптоэлектроника» провести модернизацию квантметра ДФС-51, установив МАЭС и программу «Атом», с предоставлением испытательного срока. На тот момент, данный прибор (Зав. № 880006) уже длительное время находился на консервации. Это, в первую очередь, было вызвано очень низкой надежностью комплекса ДВК-3. Кроме того, имелись проблемы, связанные с неудовлетворительной чувствительностью, а также низкой прецизионностью при анализе чугуна.

Техническая часть: замена ФЭУ на МАЭС, его юстировка, подключение и настройка системы управления и обработки данных была проведена специалистами ВМК «Оптоэлектроника» в течение нескольких рабочих дней, т. е. эту часть работы выполняют в кратчайшие сроки, и она не обременительна для пользователя.

После установки, в первую очередь, интерес представляло изучение аналитических характеристик МАЭС.

На данном квантметре до модернизации выполняли анализ стали и чугуна. Поэтому было интересно перенести имеющиеся программы на МАЭС и сделать прямое сравнение с результатами, полученными с применением ФЭУ. Для этого

были полностью воспроизведены аналитические программы с использованием выбранных ранее параметров работы генератора ИВС-6, аналитических спектральных линий и линий внутреннего стандарта (табл. 1 и 2).

Таблица 1
Параметры анализа стали и чугуна на ДФС-51

Материал	Сталь		Чугун	
	Обжиг	Экспозиция	Обжиг	Экспозиция
Частота, Гц	150	150	300	150
Индуктивность, мГн	15	120	15	120
Емкость, мкФ	4	4	10	4
Сопротивление, Ом	0	5	0	5
Длительность, с	10	30	10	30

Таблица 2
Аналитические линии, применяющиеся
на ДФС-51 с ФЭУ

Элемент	Длина волны, нм	Диапазон определяемых концентраций, %
C	193,09	0,10-1,00
Si	212,41	0,02-1,00
Si1	288,10	1,00-2,00
Mn	293,31	0,10-1,00
Mn1	263,80	1,00-2,00
S	180,73	0,004-0,100
P	178,29	0,005-0,100
Cr	267,72	0,02-1,00
Cr1	298,90	1,00-2,00
Ni	231,60	0,02-1,00
Ni1	218,50	1,00-3,00
Al	308,22	0,004-0,400
Cu	327,40	0,02-0,80
Mo	281,62	0,10-1,10
V	311,84	0,03-0,70
Ti	337,28	0,005-0,25
Fe	271,44	Внутренний стандарт

По тому же набору стандартных образцов, который использовали при работе с ФЭУ, были построены градуировочные графики для определения 12 элементов в стали и 8 элементов в чугуне.

При этом, естественно, использовали такие специфические возможности МАЭС, как стабилизация дрейфа спектра с помощью реперных линий, выбор условий регистрации пика спектральной линии, одновременный учет фона вблизи регистрируемой линии.

Строго говоря, сравнение таких разных по сво-

ему построению систем регистрации надо вести достаточно аккуратно. Это связано с тем, что одни и те же проблемы в них решаются по-разному. Так, например, при использовании ФЭУ для выбора линейного участка зависимости фототока от интенсивности регистрируемого излучения и исключения насыщения есть возможность регулировать напряжения питания каждого ФЭУ. В твердотельных полупроводниковых детекторах для этого часто используют различные алгоритмы опроса детектора. Эти алгоритмы могут сильно отличаться у различных фирм-производителей. Пользователю даже трудно заранее предположить, как будут соотноситься зарегистрированные интенсивности аналитических линий. Поэтому возможна ситуация, например, при выборе линий внутреннего стандарта, когда прямое заимствование спектральных линий, применяемых для ФЭУ для МАЭС, не будет оптимальным.

Оценку аналитических параметров, которые дает применение МАЭС, проводили в несколько этапов.

На первом этапе рассматривали результаты, полученные без вмешательства аналитика в настройки параметров регистрации спектра или условий анализа с использованием настроек программного обеспечения (ПО), принятых по умолчанию, в том числе, автоматического поиска пика

спектральных линий, учета фона с автоматическим выбором точек его измерения и т.д.

Уже на этом этапе для ряда линий отмечается расширение динамического диапазона, меньший разброс измеренных интенсивностей. Об этом свидетельствуют результаты, приведенные на рис. 1-5. Для удобства сравнения представленные градуировочные графики построены в MS Excel по архивным данным для ФЭУ¹ и данным, полученным с МАЭС. На графиках приведен показатель достоверности аппроксимации R^2 . Он выбран вместо коэффициента корреляции, который используется в ПО спектральных приборов для оценки качества градуировочного графика, и характеризует близость аттестованных и рассчитанных по этому графику значений массовой доли определяемого элемента в калибровочных образцах.

Например, при определении кремния и фосфора в чугуне, алюминия в стали (рис. 1 - 3) использование МАЭС, при прочих равных условиях, исключает насыщение. Выбранные пары линий остаются работоспособными для определения содержания кремния до 4 %, фосфора и алюминия до 0,7 %. Различие относительных интенсивностей на графиках связано с тем, что при использовании ФЭУ интенсивность линии внутреннего стандарта Fe 271,44 нм уменьшали с помощью понижения питания ФЭУ.

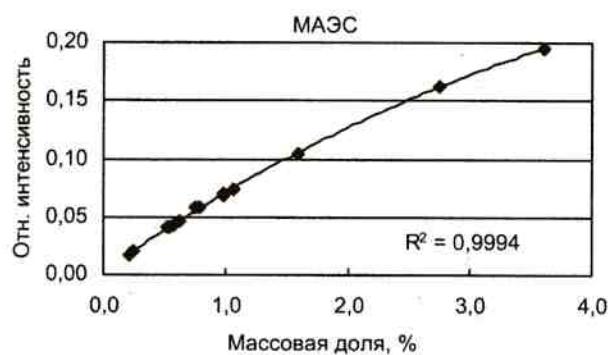


Рис.1. Градуировочные графики для определения кремния в чугуне.
Линия кремния Si 212,41 нм, линия внутреннего стандарта Fe 271,44 нм

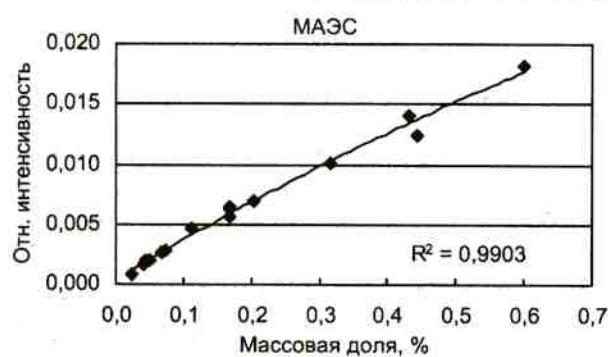
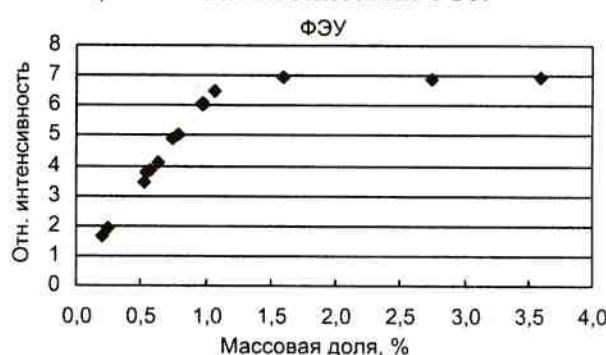
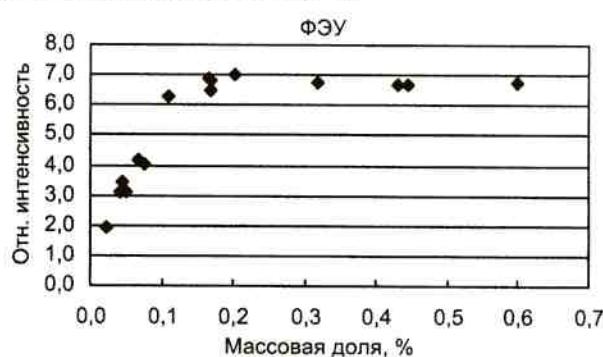


Рис.2. Градуировочные графики для определения фосфора в чугуне.
Линия фосфора P 178,29 нм, линия внутреннего стандарта Fe 271,44 нм



¹ Данные по работе ДФС-51 с ФЭУ – результаты экспериментов, выполненных для построения градуировочных графиков инженером-методистом ЦЗЛ ОАО «ЗСМК» Мерошниковой В.Е. в ходе эксплуатации прибора в 1993 году.

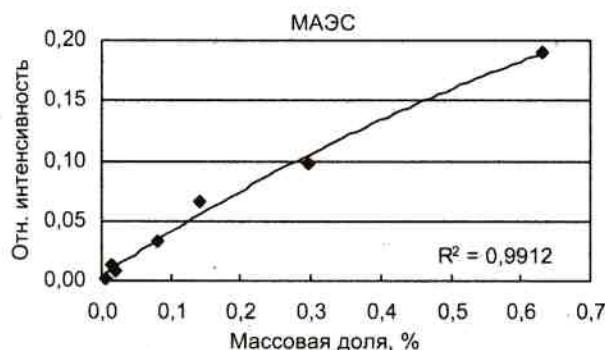
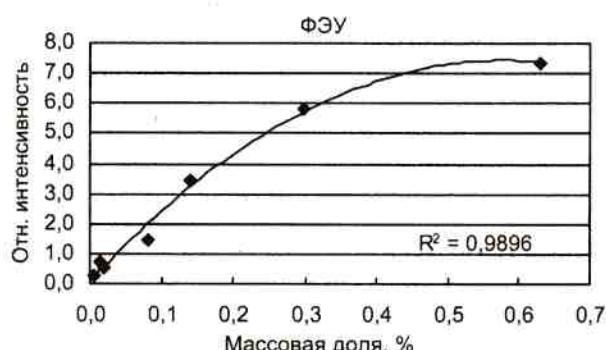


Рис.3. Градуировочные графики для определения алюминия в стали.
Линия алюминия Al 308,22 нм, линия внутреннего стандарта Fe 271,44 нм

При определении серы в стали (рис. 4) в обоих случаях приходится использовать регрессионное уравнение второго порядка. Однако МАЭС обеспечивает практически идеальную коррекцию фона и минимальный разброс точек относитель-



но градуировочной кривой. Показатель достоверности аппроксимации равен 0,9999.

Аналогичная ситуация наблюдается при построении градуировочных графиков для определения фосфора в стали (рис. 5).

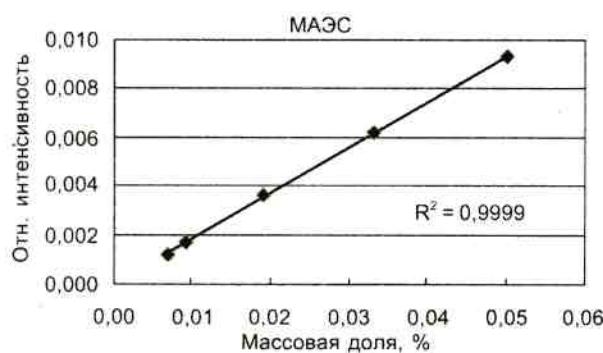


Рис.4. Градуировочные графики для определения серы в стали.
Линия сера S 180,73 нм, линия внутреннего стандарта Fe 271,44 нм

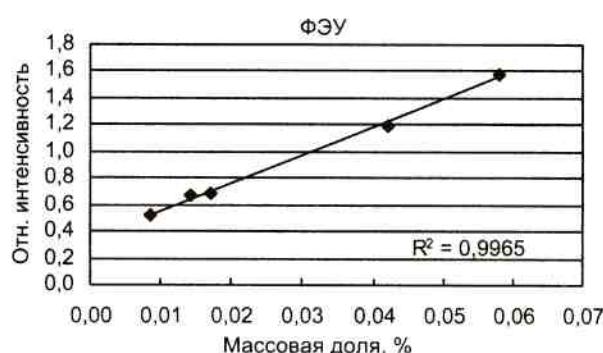
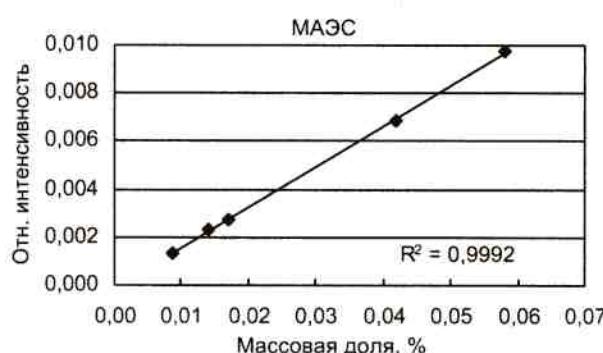
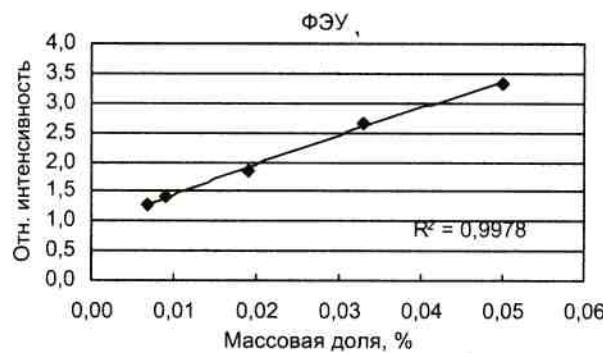


Рис.5. Градуировочные графики для определения фосфора в стали.
Линия фосфора P 178,29 нм, линия внутреннего стандарта Fe 271,44 нм

Для ряда элементов при анализе стали (углерод, кремний, марганец, медь, титан, ванадий, хром, никель, молибден) на этом этапе существенного отличия характеристик по сравнению с ФЭУ получено не было (Рис. 6 - 8).

На следующем этапе проверяли, насколько можно улучшить метрологические характеристики, используя специфические возможности, присущие полупроводниковым детекторам. Большая их часть связана с регистрацией широких участ-

ков спектра, содержащих аналитические линии, или полного спектра, с последующей визуализацией и обработкой с помощью обширного математического аппарата.

