



Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения непрерывного спектра для одновременного многоэлементного анализа растворов

*Болдова С.С., Лабусов В.А., Селюнин Д.О., Семёнов З.В., Ващенко П.В., Бабин С.А., Колосов Н.А. (ИАиЭ СО РАН),
Путьмаков А.Н., Гаранин В.Г. (ООО «ВМК-Оптоэлектроника», г. Новосибирск)*

Разработан не имеющий аналогов в мире атомно-абсорбционный спектрометр (ААС) высокого разрешения с источником излучения непрерывного спектра (лазерная плазма в ксеноне) и электротермическим атомизатором (ЭТА) для одновременного определения более 40 элементов Периодической системы Д.И. Менделеева в растворах с аналитическими характеристиками близкими современным ААС-ЭТА с последовательным определением элементов. В отличие от известных решений спектры регистрируются параллельно двумя полихроматорами с установленными на их выходе сборками из 29 линеек фотодетекторов БЛПП-4000 (общее количество фотоячеек ≈ 120 тыс.) на этапе атомизации со скоростью 1000 спектров/с с разрешением 10 пм (190-350 нм) и 30 пм (350-855 нм). Диапазон одновременно определяемых концентраций элементов составляет до 4 порядков при пределах обнаружения до сотых долей мкг/л.

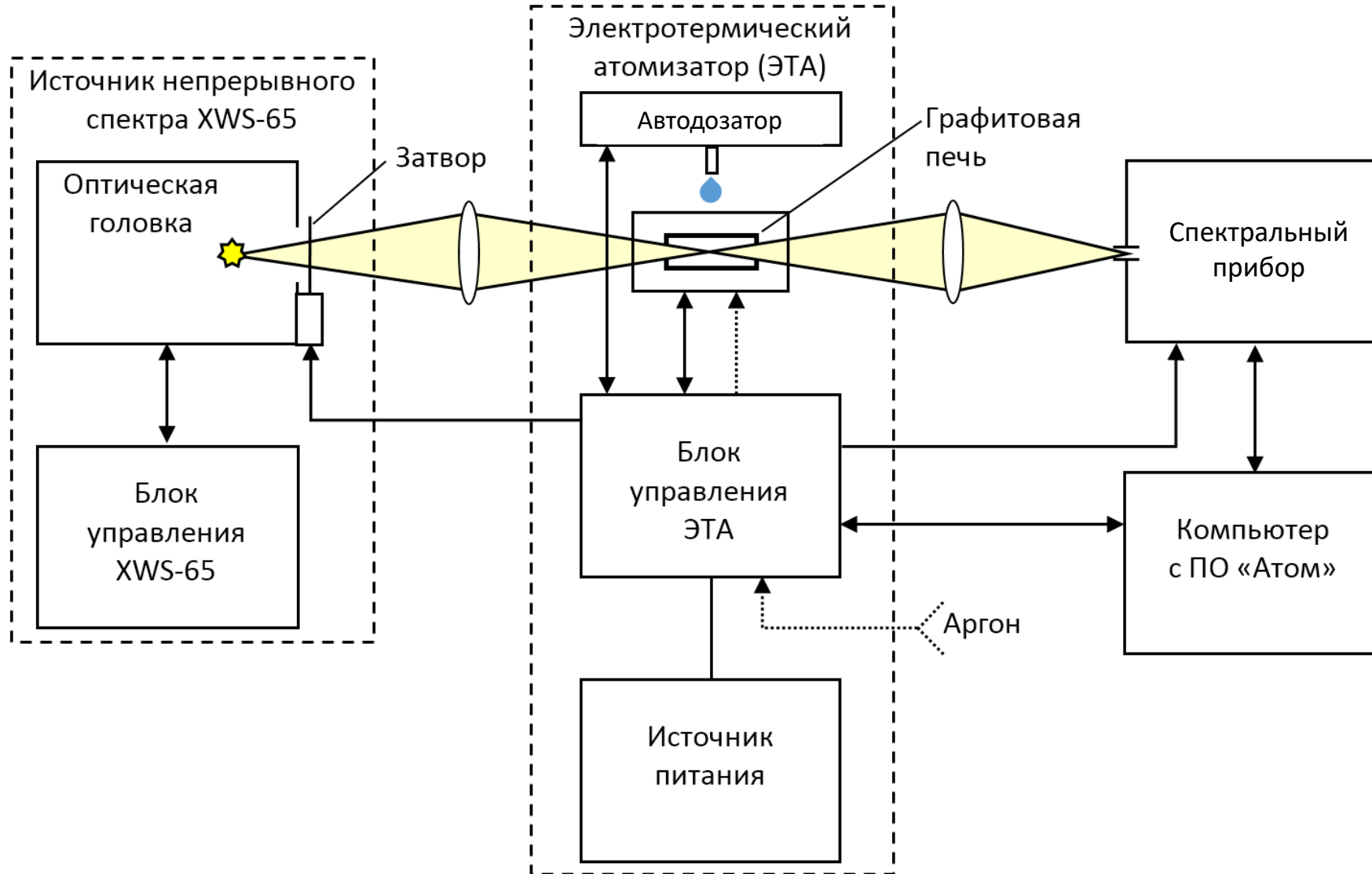
Спектрометр внедрён в производство на предприятии «ВМК-Оптоэлектроника» под наименованием Гранд-ААС. В 2023 году зарегистрирован в Госреестре средств измерений РФ под № 89108-23 и введён в эксплуатацию в Институте общей и неорганической химии РАН, г. Москва.



Спектрометр Гранд-ААС в ЦКП Института общей и неорганической химии РАН, г. Москва

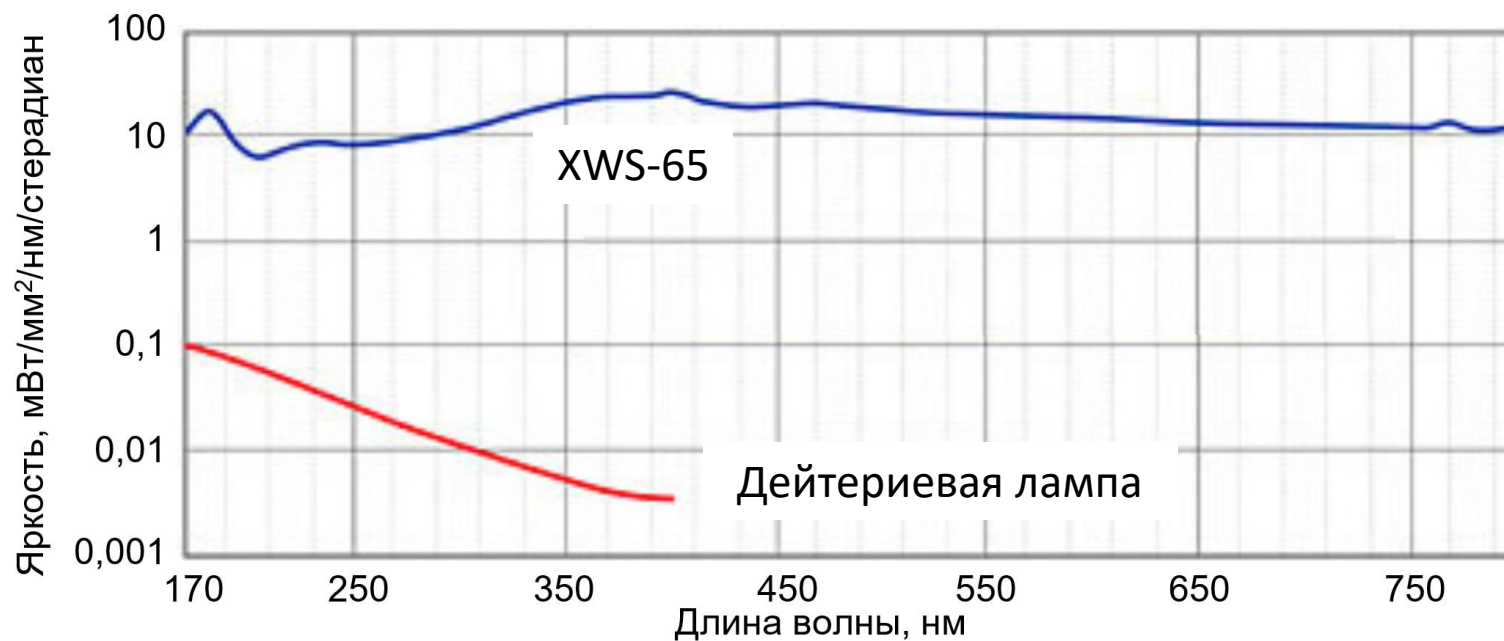
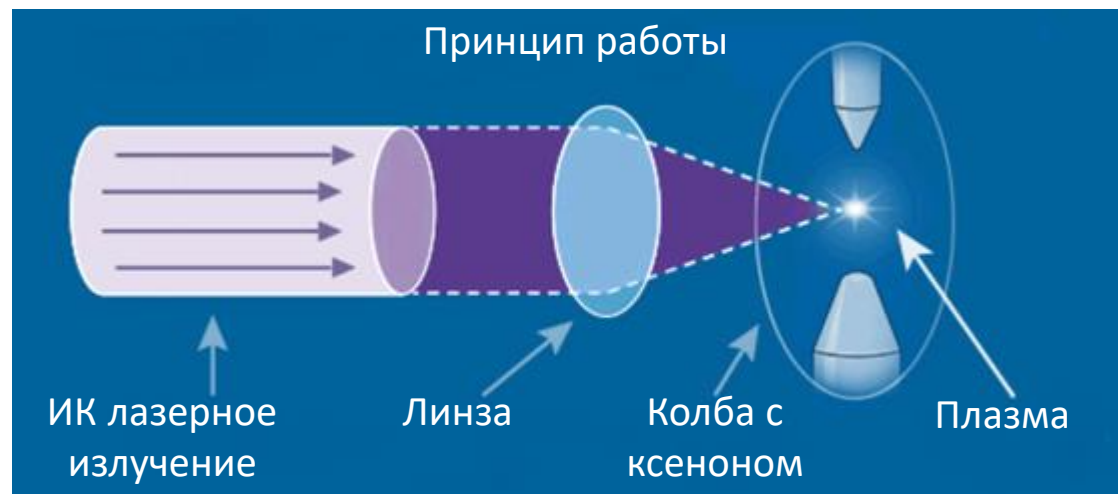
1. V.A. Labusov, S.S. Boldova, D.O. Selyunin, Z.V. Semenov, P.V. Vashchenko, S.A. Babin «High-resolution continuum-source electrothermal atomic absorption spectrometer for simultaneous multi-element determination in the spectral range of 190–780 nm» // J. Anal. At. Spectrom., 2019,34, 1005-1010. <https://doi.org/10.1039/c8ja00432c>,
2. Болдова С.С., Колосов Н.А., Лабусов В.А. Расширение диапазона определения элементов на атомно-абсорбционном спектрометре «Гранд-ААС» с использованием нескольких их линий поглощения // Аналитика и контроль. 2021. Т. 25, № 4. С. 318-325. <http://dx.doi.org/10.15826/analitika.2021.25.4.010>,
3. Колосов Н.А., Болдова С.С., Лабусов В.А. Оценка возможности контроля температуры электротермического атомизатора по сигналам поглощения элементов // «Заводская лаборатория. Диагностика материалов». 2022. Том 88. № 1. ч. II. С. 83-88. DOI: <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2022-88-1-II-83-88>,
4. Ващенко П.В., Болдова С.С., Колосов Н.А., Лабусов В.А. Моделирование атомно-абсорбционного спектрометра с источником излучения непрерывного спектра // Аналитика и контроль. 2023. Т. 27, № 3. С. 168-179. DOI: 10.15826/analitika.2023.27.3.005

