

УДК 543.423

МНОГОКАНАЛЬНЫЕ АНАЛИЗАТОРЫ ЭМИССИОННЫХ СПЕКТРОВ МАЭС: ПРИМЕНЕНИЕ В УЧЕБНОЙ И НАУЧНО-МЕТОДИЧЕСКОЙ РАБОТЕ

© А. Г. Борзенко¹, К. В. Осколок¹,
В. И. Попов², Н. Ю. Якимова²

Рассмотрен опыт работы сотрудников совместной лаборатории ООО «ВМК-Оптоэлектроника» и кафедры аналитической химии химического факультета МГУ им. М. В. Ломоносова по внедрению аппаратно-программного комплекса МАЭС в специальные практические курсы по аналитической атомной спектроскопии и совершенствованию его возможностей для решения учебных и научно-методических задач.

На протяжении 80 лет одним из наиболее эффективных методов рутинного многоэлементного анализа твердого тела является атомно-эмиссионная спектроскопия (АЭС) с дуговым и искровым возбуждением. Этот метод широко используют в горнодобывающей, перерабатывающей и металлургической отраслях промышленности, а также для аналитического контроля объектов окружающей среды. Жесткие требования, предъявляемые к современным аналитическим методам, связанные с повышением чувствительности определения, воспроизводимости результатов измерений, экспрессности анализа и возможностью его автоматизации, обусловили необходимость массовой модернизации эмиссионных спектрографов старого образца. При этом в России одно из наиболее сбалансированных технических решений указанной проблемы предлагает научно-производственное объединение ООО «ВМК-Оптоэлектроника» [1, 2]. Оно включает:

многоканальный анализатор эмиссионных спектров МАЭС на основе малошумящих полупроводниковых фотодиодных линеек последнего поколения с широким динамическим диапазоном;

универсальный генератор высокостабильного электрического разряда «Шаровая молния» на современной твердотельной элементной базе;

многофункциональный программный пакет «Атом 3.0».

Эффективное решение учебных и научно-методических задач является одним из важных факторов, способствующих успешному применению многоканальных анализаторов МАЭС в различных областях науки и техники. С этой целью в 2004 г. на базе химического факультета МГУ им. М. В. Ломоносова организована совместная лаборатория «Кафедра аналитической химии – ВМК-Оптоэлектроника».

МАЭС в учебном процессе

Одним из основных направлений деятельности этой лаборатории является полная техническая и содержательная реорганизация традиционных практических курсов по оптической атомной спектроскопии для студентов, специализирующихся в области аналитической химии [3]. Необходимость реорганизации обусловлена концептуальными изменениями общей структуры специальных курсов практического анализа. В последние годы существенно возросли требования не только к уровню, но и универсальности подготовки химиков-аналитиков, выпускников российских вузов. Способность к самостоятельной разработке и реализации подходов к решению принципиально новых аналитических задач в различных областях науки и техники означает, с одной стороны, смещение смыслового акцента на объекты анализа, а с другой — свободное владение широким спектром современных физических и физико-химических методов. Заметное увеличение количества изучаемых аналитических методов, а также численности студенческих групп при незначительном увеличении выделяемого учебного времени возможно лишь в случае оптимизации и предельного повышения эффективности педагогического процесса. Это означает:

уменьшение и выравнивание общего временного интервала, отводимого на изучение каждого метода анализа;

сокращение числа студентов в каждой группе, одновременно занимающихся определенным методом;

относительное увеличение времени, затрачиваемого студентом на персональное общение с преподавателем и самостоятельную работу при организации «конвейерной» структуры практикума (рис. 1). Очевидно, что реализация такой структуры возможна лишь в том случае, когда эффективность выполнения

¹ Московский государственный университет им. М. В. Ломоносова, Москва, Россия.

² ООО «ВМК-Оптоэлектроника», Москва, Россия.

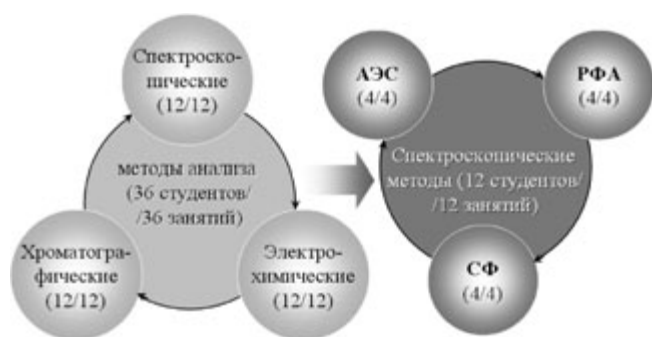


Рис. 1. Пример масштабируемой конвейерной структуры организации специального практикума по современным методам анализа

задачи студентом не зависит от используемого аналитического оборудования и успеваемости его коллег.

В отличие от большинства изучаемых в специальных практических курсах спектроскопических методов, таких, как спектрофотометрия, флуориметрия, эмиссионная фотометрия пламени, пламенная атомно-абсорбционная спектроскопия и рентгеноспектральный флуоресцентный анализ, метод АЭС с дуговым и искровым возбуждением, сложнее всего вписать в новую “конвейерную” структуру, поскольку на знакомство с ним обычно отводится заметно большее количество времени. Одной из главных причин временной диспропорции является техническая проблема “бутылочного горлышка”. В традиционной схеме организации практических занятий по АЭС с использованием фотографической регистрации аналитического сигнала можно выделить две стадии, лимитирующие эффективность учебного процесса (рис. 2, а). Первая из них — измерение спектра. На фотографирование серии спектров под обязательным присмотром преподавателя, проявление, фиксирование изображения в фотокомнате и последующее высушивание фотопластинок требуется как минимум полчаса в расчете на одного студента. Другим “узким” местом в старой схеме является стадия работы с уже измеренным спектром. Для определения положения спектральной линии на шкале длин волн и измерения величины аналитического сигнала студент должен использовать два разных прибора — спектропроектор и микрофотометр. Следует также отметить, что общее число приборов каждого вида в практикуме, как правило, не превышает двух-трех единиц. Перечисленные причины существенно ограничивают свободу действий не только студентов, но и преподавателя. Вынужденные и в ряде случаев неизбежные простои не только увеличивают общую продолжительность занятий, но и отвлекают внимание учащихся на технические проблемы, не несущие особой смысловой нагрузки.

Для включения атомно-эмиссионного спектрального метода в “конвейерную” структуру необходимо



Рис. 2. Схема выполнения практических задач по атомно-эмиссионной спектроскопии при использовании фотографической (а) и фотоэлектрической (б) регистрации аналитического сигнала

полностью избавиться от проблемы “бутылочного горлышка”. В спектральном практикуме кафедры аналитической химии химического факультета МГУ данная проблема была успешно решена в результате перехода на фотоэлектрическую регистрацию сигнала с помощью многоканальных анализаторов эмиссионных спектров МАЭС (рис. 2, б). Общая продолжительность измерения спектров уменьшилась в десятки раз, а работа со спектром стала эффективной и комфортной. Поскольку весь необходимый инструмент находится под рукой, продолжительность выполнения работы студентом не зависит от скорости работы его коллег. Измеренные спектры учащийся “скачивает” с сервера на свой терминал и работает независимо от других. Пропускная способность практикума лимитируется исключительно числом свободных терминалов. Использование аппаратно-программного комплекса МАЭС в сочетании с универсальным генератором электрического разряда “Шаровая молния” позволило повысить эффективность учебного процесса в несколько раз [4].

Ощутимые преимущества внедрения многоканальных анализаторов эмиссионных спектров МАЭС в учебный процесс сотрудники совместной лаборатории также широко используют при разработке курсов повышения квалификации для химиков-аналитиков, занимающихся практическим атомно-эмиссионным

анализом в заводских и экологических лабораториях. Данные курсы ориентированы, с одной стороны, на совершенствование общей теоретической подготовки слушателей в области аналитической оптической атомной спектроскопии, а с другой — на освоение эффективных приемов решения типовых практических задач с использованием аппаратно-программного комплекса МАЭС в сочетании с универсальным генератором электрического разряда “Шаровая молния” [4].

Программный пакет “Атом 3.0” в учебном процессе

Всестороннее тестирование многофункционального программного пакета “Атом 3.0” и адаптирование его возможностей для решения учебных задач является важным направлением деятельности совместной лаборатории. Эффективное применение современного аналитического оборудования невозможно без управляющего программного обеспечения, в полной мере раскрывающего его возможности и обладающего дружественным, интуитивно понятным пользовательским интерфейсом. В таблице отражены ключевые особенности программного пакета “Атом 3.0”, играющие важную роль при использовании аппаратно-программного комплекса МАЭС в учебном процессе. Представленные данные получены на основе результатов трехлетнего тестирования практических навыков, приобретенных студентами старших курсов кафедры аналитической химии на занятиях по атомно-эмиссионной спектроскопии с использованием многоканальных анализаторов МАЭС [4].

Следует подчеркнуть, что главным достоинством, выгодно отличающим программный пакет “Атом 3.0” от аналогичных продуктов других производителей, является хорошо продуманная и даже несколько избыточная функциональность. Именно эта особенность гарантирует, что и сотрудник заводской лаборатории, и научный работник, и преподаватель вуза могут эффективно использовать данный пакет для решения своих задач. При этом некоторые технические недостатки, неизбежно присутствующие во всех крупных проектах, — обратная сторона их очевидных достоинств. Дело в том, что конечный пользователь, ежедневно решающий в лаборатории “узкие” однотипные задачи, при знакомстве с пакетом может не найти в этом обилии полезных функций инструмент, нужный именно ему, либо он не сумеет им эффективно воспользоваться. Очевидно, решением данной проблемы является создание развитой системы пошаговых программных инструкторов, так называемых “мастеров”, которые помогут пользователю с любым уровнем подготовки не только активировать нужную ему функцию, но и предварительно настроить ее для максимально эффективного использования. Реализо-

ванный в программе режим “Лаборант” — первый шаг в указанном направлении.

МАЭС в научно-методической работе

Совершенствование возможностей аппаратно-программного комплекса МАЭС для решения научно-методических задач является еще одним важным направлением деятельности совместной лаборатории. Модернизация эмиссионных спектрографов старого образца с помощью технических разработок ООО “ВМК-Оптоэлектроника” позволяет повысить не только чувствительность определения, но и воспроизводимость результатов измерений. Однако в полной мере проблема воспроизводимости не может быть решена традиционными способами по ряду очевидных причин: неравновесность плазмы в открытой системе, неконтролируемые флуктуации содержания определяемых элементов в газовой фазе и т. д. Для преодоления этой проблемы параллельно с аппаратной стабилизацией параметров электрического разряда должна функционировать *корректирующая система комплексной диагностики состояния плазмы в режиме реального времени*. Разработкой такой системы на базе аппаратно-программного комплекса МАЭС и генератора электрического разряда “Шаровая молния” занимаются сотрудники совместной лаборатории [4, 5].

Проектируемая система включает в себя три аппаратных модуля. Первый из них представляет собой измерительный тракт для нахождения временных зависимостей силы тока и напряжения разрядного контура с высоким временным разрешением непосредственно

Важнейшие особенности многофункционального программного пакета “Атом 3.0” при решении учебных и научно-методических задач

Характеристики программного пакета “Атом 3.0”	
Общие	Частные
Достоинства	
Универсальность	Режим виртуальной фотопластики
Гибкость	Структура и настройка базы данных “Спектральные линии”
Модульная структура	Юстировка спектрометра (режим непрерывного опроса МАЭС)
Открытость форматов	Пользовательские настройки
Организация работы со спектром	
Требуем доработки	
Высокие требования к вычислительным ресурсам	Система профилирования спектра
Возможность отключения лишних программных модулей	Система выбора числа выводимых маркеров линий по маске
	Система вложенных диалоговых окон программы

в процессе измерения аналитического сигнала (*мониторинг стадии формирования плазмы*). Корреляционный анализ полученных зависимостей и трехмерного эмиссионного спектра, также измеренного с высоким временным разрешением, направлен на выявление взаимосвязи между флуктуациями параметров разрядного контура и интенсивности характеристического излучения атомов или ионов анализируемого образца. Второй модуль — система *мониторинга состояния плазмы* на основе светочувствительных датчиков, работающих в непрерывном режиме в процессе анализа и фиксирующих временные зависимости освещенности входной щели спектрометра, координат дугового столба относительно оптической оси спектрометра и цветовой температуры плазмы. Третий модуль — система *обратной связи*, позволяющая корректировать параметры разрядного контура в режиме реального времени с учетом результатов комплексного мониторинга. На основании полученных в процессе анализа дополнительных данных о состоянии плазмы возможно вычисление пространственно-временных распределений общей концентрации аналита в газовой фазе, электронной и газовой температуры плазмы, температуры поверхности пробы и т. д. с помощью классических моделей. Программная коррекция величины аналитического сигнала с учетом степени неравновесности плазмы позволит более адекватно вычислять содержание определяемого элемента в пробе. Разработка динамической системы мониторинга и стабилизации параметров плазмы, функционирующей по компенсаторному механизму обратной связи, направлена на упрощение процедуры оптимизации условий измерения атомно-эмиссионных спектров (разработки методики определения)

и повышение воспроизводимости результатов многоэлементного количественного анализа реальных объектов.

Таким образом, комплексное техническое решение, предлагаемое ООО «ВМК-Оптоэлектроника» для модернизации устаревших спектрографов и включающее в себя многоканальный анализатор эмиссионных спектров МАЭС, универсальный генератор электрического разряда «Шаровая молния» и многофункциональный программный пакет «Атом 3.0», является на сегодня одним из наиболее удачных и перспективных. Аппаратно-программный комплекс МАЭС позволяет:

- проводить экспрессный многоэлементный анализ различных природных и технологических объектов;
- заметно расширить аналитические возможности метода АЭС с дуговым и искровым возбуждением;
- разрабатывать практические курсы по атомно-эмиссионному анализу для студентов и специалистов с любым уровнем подготовки.

ЛИТЕРАТУРА

1. Попов В. И. / Аналитика и контроль. 2005. Т. 9. № 2. С. 99 – 104.
2. Лабусов В. А., Попов В. И., Путьмаков А. Н. и др. / Аналитика и контроль. 2005. Т. 9. № 2. С. 110 – 115.
3. Oskolok K. V., Borzenko A. G. International scientific & practical conference “Spectroscopy in special applications” SSA’2003 / Book of abstracts. — Kyiv, Ukraine, 2003. P. 167.
4. Борзенко А. Г., Осолок К. В. / VII Международный симпозиум “Применение анализаторов МАЭС в промышленности”. / Тезисы докл. — Новосибирск: ООО «ВМК-Оптоэлектроника», 2006. С. 48 – 49.
5. Borzenko A. G., Oskolok K. V., Popov V. I., Yakimova N. Yu. International Congress on Analytical Sciences. ICAS-2006 / Book of abstracts. — Moscow, 2006. V. 1. P. 23; 92 – 93.