При работе с МАЭС на экране дисплея аналитик может изучить форму аналитической линии, ее окружение. Сопоставление спектров используемых стандартных образцов и рабочих проб позволяет выявить наличие спектральных наложений. Положение области измерения пика ана-

литической линии и фона могут быть выбраны оптимальным образом для образцов, содержащих

широкий диапазон концентраций определяемых и влияющих элементов.

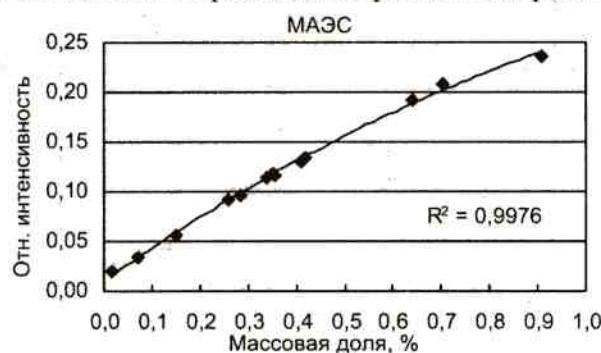


Рис.6. Градуировочные графики для определения углерода в стали.
Линия углерода 193,09 нм, линия внутреннего стандарта Fe 271,44 нм

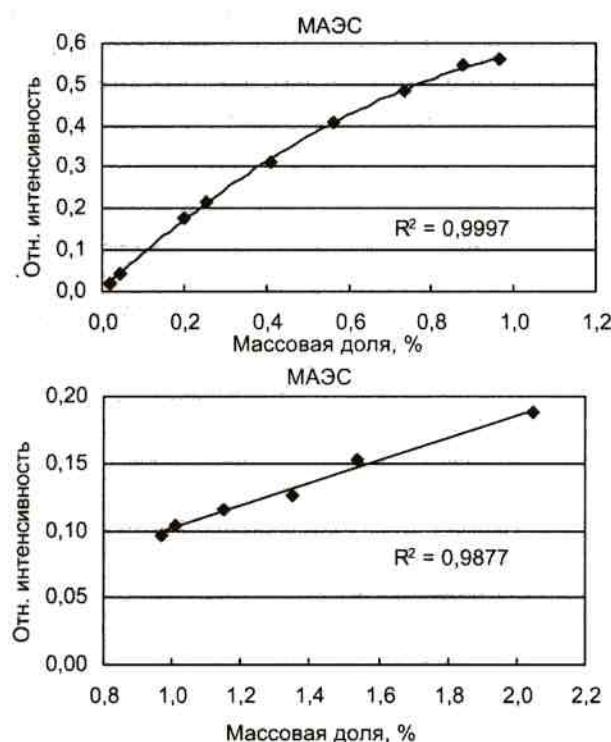
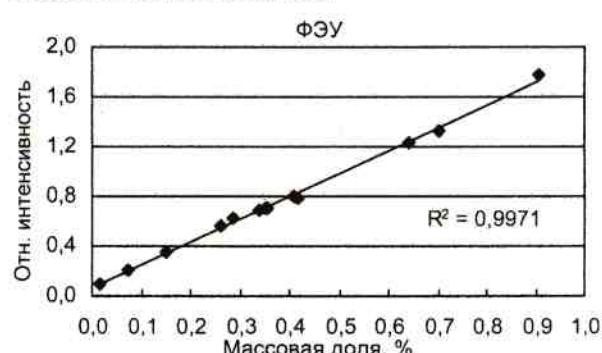
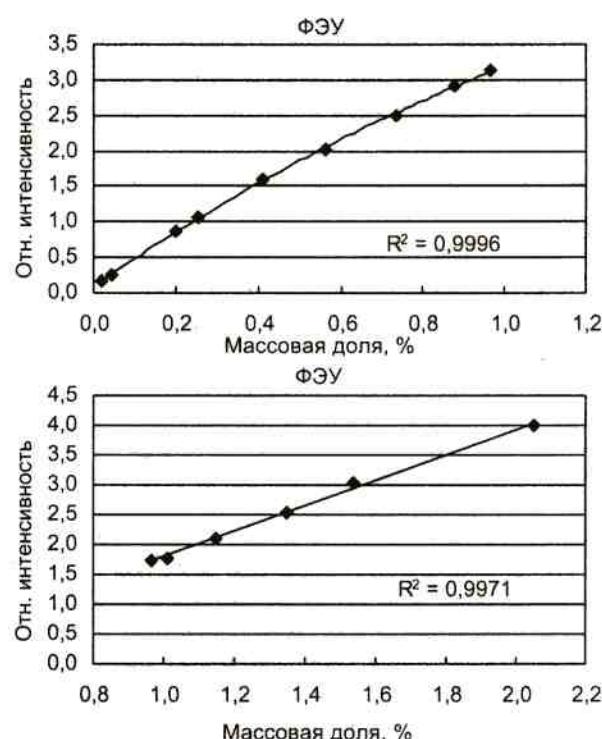
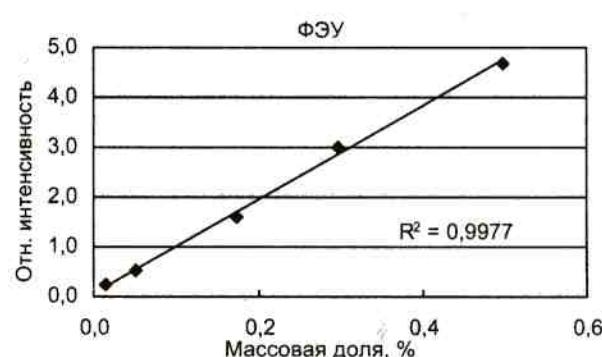
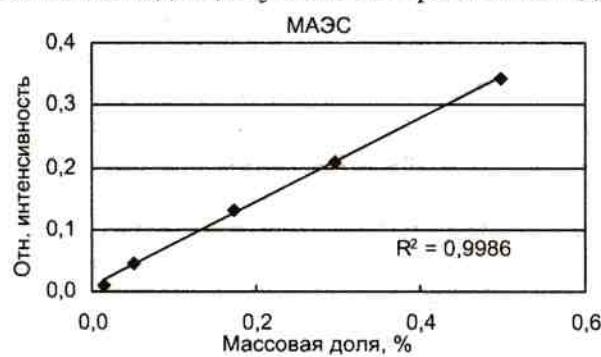


Рис.7. Градуировочные графики для определения хрома в стали.
а) Линия хрома 267,72 нм, линия внутреннего стандарта Fe 271,44 нм
б) Линия хрома 298,90 нм, линия внутреннего стандарта Fe 271,44 нм

Кроме того, имеется возможность использовать различные линии определяемого элемента и внутреннего стандарта. Фактически, для каждой аналитической линии можно взять свою, наиболее подходящую линию сравнения. Здесь



надо отметить, что в программе «Атом» имеется функция, которая позволяет подобрать наилучшую линию сравнения по рассчитанным метрологическим параметрам.



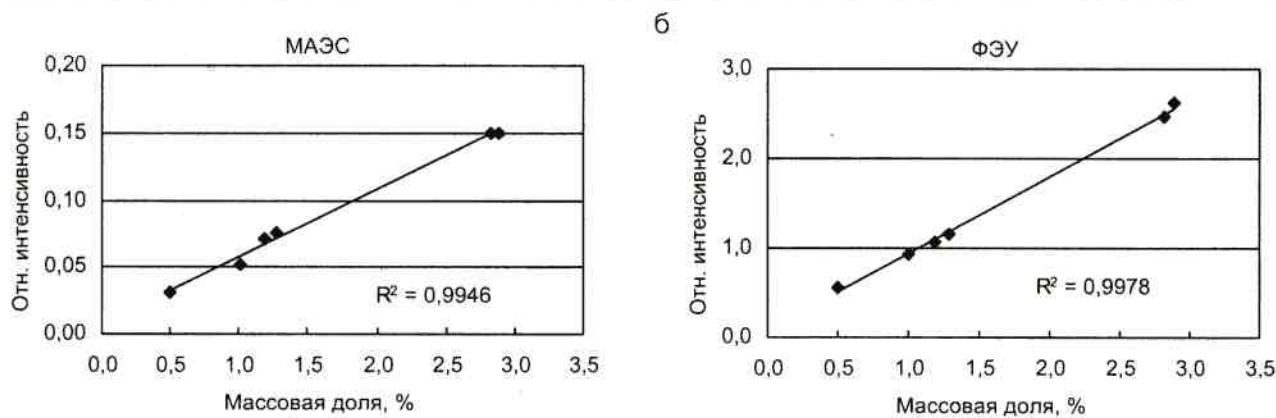


Рис.8. Градуировочные графики для определения никеля в стали.
а) Линия никеля 231,60 нм, линия внутреннего стандарта Fe 271,44 нм.
б) Линия никеля 218,50 нм, линия внутреннего стандарта Fe 271,44 нм

Эти возможности продемонстрированы на примере определения углерода в чугуне. Если при использовании тех же аналитических линий, что и на ФЭУ, использование МАЭС не дает сущес-

твенного выигрыша, то выбор другой линии внутреннего стандарта с помощью программы «Атом» позволяет улучшить достоверность аппроксимации почти на 10% (Рис. 9).

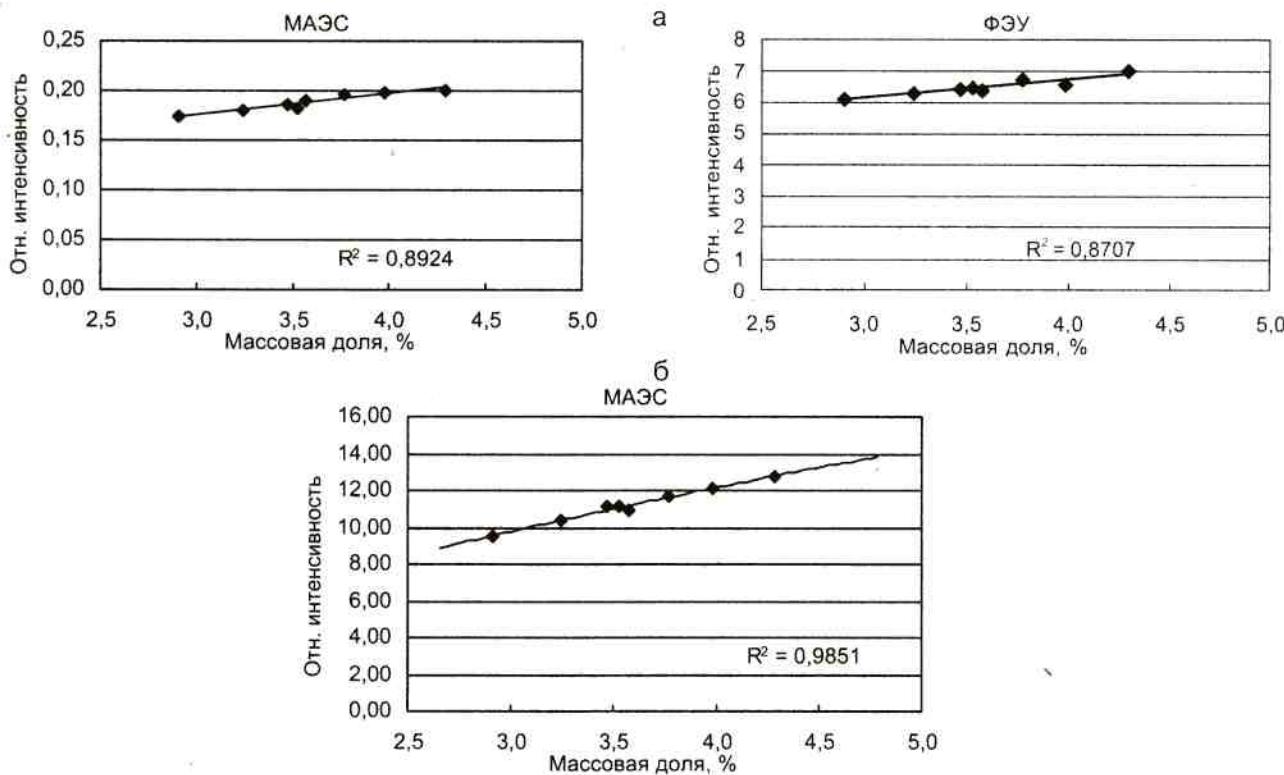


Рис.9. Градуировочные графики для определения углерода в чугуне.
а) Линия углерода 193,09 нм, линия внутреннего стандарта Fe 271,44 нм.
б) Линия углерода 193,09 нм, линия внутреннего стандарта Fe 189,85 нм

Аналогично можно ожидать улучшения результатов при определении концентрации других элементов в чугуне и стали при использовании всех возможностей МАЭС. Здесь хотелось бы отметить, что программа «Атом» удобна тем, что сохраняет полный спектр (в нашем случае это диапазон 174,15 – 337,15 нм) для каждой экспозиции. Это позволяет проводить всю работу по оптимизации условий обработки спектра (изменять набор спектральных линий определяемых эле-

ментов и внутреннего стандарта, способ нахождения пика и определения его интенсивности, выбирать точки учета фона и способ его учета) без регистрации дополнительных спектров.

Хотя сравнение характеристик двух методов регистрации выполняли на примере анализа стали и чугуна, первой практической задачей, в которой наиболее полно были использованы возможности МАЭС и программного обеспечения «Атом», по производственной необходимости стал

входной контроль меди марки М1.

Концентрации примесей, нормированные

ГОСТ 859-2001 «Медь. Марки» [7], приведены в табл. 3.

Таблица 3

Химический состав литой и деформированной меди

Обозначение марки	Массовая доля примесей, не более, %								
	Bi	Fe	Ni	Zn	Sn	Sb	As	Pb	S
M1	0,001	0,005	0,002	0,004	0,002	0,002	0,002	0,005	0,004

В табл. 4 приведены выбранные параметры анализа меди.

Таблица 4

Параметры анализа, выбранные для анализа меди

Этап анализа	Обжиг	Экспозиция
Частота, Гц	150	150
Емкость, мкФ	4	8
Индуктивность, мкГн	15	180
Сопротивление, Ом	0	2
Длительность, с	10	30

Для определения пределов обнаружения было выполнено по 10 измерений ГСО №7284-96 (ком-

плект СОМ1 – СОМ9) в условиях повторяемости. В табл. 5 приведены минимальные аттестованные содержания примесей в ГСО, полученные значения стандартного отклонения (СКО) и пределы обнаружения, рассчитанные по критерию Зб.

Был проведен эксперимент по оценке внутрилабораторной прецизионности метода в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-2002 [8]. Результаты получены в ходе долговременного эксперимента без коррекции дрейфа спектрометра. Тут надо отметить, что смещение спектра относительно МАЭС корректируется с использованием реперных спектральных линий.

Таблица 5

Пределы обнаружения, полученные на ДФС-51 с МАЭС, при анализе меди

Элемент	Bi	Fe	Ni	Zn	Sn	Sb	As	Pb	S
Шифр СО	СОМ1	СОМ8	СОМ2	СОМ1	СОМ1	СОМ1	СОМ1	СОМ1	СОМ5
С _{атп.} , %	0,00006	0,00033	0,00032	0,00027	0,0001	0,00036	0,0001	0,00024	0,00077
СКО, %	0,00007	0,00021	0,00004	0,00009	0,00004	0,0003	0,00016	0,00023	0,00021
Предел обнаружения, %	0,0002	0,0006	0,0001	0,0003	0,0001	0,0009	0,0005	0,0007	0,0006

В табл. 6 приведены полученные значения СКО в сравнении с ГОСТ 9717.1-82 «Медь. Метод спектрального анализа по металлическим стандартным образцам с фотоэлектрической регистрацией спектра» [9]. Поскольку ГОСТ 9717.1-82 нормирует относительное стандартное отклонение единичного измерения, а при анализе материалов черной металлургии принято использовать абсолютные значения СКО, то в таблице приведены пересчитанные значения. При пересчете концентрация принималась равной верхней границе поддиапазона. Для серы сравнение проводилось с ГОСТ 13938.2-78 «Медь. Методы определения серы» [10]. СКО для серы было рассчитано из нормированного ГОСТ 13938.2-78 расхождения двух параллельных измерений.

Полученные значения СКО не превышают значений, нормированных ГОСТ, что позволяет использовать модернизированный ДФС-51 с МАЭС для входного контроля медного листа в соответствии с ГОСТ 9717.1-82.

Таким образом, полученные результаты показывают, что МАЭС обеспечивает достижение метрологических характеристик нормированных ГОСТами на спектральные фотоэлектрические методы анализа.

Проведенная модернизация позволяет использовать спектрометр для анализа материалов с разной основой.

Что касается программы «Атом», то концепция ее построения существенно отличается от принятой для спектрального фотоэлектрического метода. Она скорее ближе к алгоритму работы и подходам, применяемым в спектральном анализе с фотографической регистрацией. Однако, уже в ходе нашего сотрудничества с ВМК «Оптоэлектроника» было внесено большое количество изменений и дополнений в программное обеспечение. Сотрудничество в этом направлении продолжается.

Дальнейшее улучшение метрологических параметров можно ожидать от выбора оптимальных

условий возбуждения спектра. Поэтому следующим этапом модернизации предполагается за-

мена генератора ИВС-6 на генератор «Шаровая молния» производства ВМК «Оптоэлектроника».

Таблица 6

Значения СКО, полученные при анализе меди на ДФС-51 с использованием МАЭС, и СКО, нормированные ГОСТ

Диапазон концентраций, %	СКО для элемента, %									
	Bi		Fe		Ni		Zn		Sn	
	МАЭС	ГОСТ	МАЭС	ГОСТ	МАЭС	ГОСТ	МАЭС	ГОСТ	МАЭС	ГОСТ
От 0,0005 до 0,001 вкл.	0,00014	0,00015	0,00013	0,00012	0,00006	0,00010	0,00016	0,00025	0,00009	0,00010
Св. 0,001 до 0,003 вкл.	0,00031	0,00045	0,00028	0,00036	0,00015	0,00030	0,00033	0,00075	0,00025	0,00030
0,003 до 0,005	0,00049	0,0005	0,00041	0,00055	0,00022	0,00050	0,00046	0,0010	0,00039	0,00040
0,005 до 0,01	0,00093	0,001	0,00068	0,0011	0,00038	0,0010	0,00073	0,0020	0,00072	0,00080
0,01 до 0,03	0,0027		0,0015	0,0033	0,00091	0,0024	0,0015	0,0036	0,0019	0,0018
0,03 до 0,05	0,0045		0,0022	0,0045	0,0014	0,0035	0,0022	0,0050	0,0030	0,0025
0,05 до 0,1	0,0089		0,0036	0,0090	0,0023	0,0070	0,0034	0,010	0,0055	0,0050

Диапазон концентраций, %	СКО для элемента, %							
	Sb		As		Pb		S	
	МАЭС	ГОСТ	МАЭС	ГОСТ	МАЭС	ГОСТ	МАЭС	ГОСТ
От 0,0005 до 0,001 вкл.	0,00015	0,00012	0,00017	0,00012	0,00019	0,00014	0,000077	
Св. 0,001 до 0,003 вкл.	0,00030	0,00036	0,00039	0,00036	0,00040	0,00042	0,00021	0,00018
0,003 до 0,005	0,00045	0,00050	0,00058	0,00050	0,00061	0,00060	0,00034	0,00037
0,005 до 0,01	0,00082	0,0010	0,0010	0,0010	0,0011	0,0012	0,00068	0,00074
0,01 до 0,03	0,0023	0,0024	0,0023	0,0024	0,0032	0,0036	0,0020	
0,03 до 0,05	0,0038	0,0035	0,0035	0,0030	0,0053	0,0050	0,0033	
0,05 до 0,1	0,0075	0,0070	0,0060	0,0060	0,011	0,010	0,0067	

ЛИТЕРАТУРА

1. Мандрыгин В.В. Внедрение спектрометра PDA-5017G в практику аналитического контроля в конвертерном цехе Западно-Сибирского металлургического комбината / В.В.Мандрыгин, Н.П.Сучкова, И.Д.Исмайлов // Завод. лаб. 2002. Т.68, №6. С.64-68.
2. Гаврилюков Н.Н. Определение примесей в низкоуглеродистой стали методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанный плазмой с искровой аблацией / Н.Н.Гаврилюков, В.Н.Самопляс, В.В.Мандрыгин // Тез. докл. XVI Уральской конф. по спектроскопии, Новоуральск, 2003. Екатеринбург: Аналитика и контроль, 2003. С.20-21.
3. Гаврилюков Н.Н. Прямой анализ металлических образцов с ИСП и искровой аблацией по графикам, построенным по растворам / Н.Н.Гаврилюков, В.Н.Самопляс, В.В.Мандрыгин // Тез. докл. VII конф. Аналитика Сибири и Дальнего Востока, Новосибирск, 2004. Новосибирск: Институт катализа СО РАН, 2004. Т.2. С.18.
4. Гаврилюков Н.Н. Разработка и аттестация методики определения кальция в низкоуглеродистой стали с помощью ИСП спектрометрии с искровой аб-
- ляцией / Н.Н.Гаврилюков, В.Н.Самопляс, В.В.Мандрыгин // Тез. докл. VII конф. Аналитика Сибири и Дальнего Востока, Новосибирск, 2004. Новосибирск: Институт катализа СО РАН, 2004. Т.2. С.18.
5. Гаврилюков Н.Н. Определение Zn, Pb, Sn и Sb в низкоуглеродистой стали методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанный плазмой с искровой аблацией / Н.Н.Гаврилюков, В.Н.Самопляс, Г.Л.Бухбиндер и др. // Завод. лаб.(в печати)
6. И.Р. Шелпакова. Многоэлементные твердотельные детекторы и их использование в атомно-эмиссионном спектральном анализе (обзор) / И.Р.Шелпакова, В.Г.Гаранин, В.А.Лабусов. // Завод. лаб. 1999. Т.65, №10. С.3-16.
7. ГОСТ 859-2001. Медь. Марки. С изменениями. М.: Изд-во стандартов, 2001. 7 с.
8. ГОСТ Р ИСО 5725-2002. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. М.: Изд-во стандартов, 2002. В 6 ч.
9. ГОСТ 9717.1-82 – ГОСТ 9717.3-82. Медь. Методы спектрального анализа. ГОСТ 9717.1-82. Медь. Ме-

тод спектрального анализа по металлическим стандартным образцам с фотоэлектрической регистрацией спектра. Переиздание с изменениями. М.: ИПК Изд-во стандартов, 1997. 8 с.

10. ГОСТ 13938.2-78. Медь. Методы определения серы. С изменениями 1-4. М.: ИПК Изд-во стандартов, 2000. 6 с.

* * * *

THE USAGE OF MULTICHANNEL ANALYSER OF EMISSION SPECTRA AT DFS-51 VACUUM QUANTOMETER TO ANALYSE STEEL, CAST IRON AND COPPER

V.N.Samoplyas, N.N.Gavrilyukov, V.V.Mandrygin

The first results received on spectrometer DFS-51 after installation of the multichannel analyzer of emission spectra (MAES) are submitted. Comparison of metrological characteristics of methods of the analysis of steel and pig-iron is carried out with what have been received at use of PMT. Examples of use of specific opportunities of semi-conductor detectors are submitted.