Схема спектрометра Гранд-ААС



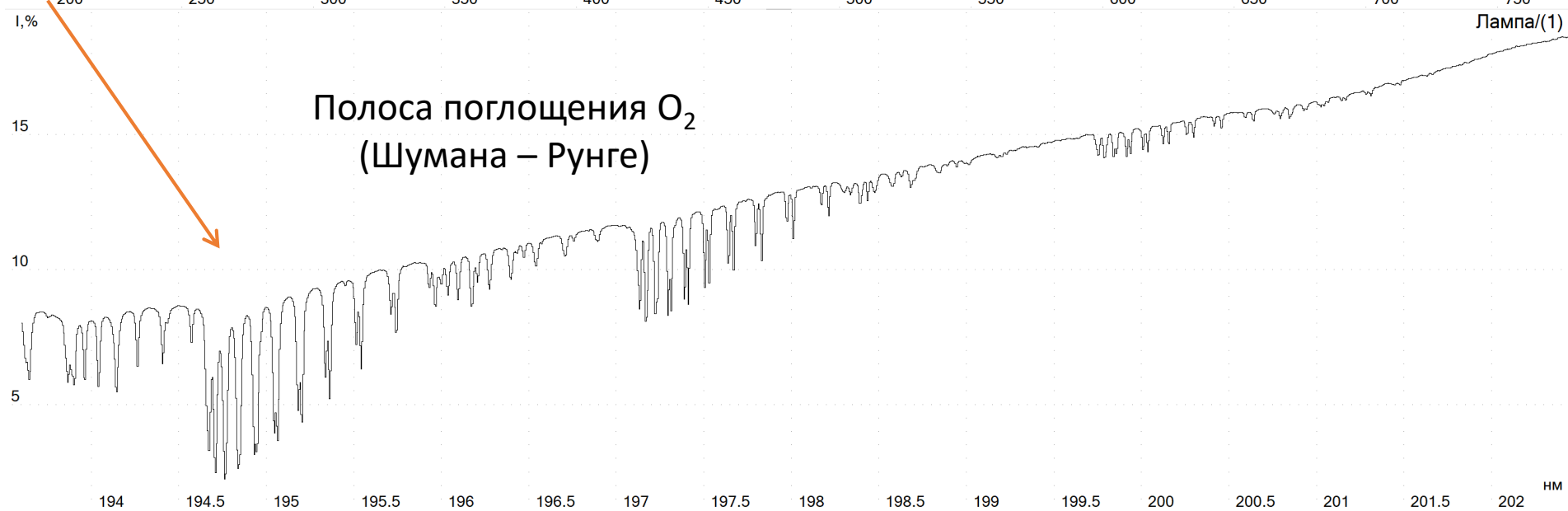
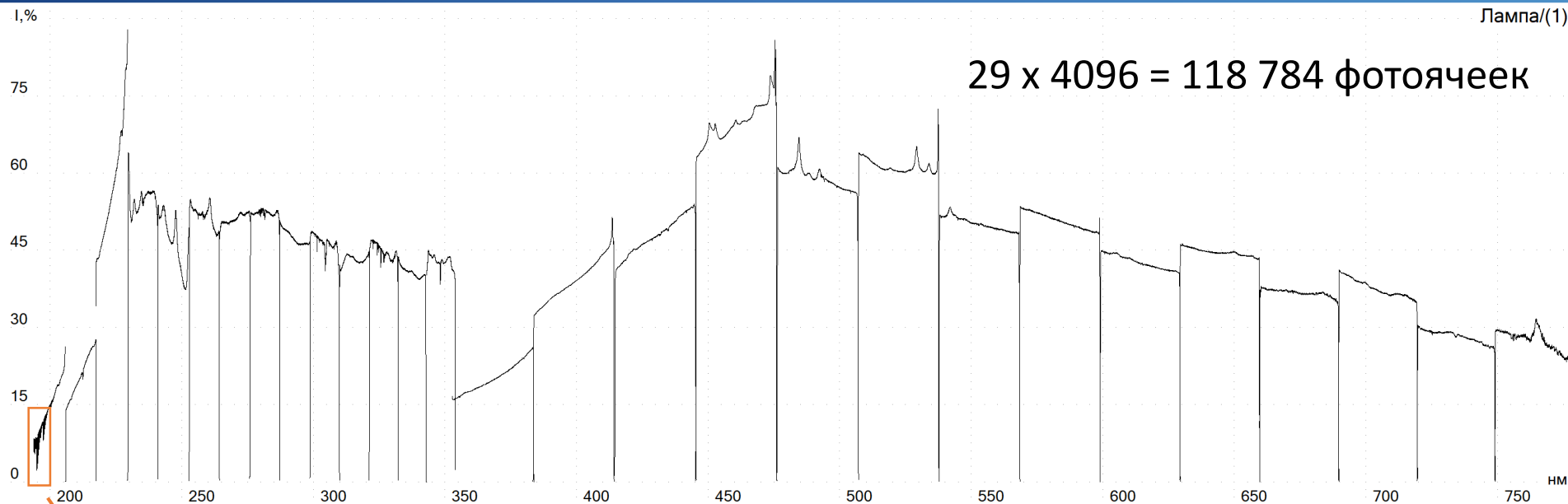


Источник непрерывного спектра – широкополосный плазменный источник излучения XWS-65. Спектральная яркость



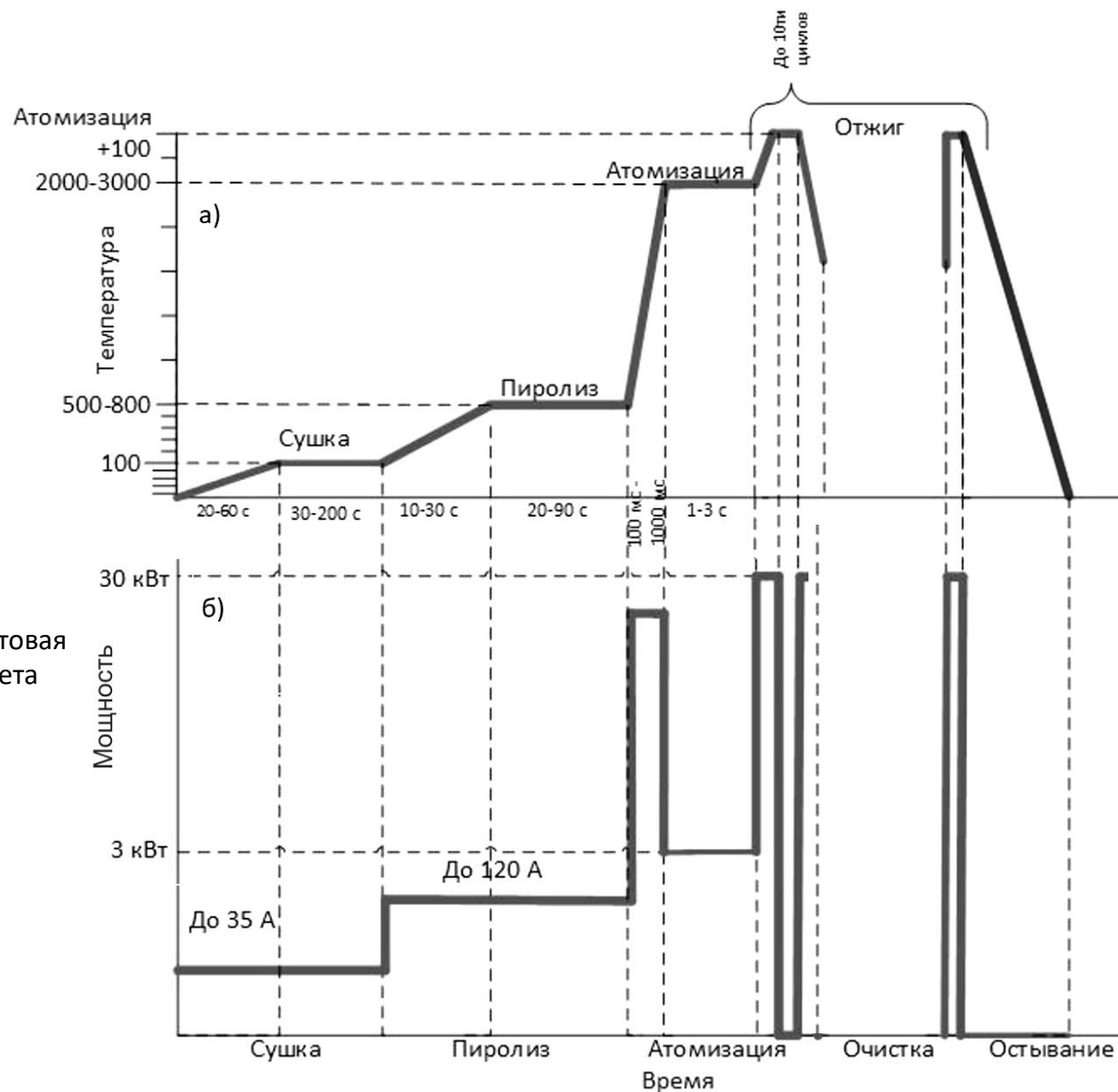
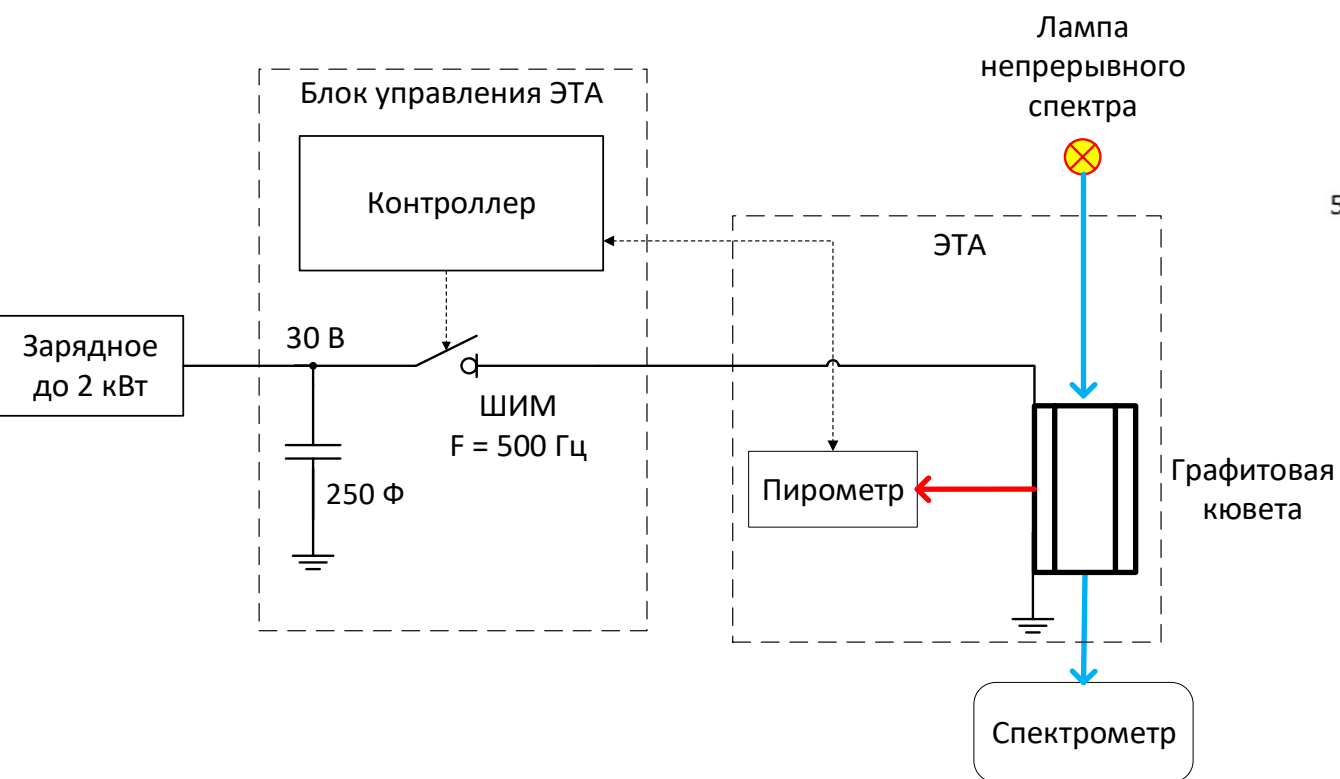


Спектр излучения плазменного источника XWS-65 с $T_{\text{эксп}} = 1 \text{ мс}$



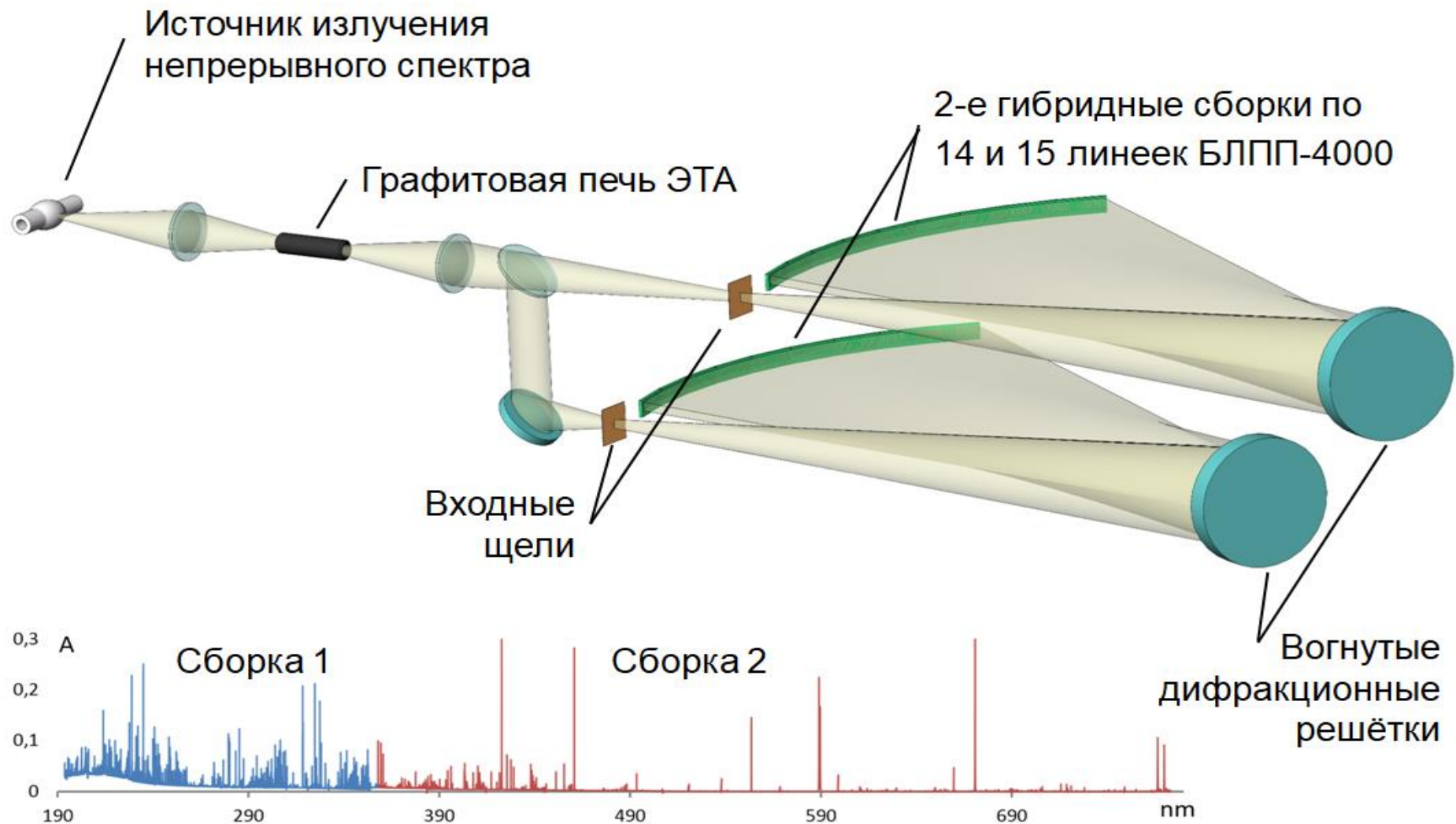


Принцип работы ЭТА, температурная программа работы и подаваемая электрическая мощность

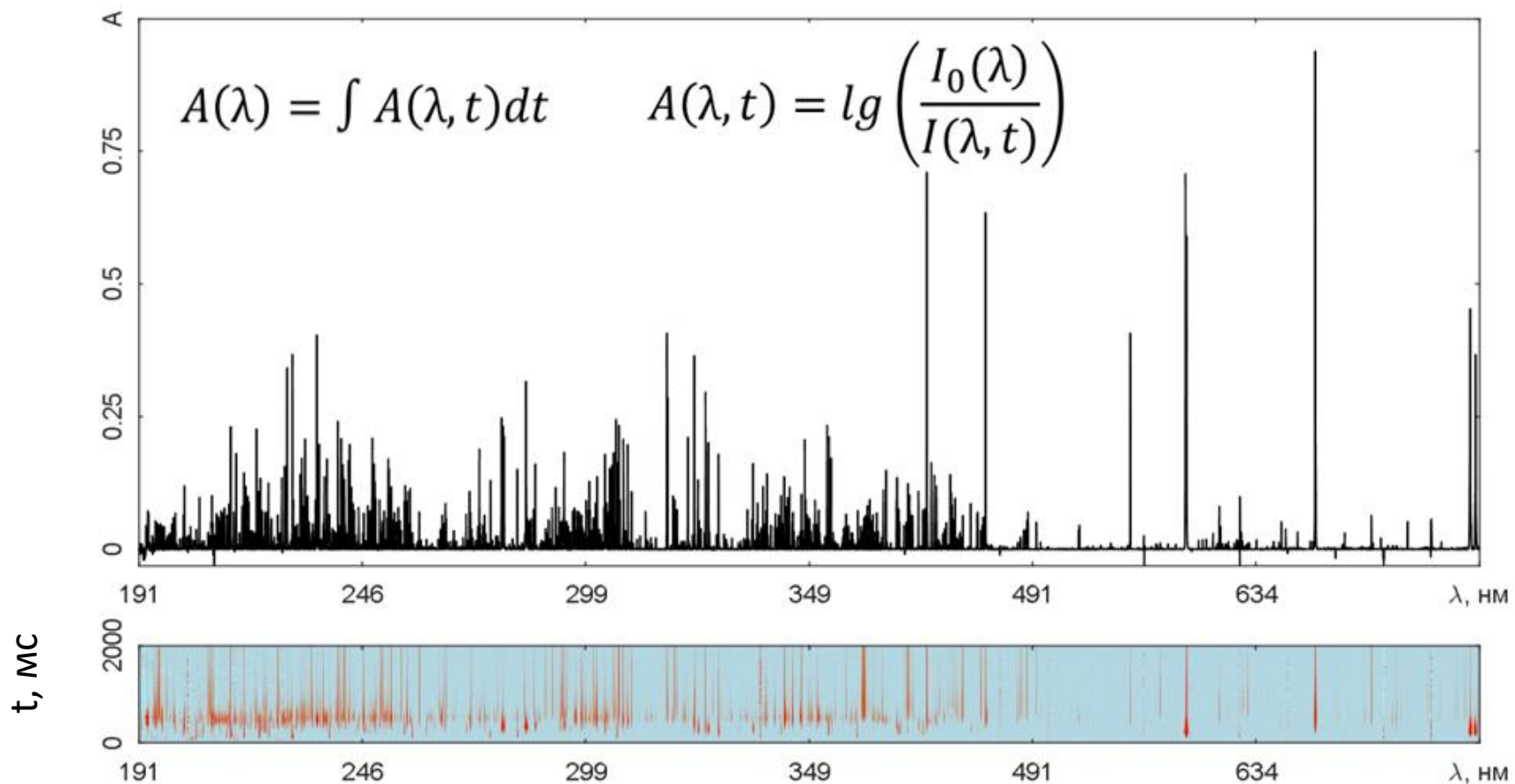




Оптическая схема спектрометра Гранд-ААС и средний спектр поглощения многоэлементного образца



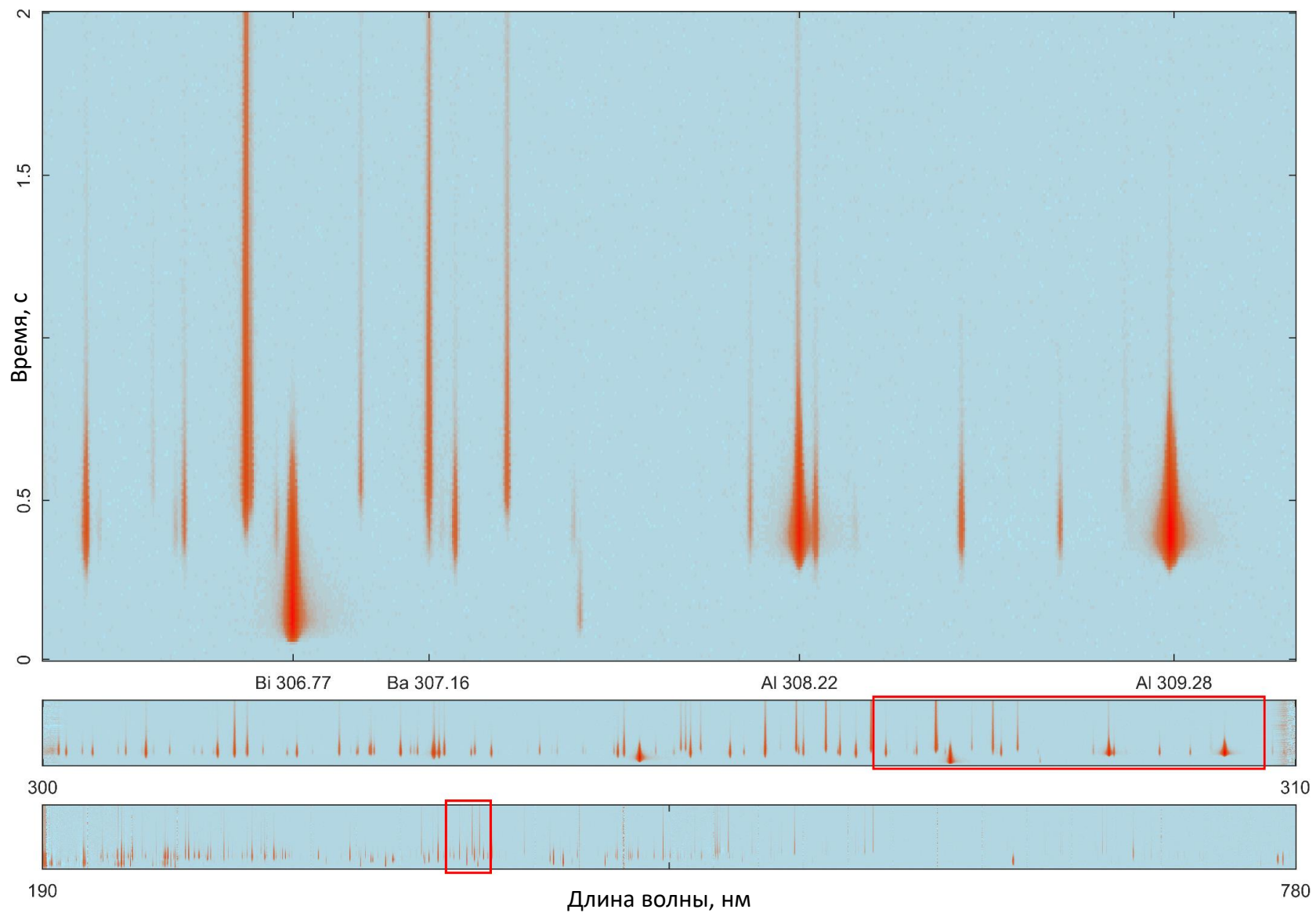
Спектр поглощения паров сухого остатка многоэлементного раствора 10 мг/л: Ag, Al, As, Ba, Be, Bi, Ca, Cd, Co, Cr, Cs, Cu, Fe, Ga, In, K, Li, Mg, Mn, Na, Ni, Pb, Se, Sr, Tl, U, V



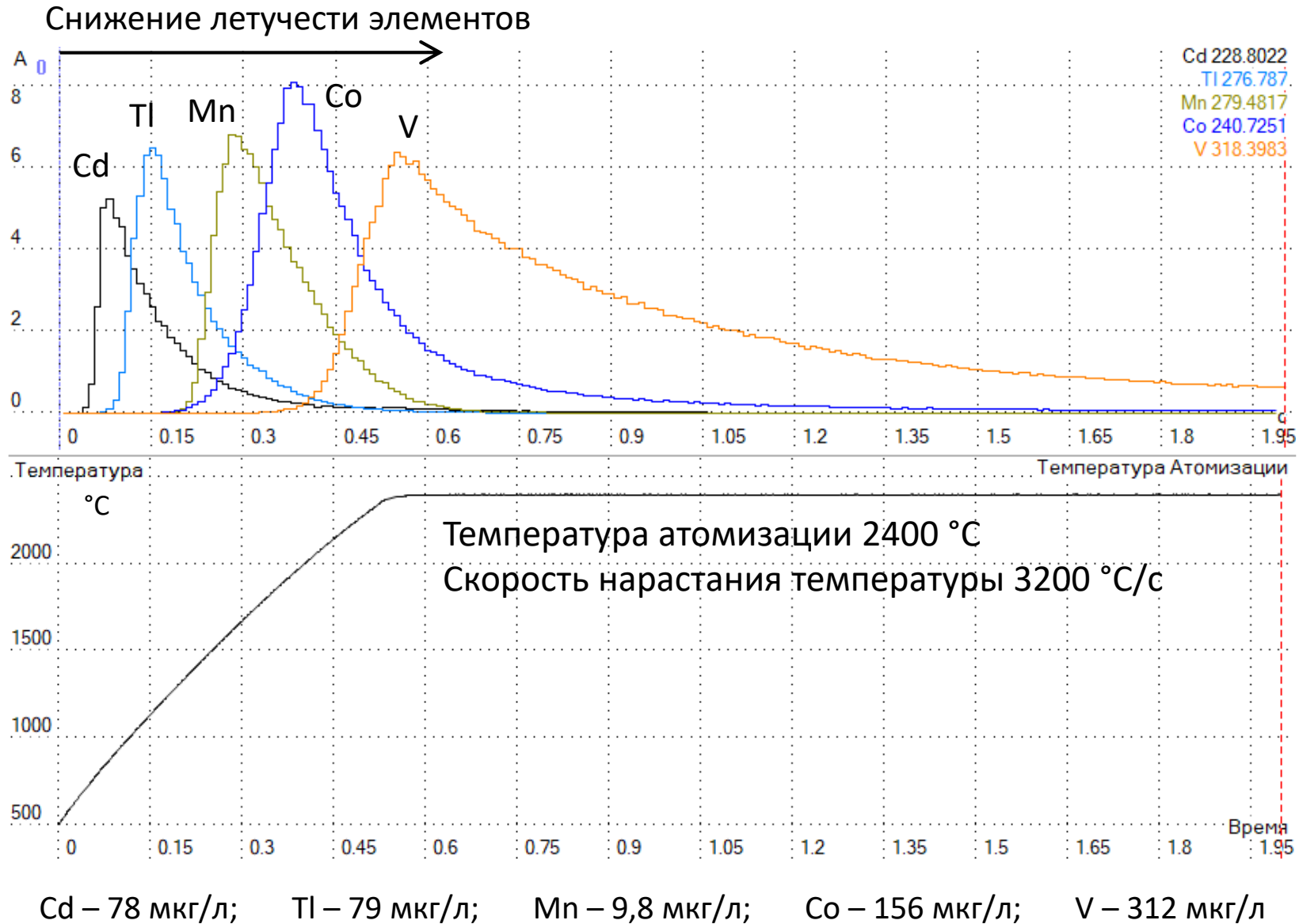
Во время 2-секундной стадии атомизации печь нагревали со скоростью 3300 °С/с и температуру стабилизировали при 2400 °С



Временная последовательность спектров поглощения



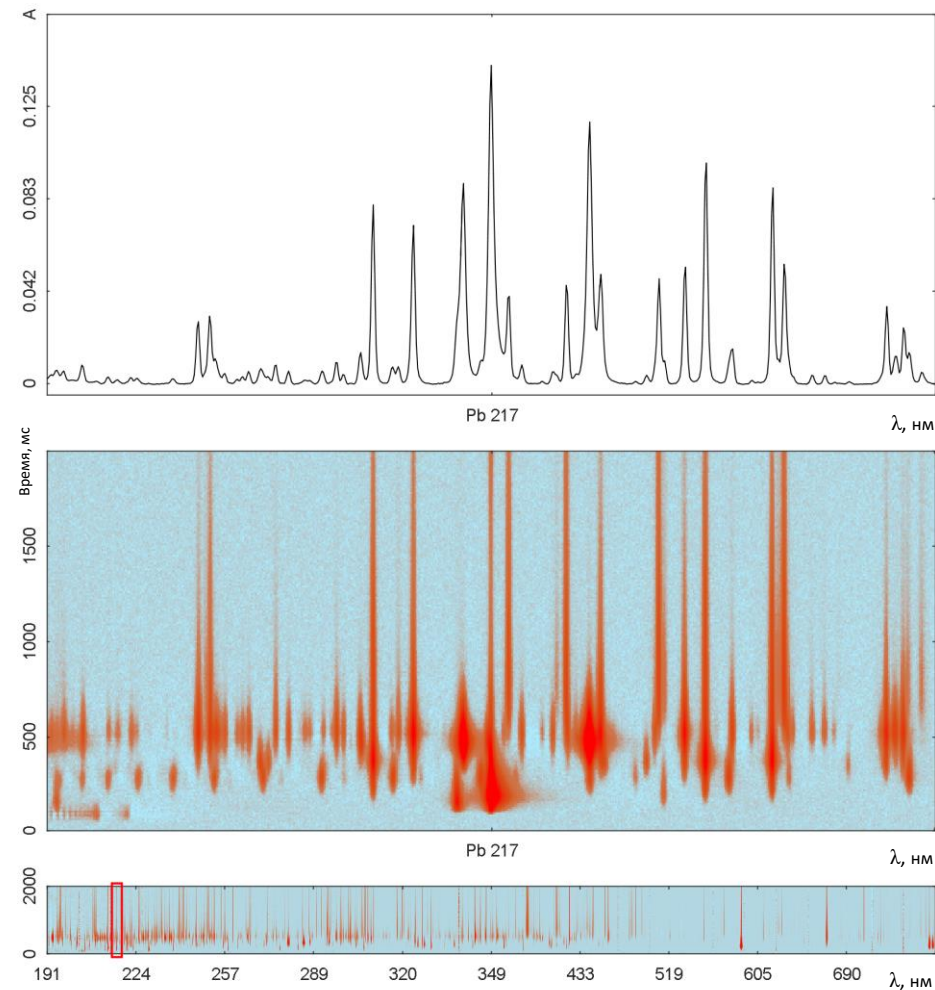
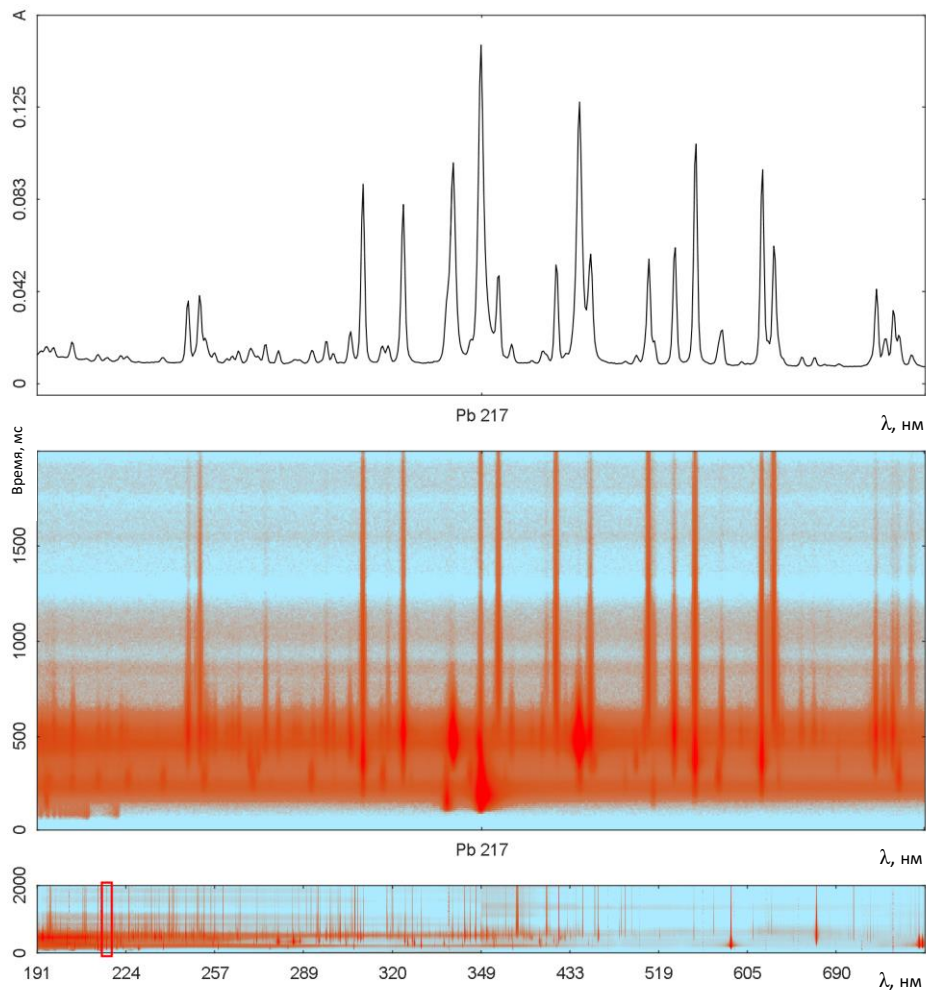
Зависимость сигналов поглощения элементов и температуры графитовой печи от времени



Фрагмент спектра поглощения в области Pb 217.00 (многоэлементный раствор 10 мг/л)



С коррекцией
неселективного поглощения

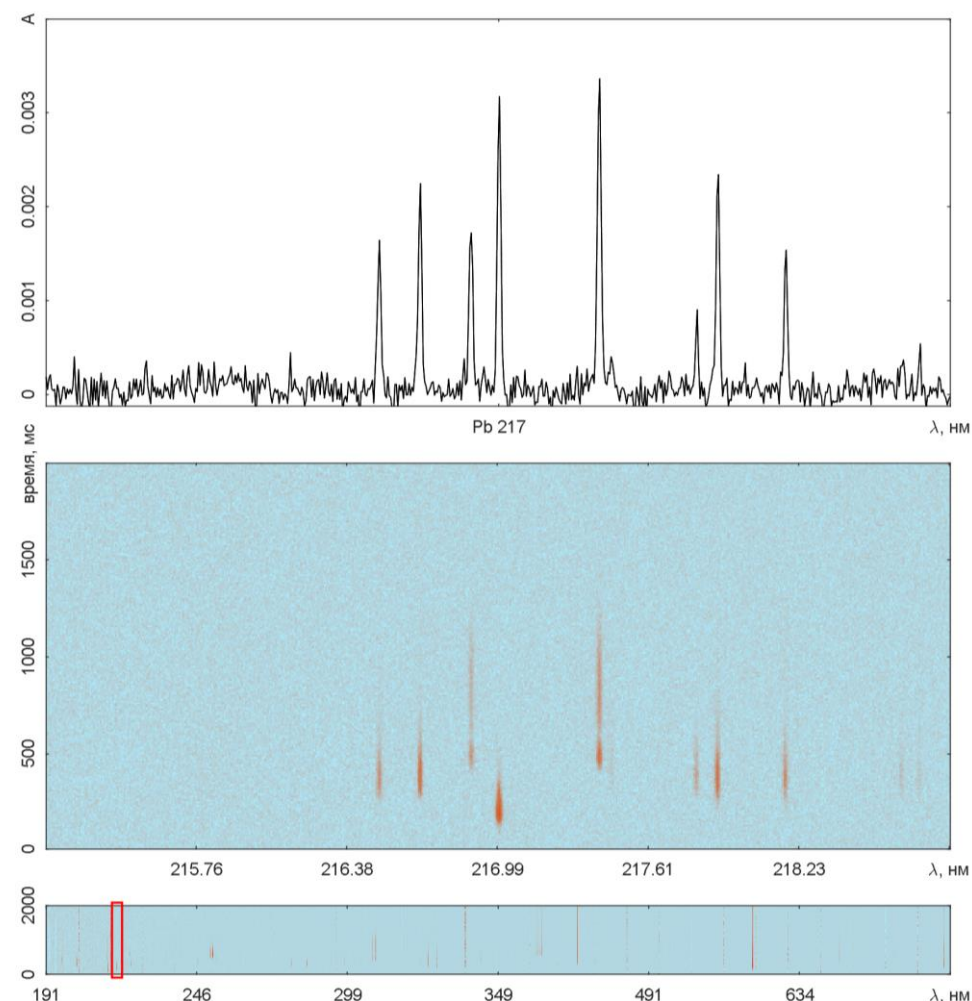
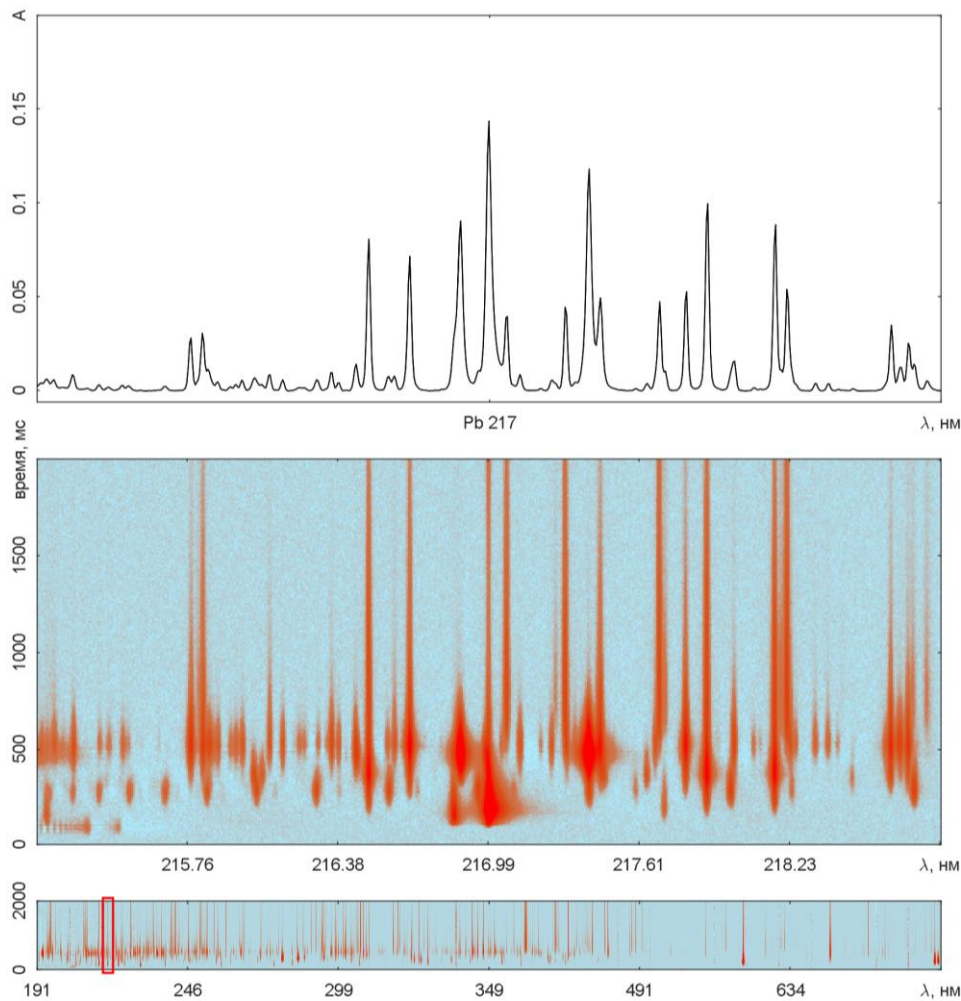




Фрагмент спектра поглощения в области Рb 217.00 с коррекцией неселективного поглощения

10 мг/л

10 мкг/л

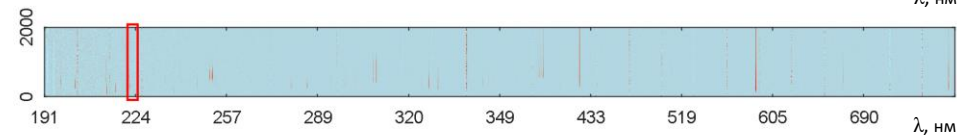
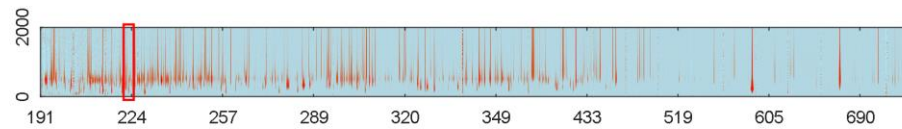
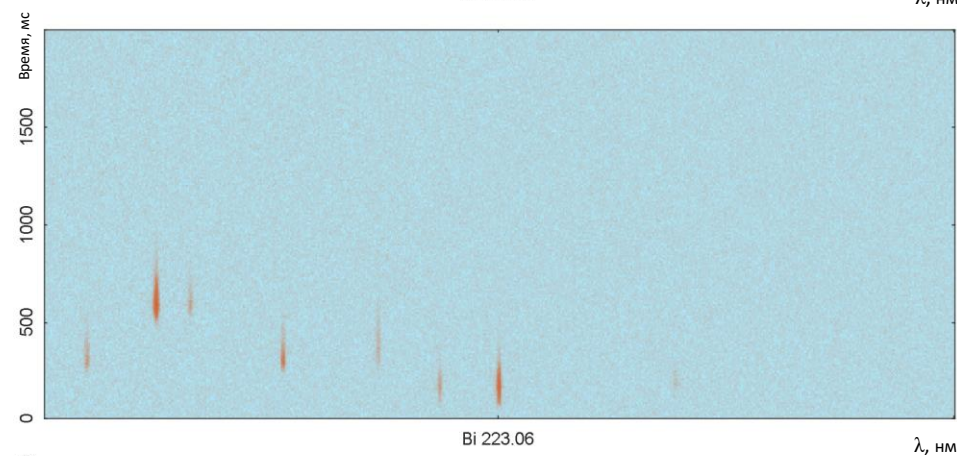
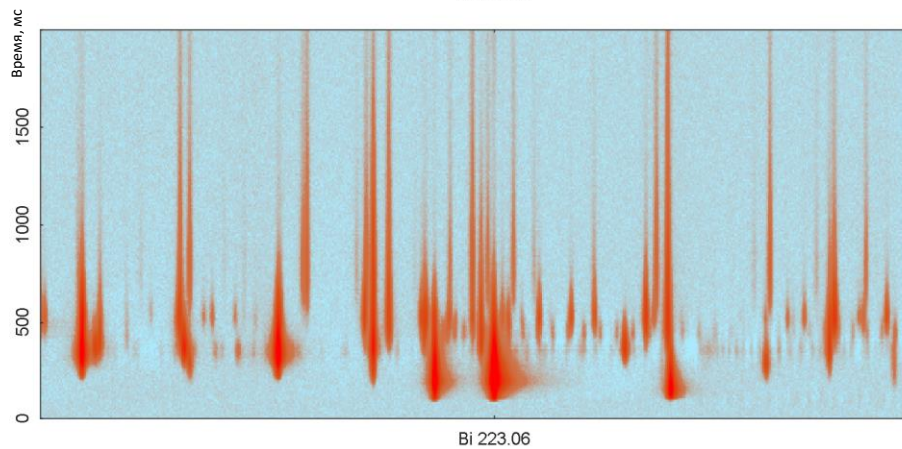
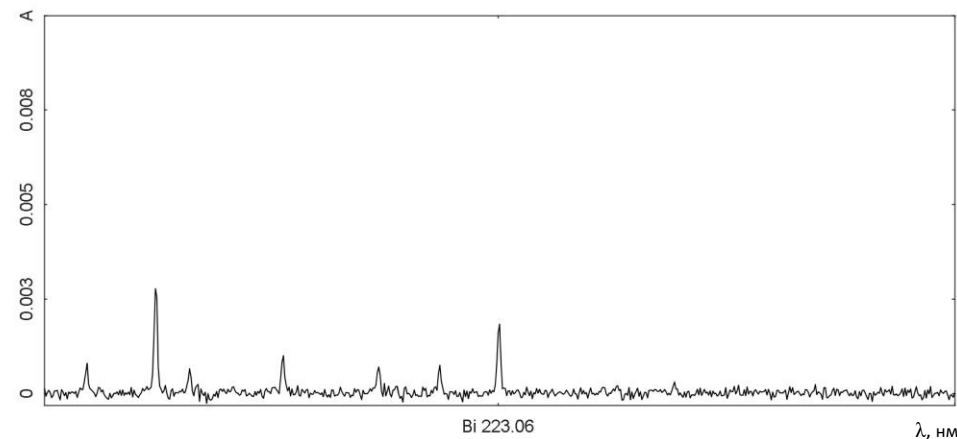
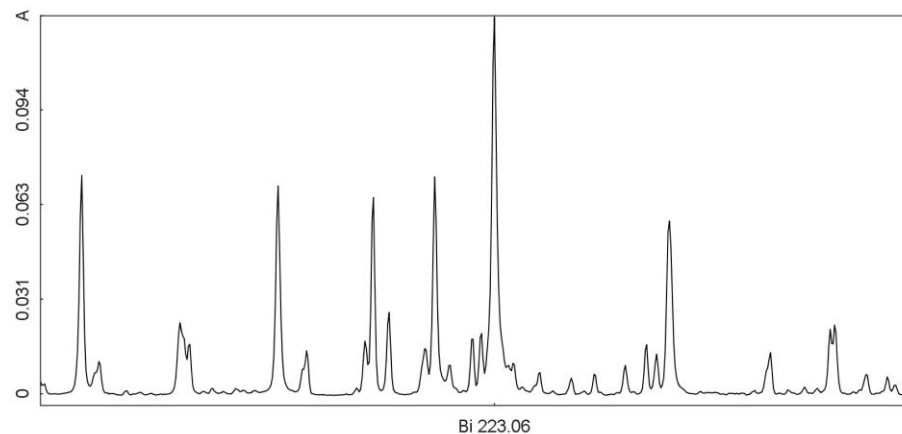




Фрагмент спектра поглощения в области $\text{Bi } 223.06$ с коррекцией неселективного поглощения

10 мг/л

10 мкг/л

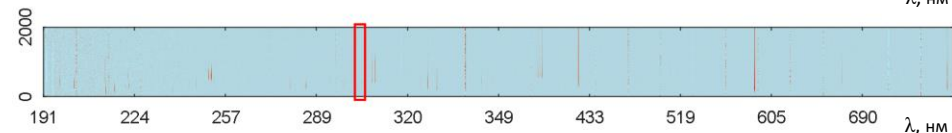
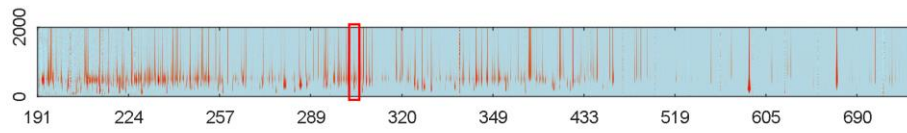
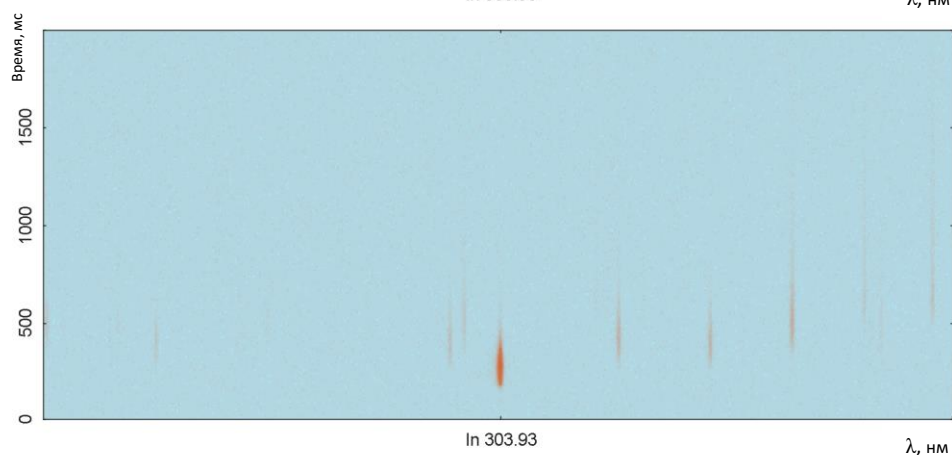
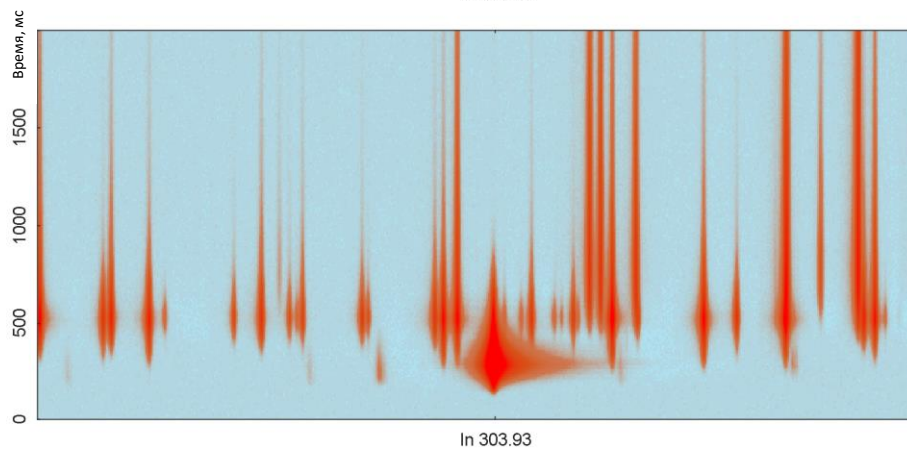
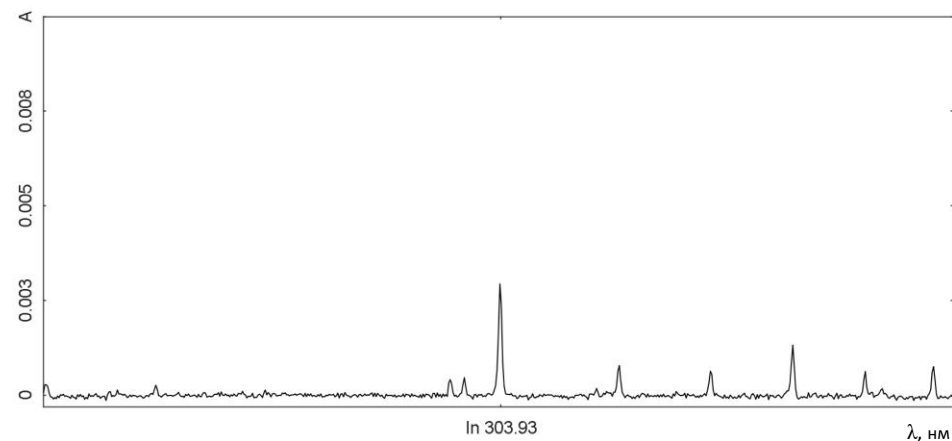
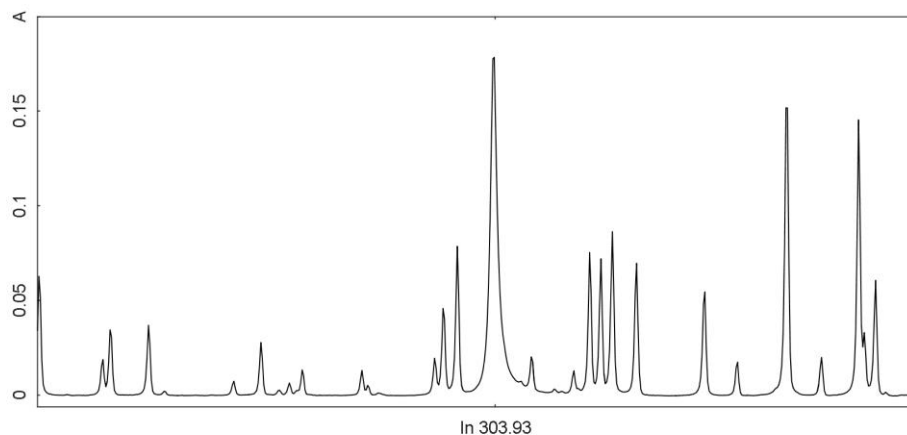




Фрагмент спектра поглощения в области $\ln 303.93$ с коррекцией неселективного поглощения

10 мг/л

10 мкг/л

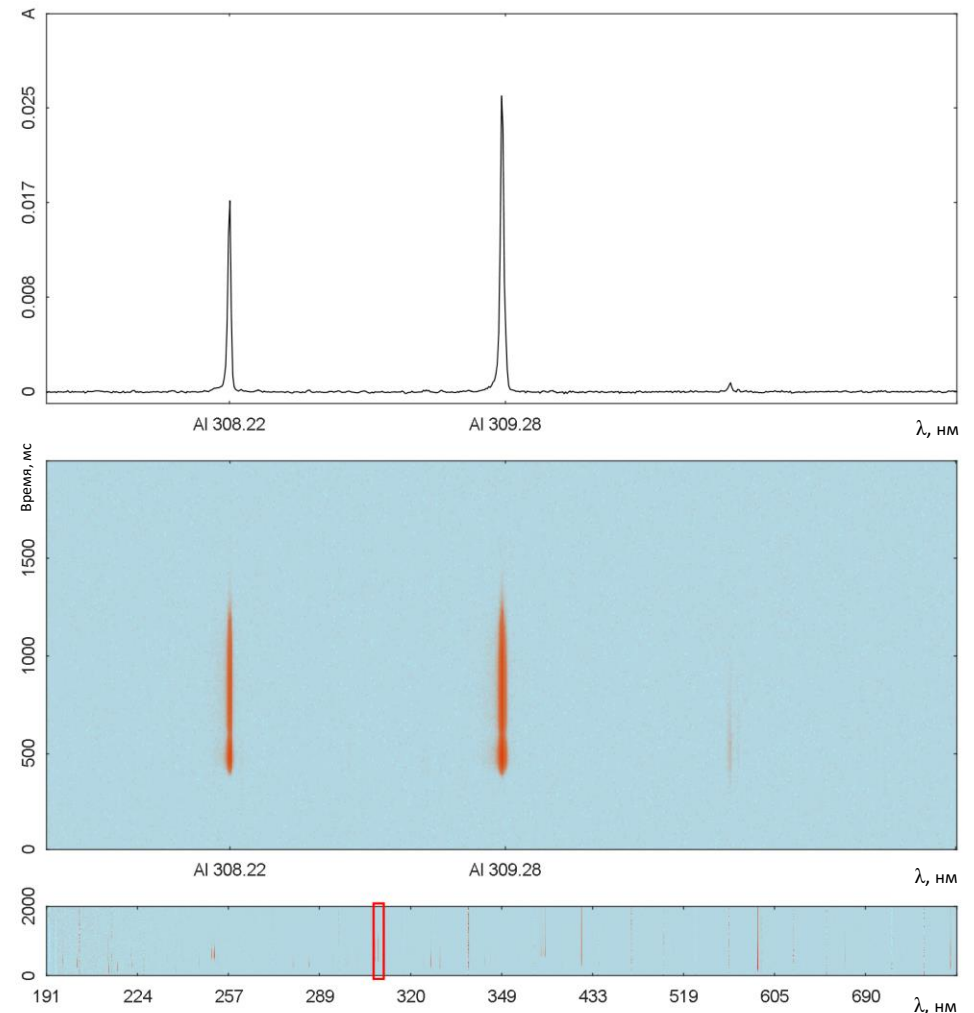
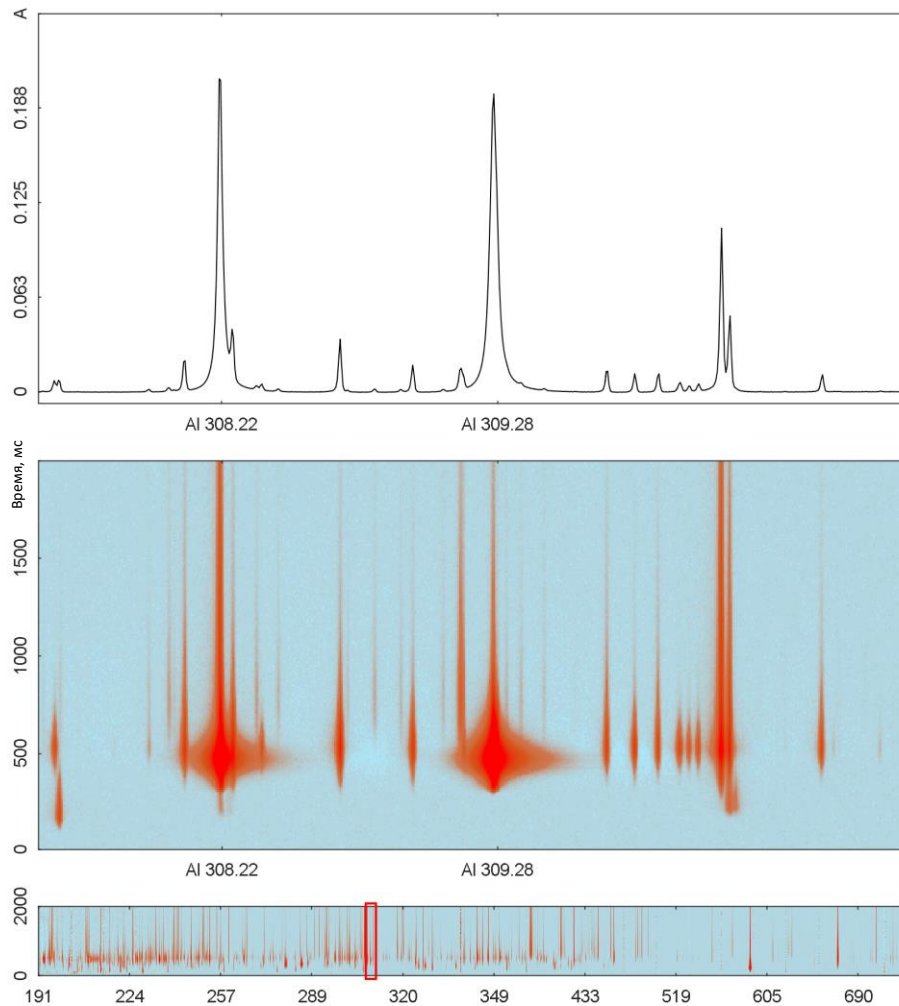




Фрагмент спектра поглощения в области Al 309.28 с коррекцией неселективного поглощения

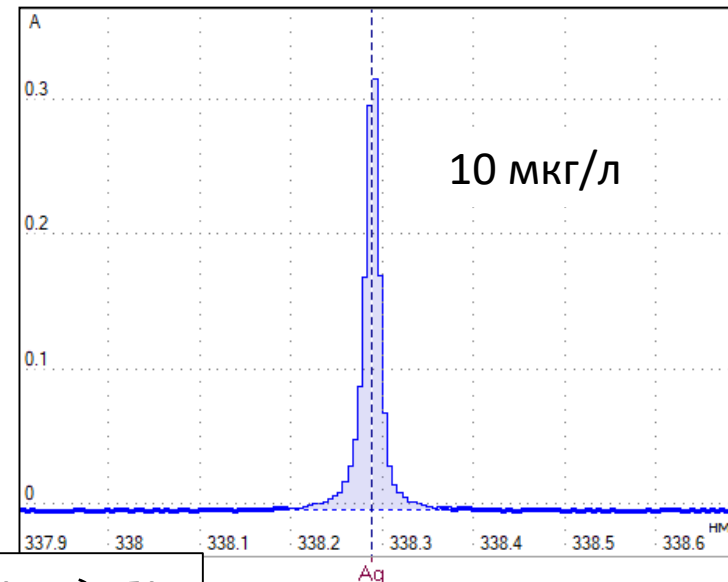
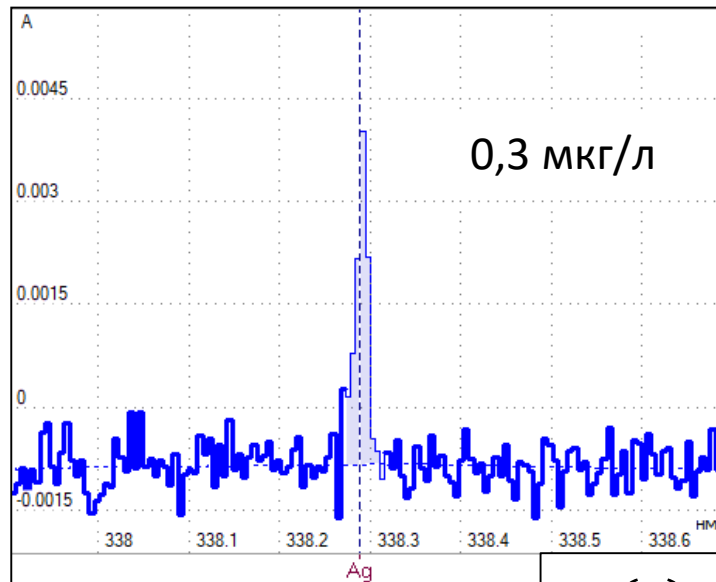
10 мг/л

10 мкг/л

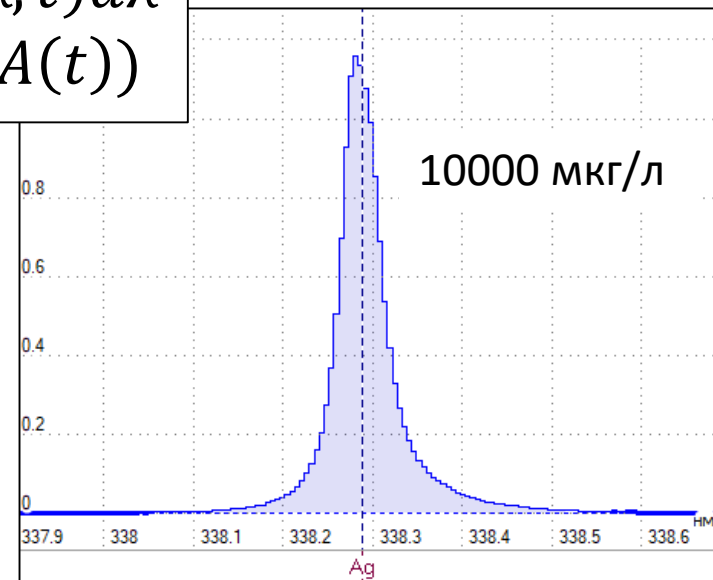
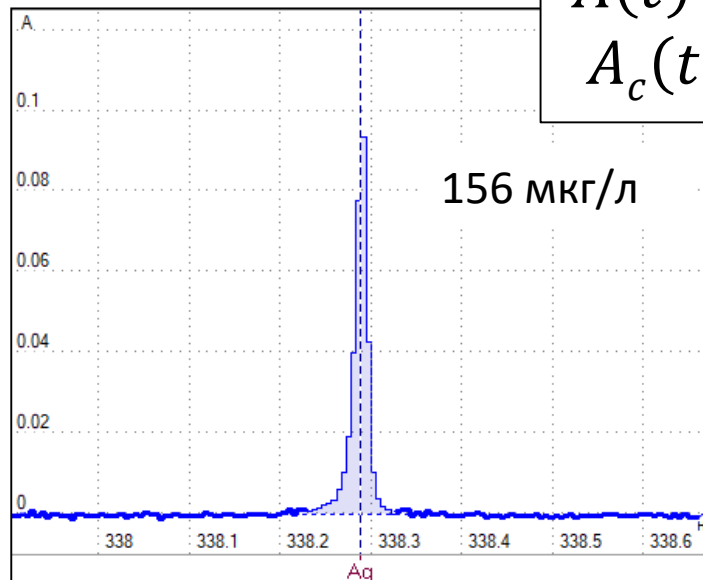




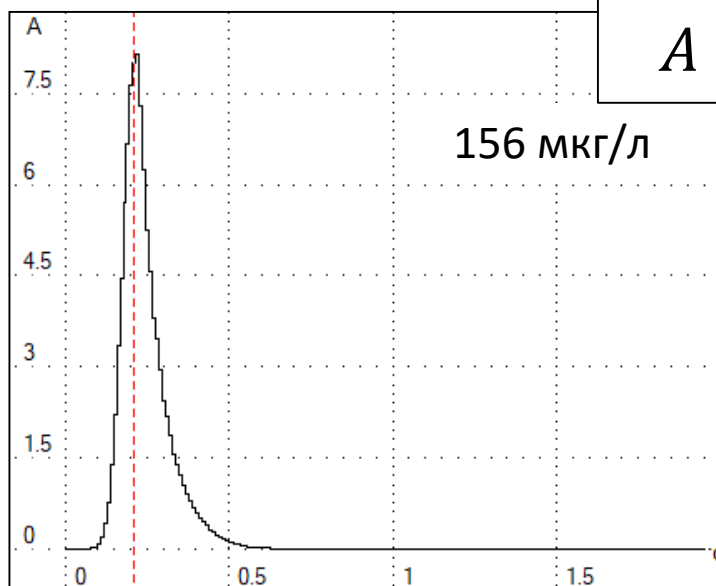
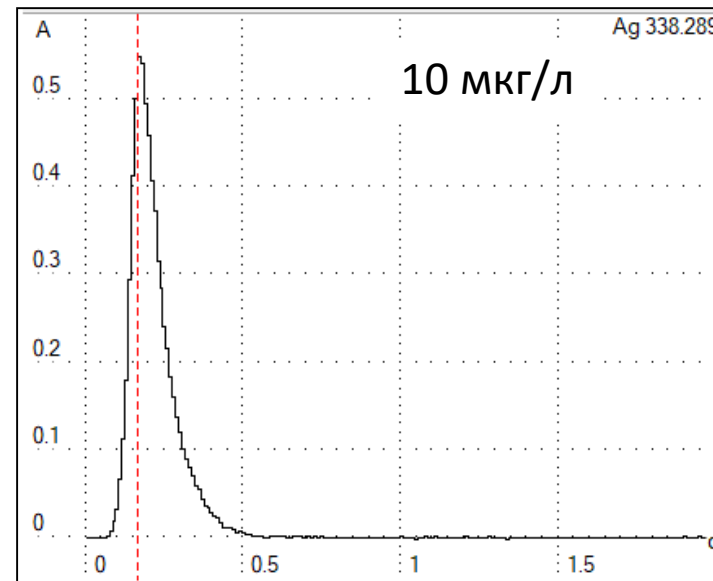
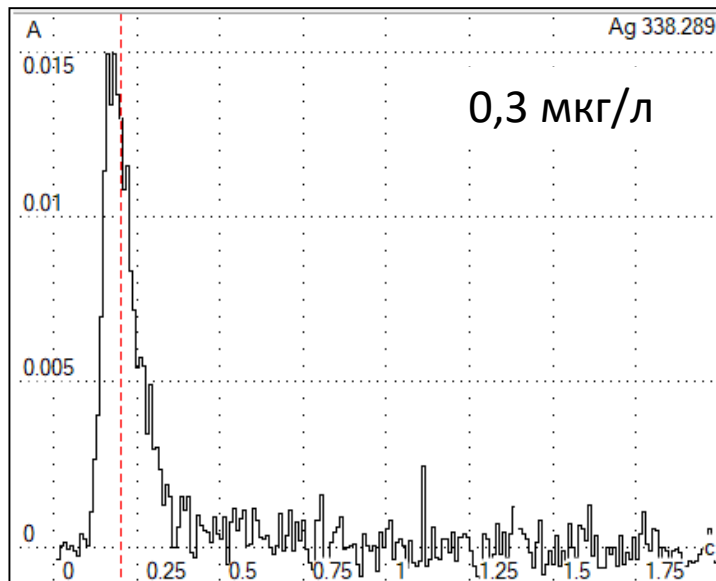
Изменение диапазона интегрирования по длине волны при увеличении концентрации (Ag 338.289)



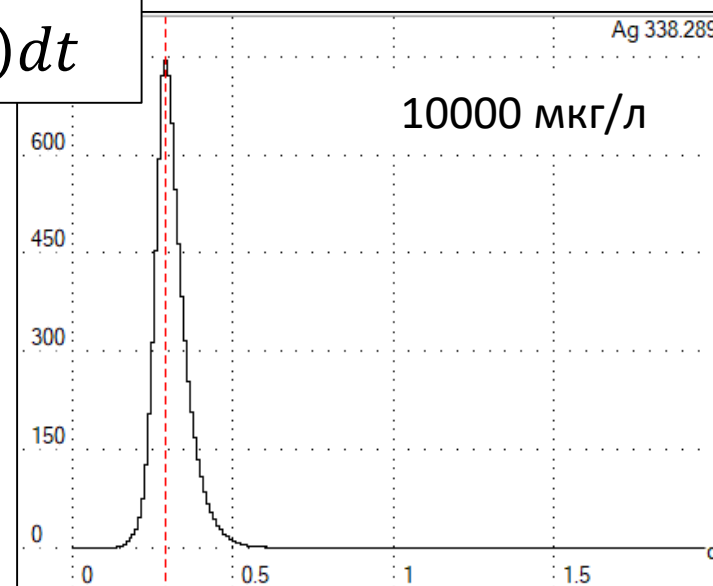
$$A(t) = \int A(\lambda, t) d\lambda$$
$$A_c(t) = f_L(A(t))$$



Сигнал поглощения во времени при изменении концентрации Ag 338.289

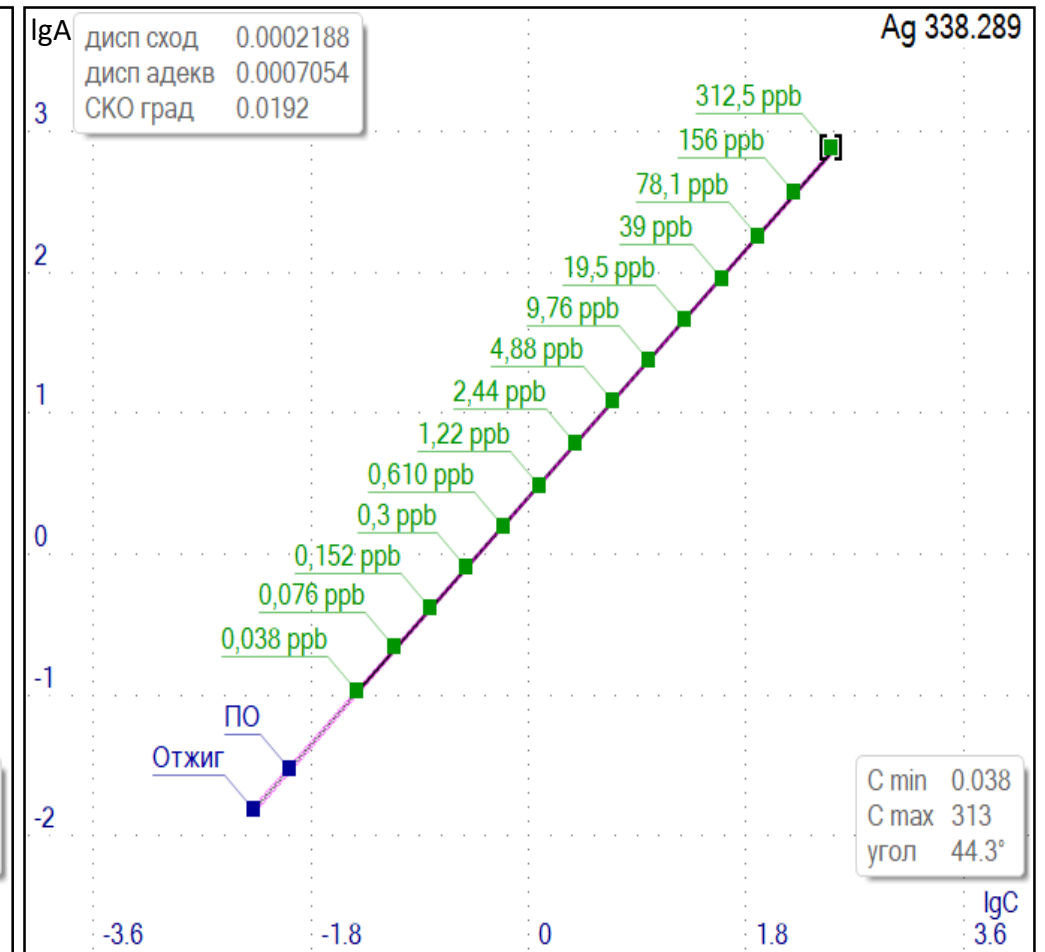
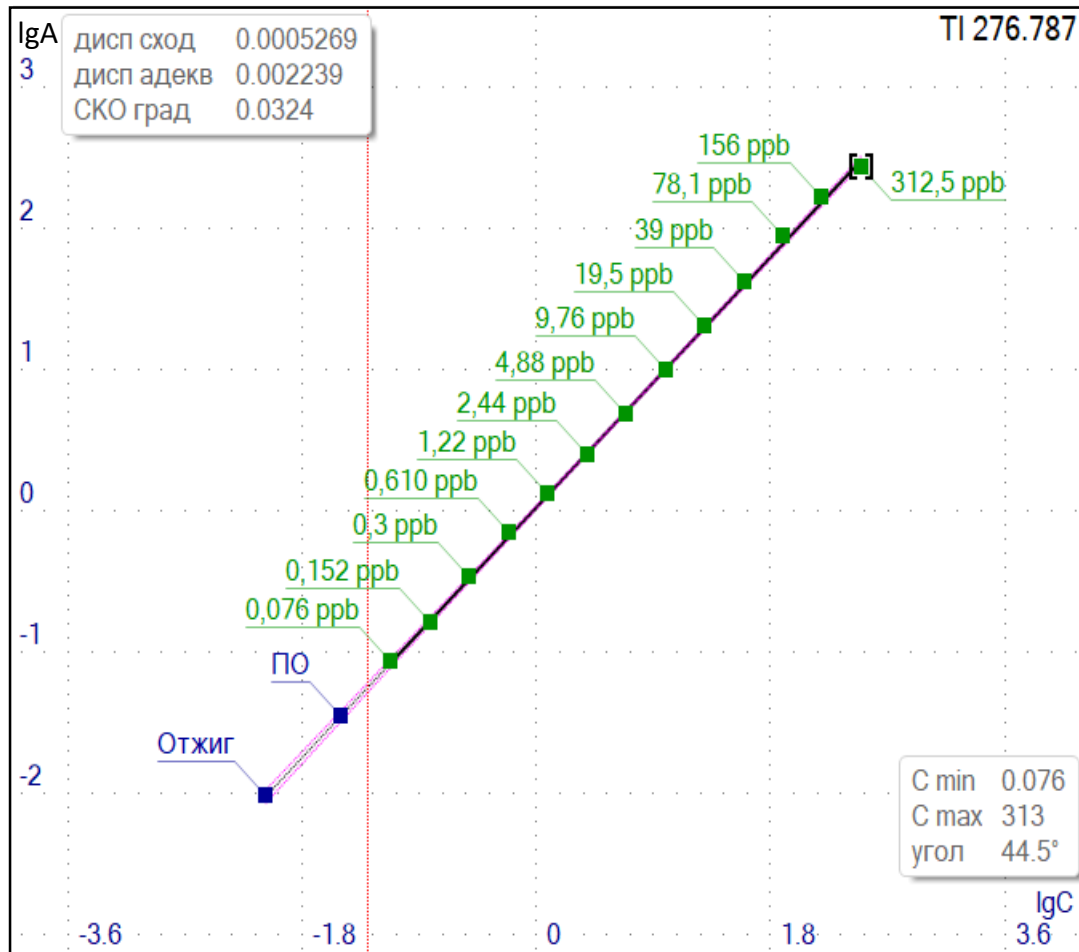


$$A = \int A_c(t) dt$$





Градуировочные графики для титана и серебра





Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения непрерывного спектра для одновременного многоэлементного анализа растворов

*Болдова С.С., Лабусов В.А., Селюнин Д.О., Семёнов З.В., Ващенко П.В., Бабин С.А., Колосов Н.А. (ИАиЭ СО РАН),
Путьмаков А.Н., Гаранин В.Г. (ООО «ВМК-Оптоэлектроника», г. Новосибирск)*

Разработан не имеющий аналогов в мире атомно-абсорбционный спектрометр (ААС) высокого разрешения с источником излучения непрерывного спектра (лазерная плазма в ксеноне) и электротермическим атомизатором (ЭТА) для одновременного определения более 40 элементов Периодической системы Д.И. Менделеева в растворах с аналитическими характеристиками близкими современным ААС-ЭТА с последовательным определением элементов. В отличие от известных решений спектры регистрируются параллельно двумя полихроматорами с установленными на их выходе сборками из 29 линеек фотодетекторов БЛПП-4000 (общее количество фотоячеек ≈ 120 тыс.) на этапе атомизации со скоростью 1000 спектров/с с разрешением 10 пм (190-350 нм) и 30 пм (350-855 нм). Диапазон одновременно определяемых концентраций элементов составляет до 4 порядков при пределах обнаружения до сотых долей мкг/л.

Спектрометр внедрён в производство на предприятии «ВМК-Оптоэлектроника» под наименованием Гранд-ААС. В 2023 году зарегистрирован в Госреестре средств измерений РФ под № 89108-23 и введён в эксплуатацию в Институте общей и неорганической химии РАН, г. Москва.

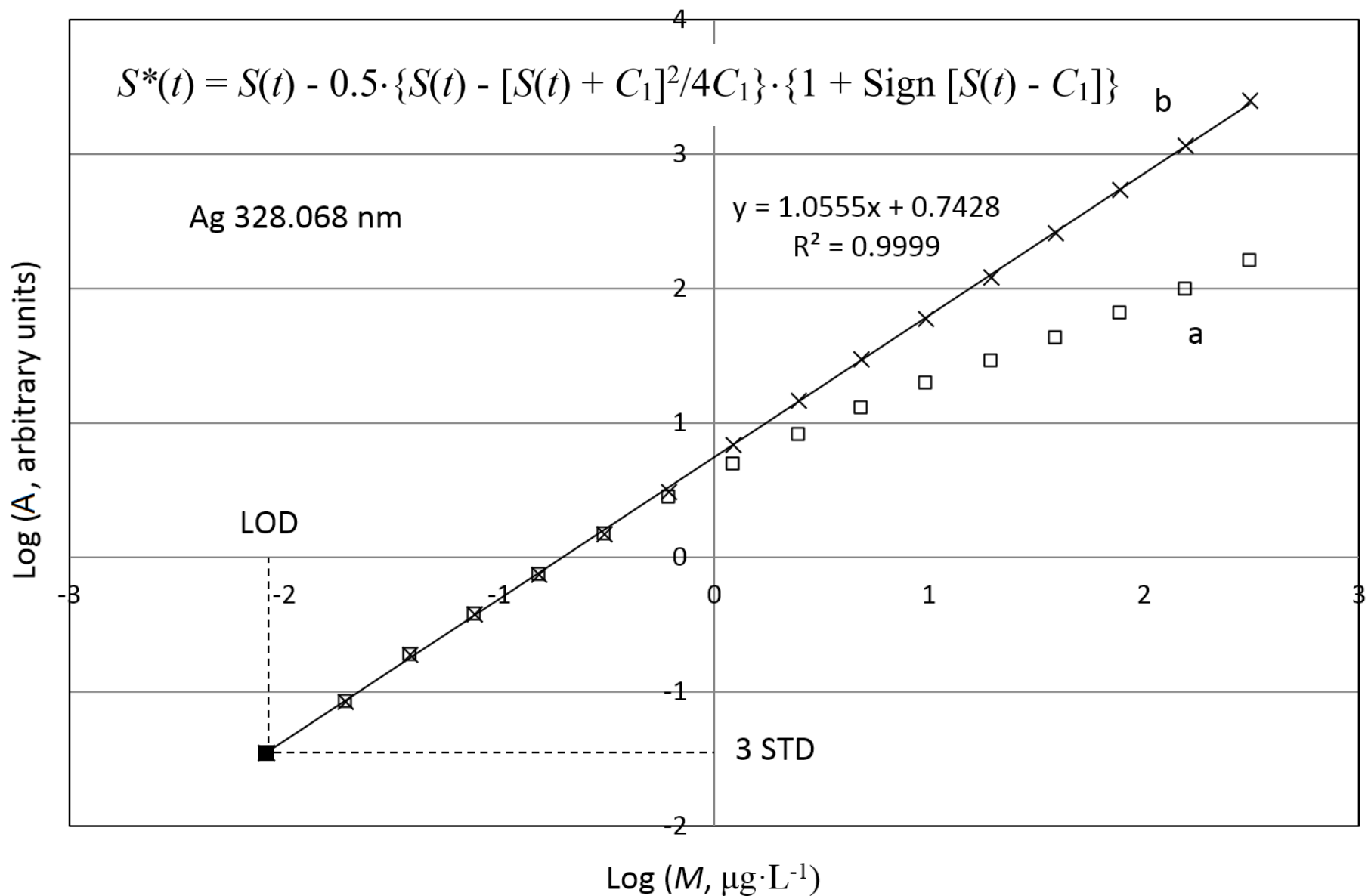


Спектрометр Гранд-ААС в ЦКП Института общей и неорганической химии РАН, г. Москва

1. V.A. Labusov, S.S. Boldova, D.O. Selyunin, Z.V. Semenov, P.V. Vashchenko, S.A. Babin «High-resolution continuum-source electrothermal atomic absorption spectrometer for simultaneous multi-element determination in the spectral range of 190–780 nm» // J. Anal. At. Spectrom., 2019,34, 1005-1010. <https://doi.org/10.1039/c8ja00432c>,
2. Болдова С.С., Колосов Н.А., Лабусов В.А. Расширение диапазона определения элементов на атомно-абсорбционном спектрометре «Гранд-ААС» с использованием нескольких их линий поглощения // Аналитика и контроль. 2021. Т. 25, № 4. С. 318-325. <http://dx.doi.org/10.15826/analitika.2021.25.4.010>,
3. