

УДК 621.793

ПОРТАТИВНЫЙ ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЙ КОМПЛЕКС ДЛЯ НЕРАЗРУШАЮЩЕГО КОНТРОЛЯ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЭЛЕМЕНТНОГО СОСТАВА МАТЕРИАЛОВ

В.С. ИВАШКО

(Белорусский аграрный технический университет, Минск),
Я. ОВСИК, Я. ЯНУЦКИЙ, В.А. КОВАЛЬ
(Институт оптоэлектроники, Варшава)

Представлен разработанный исследовательский комплекс для эмиссионного спектрального анализа, который является эффективным методом для количественного и качественного определения химических элементов в материалах. Приведены устройство и принцип действия спектроанализатора, примеры и результаты его использования для определения элементного состава различных материалов.

В последнее десятилетие увеличилось количество работ по исследованию опасных изменений в почвах, содержащих тяжелые металлы. Контроль загрязнения почв необходим при производстве экологически здоровых продуктов. За рубежом в специализированных хозяйствах такой контроль опасных для здоровья включений в почвах производится периодически в лабораторных условиях. Химические методы исследований образцов почв являются трудоемкими и не могут применяться для контроля непосредственно на месте в хозяйстве.

В целом система контроля требует быстрого и простого метода измерений. Один из методов испытаний, удовлетворяющий этим требованиям - метод атомно-эмиссионной спектроскопии. Этот метод основан на регистрации и анализе спектра плазмы, возбуждаемой на поверхности исследуемого материала. Вместе с тем применяемые стандартные приборы, основанные на спектроскопическом методе исследований химического состава материалов, являются достаточно сложными и применяются в стационарных условиях. В основном они применяются для исследований газов, компактных металлов, сплавов и порошков на их основе.

Развитие лазерной технологии и технологии оптоэлектронных элементов позволяет спроектировать и изготовить портативный спектроанализатор. В данной работе представлена схема изготовленного портативного лазерного спектроанализатора. Приведены результаты и примеры его применения для анализа химического состава различных материалов.

Метод атомно-эмиссионной спектроскопии основан на измерении UV-спектра эмиссии возбужденных ионов и атомов плазмы, инициированной мощным импульсом лазерного излучения. Мгновенный нагрев поверхности анализируемого образца сфокусированным оптическим импульсом приводит к образованию плазмы, спектральный состав которой и характеризует элементное присутствие в нем. При этом эмиссия атомов и ионов в плазме фокусируется объективом на щель полихроматора, разлагается дифракционной решеткой в спектр, который регистрируется ПЗС-линейкой. Прибор снабжен системой управления. Анализ спектральных линий и определение элементного состава или концентрации в исследуемом образце выполняется ПЭВМ с разработанным программным обеспечением. Данный исследовательский комплекс позволяет максимально автоматизировать процесс измерений и обработки данных, прост и удобен в эксплуатации. Принцип техники измерения схематично представлен на рис. 1.

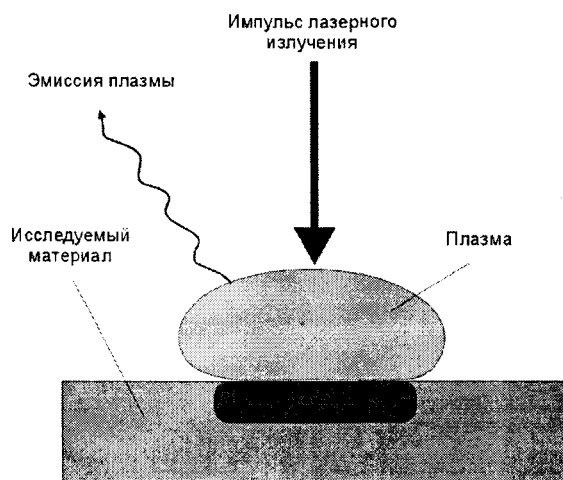


Рис. 1. Схематическое изображение метода

Кроме того, данный метод является универсальным, позволяющим проводить простой, удобный анализ твердых тел, жидкостей и газов. Одно из главных преимуществ метода - незначительная предварительная подготовка образцов для исследований, в отдельных случаях это требование вообще исключается. Так как процессы абляции и возбуждения происходят одновременно, снижается время на проведение исследования, по сравнению с альтернативными методами химического анализа. Все эти преимущества дают возможность с помощью данного спектроанализатора с оптическим источником возбуждения спектра проводить измерения на месте, в полевых условиях.

Блок-схема разработанного лазерного спектроанализатора представлена на рис. 2.

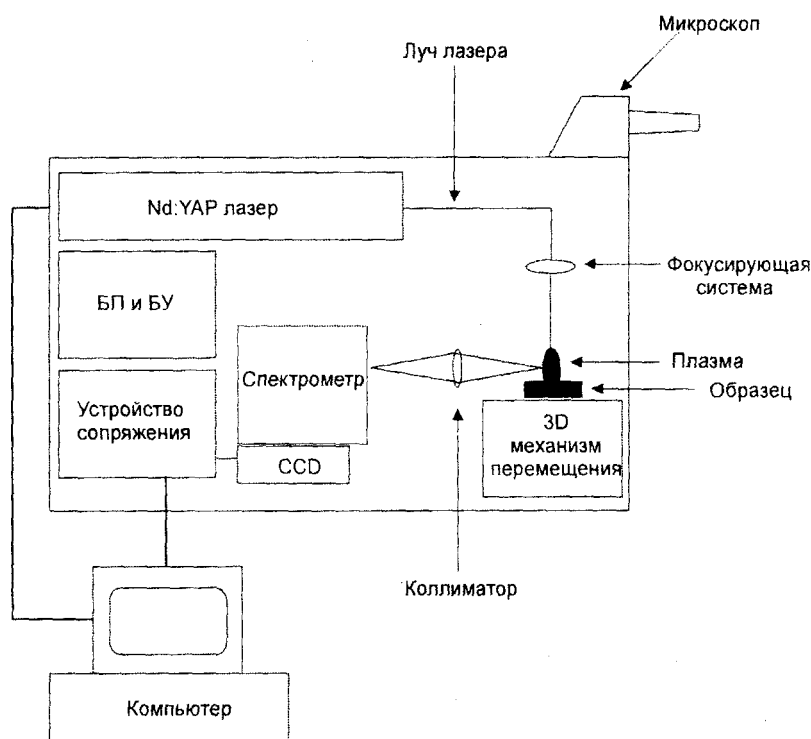


Рис. 2. Схема измерительного комплекса

Величина энергии лазерного импульса, необходимого для возбуждения плазмы, зависит от многих факторов, включая параметры импульса (энергию, режимы обработки, длину волны, продолжительность импульса) и материала (коэффициент отражения для выбранной длины волны лазерного излучения для твердых тел и удельного веса для газов). В конструкции данного устройства с учетом всех требований используется специально разработанный Nd:YAP-лазер с воздушным охлаждением и имеющий следующие параметры; длина волны 1,079 мкм; энергия 0,1 Дж; продолжительность импульса 10 нс. Все параметры лазерной системы управляются с помощью персонального компьютера.

Оптическая система анализатора состоит из микроскопа для выбора поверхности для анализа и фокусировки луча в выбранной части образца, линзы, концентрирующей излучение плазмы и направляющей луч в эшелле спектрометра, состоящего из регистрирующего линейного прибора с зарядовой связью (ПЗС) (charge-coupled device - CCD) и металлической дифракционной решетки.

Данные, собранные ПЗС, передаются на ПЭВМ, где и анализируется химический состав или концентрация в исследуемом образце в течение короткого промежутка времени. При взаимодействии каждого импульса лазерного излучения с исследуемым образцом, с его поверхности испаряется приблизительно 100 наногаммов вещества, при этом образуется кратер диаметром примерно 100 мкм и глубиной 1 ...2 мкм, что и обеспечивает неразрушающий метод анализа.

Спектральный диапазон прибора 210...400 нм. Многие из известных химических элементов имеют спектральные линии в этом ультрафиолетовом диапазоне длин волн. Что позволяет осуществлять быстрый анализ химического состава материалов, состоящих из химических элементов Периодической системы от № 3 до № 92.

Для проверки параметров измерительного комплекса и его технических данных были выполнены экспериментальные исследования. Первоначально осуществлялась калибровка анализатора. Для правдоподобности и надежности полученных результатов нами использовались стандартные эталоны металлов, сертифицированных в Польском Центре Метрологии и Сертификации. В качестве образца-эталона использовали заверенный NIST - американский эталон алюминиевого сплава 1259.

Результаты количественного анализа для алюминиевого эталона выводятся на монитор в виде спектра, а также в виде таблицы элементов, обнаруженных в образце с указанием их концентрации в ppm (рис. 3).

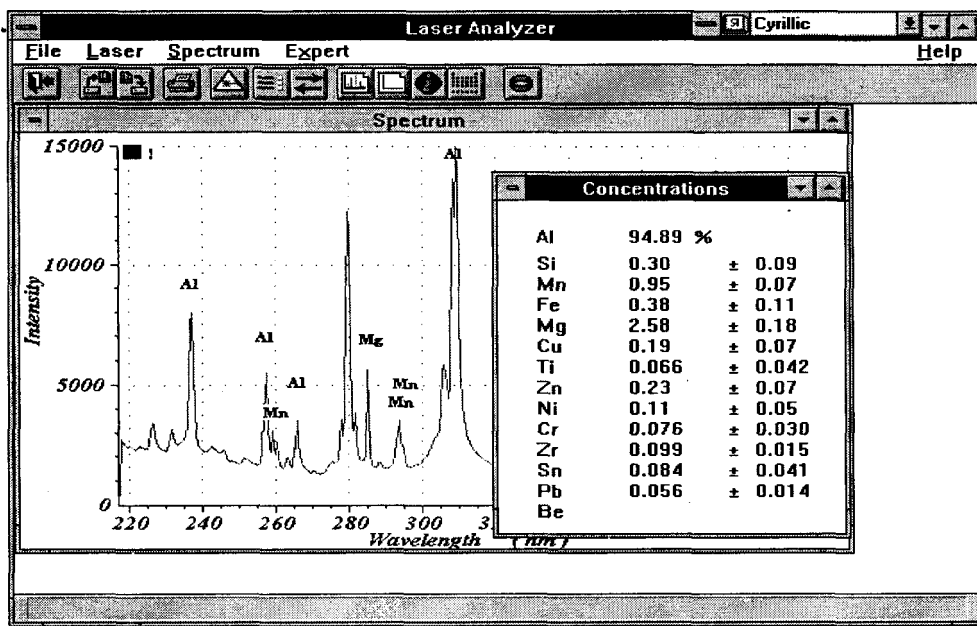


Рис. 3. Пример количественного анализа

Результаты измерений по основным элементам представлены таблице. Из приведенных в таблице результатов эксперимента видно, что данные измерений по большей части элементов совпадают с данными эталона.

Результаты калибровки спектроанализатора по эталону алюминиевого сплава 1259

Элементы	Данные анализатора	Значения эталона
Si	0,19 ± 0,078	0,18 ± 0,01
Mn	0,081 ± 0,023	0,079 ± 0,002
Fe	0,28 ± 0,059	0,205 ± 0,007
Mg	2,39 ± 0,20	2,48 ± 0,04
Cu	1,63 ± 0,31	1,6 ± 0,01
Ti	0,11 ± 0,007	0,04
Zn	5,54 ± 0,46	5,44 ± 0,03
Ni	0,078 ± 0,007	0,063 ± 0,002
Cr	0,14 ± 0,018	0,173 ± 0,006
Be	0,0027 ± 0,0013	0,0025 ± 0,0005

Использование спектроанализатора для испытания загрязнения почвы требует калибровки инструмента со стандартным образцом почвы, содержащей элементы в широком диапазоне концентраций. Для этого исследования был взят природный образец почвы. Результаты количественного анализа для образца почвы выводятся на монитор в виде спектра эмиссии и количественных результатов анализа почвы, а также в виде таблицы элементов, обнаруженных в образце с указанием их концентрации в ppm (рис. 4).

Эмиссионный спектральный анализ - эффективный метод, используемый для определения количественного и качественного состава химических элементов в различных материалах. Представленный портативный комплекс является по существу спектральным прибором с оптическим возбуждением спектра и предназначен для количественного анализа химического состава почв или металлов. Такой анализ может быть выполнен непосредственно на месте. Работа качественного анализа и печати результатов исследования занимает 20 секунд, количественный анализ длится 1 минуту.

Комплекс использовали для одновременного определения нескольких тяжелых металлов в почвах. Пределы обнаружения, которые могут быть достигнуты этим прибором, находятся в диапазоне 10... 100 ppm. Этого достаточно, чтобы определить содержание тяжелых металлов в допустимых пределах для незагрязненной почвы. Для большинства тяжелых металлов пределы обнаружения, которые были определены экспериментально для незагрязненной почвы, ниже допустимых пределов.

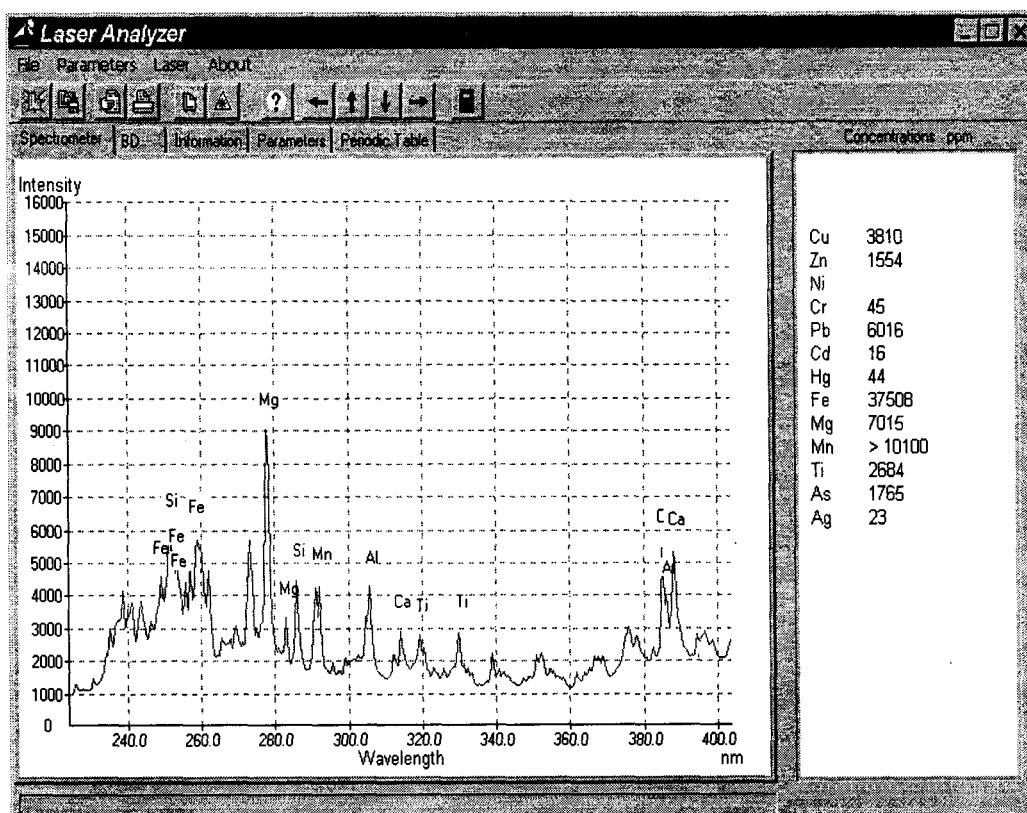


Рис. 4. Спектр и количественные результаты анализа почвы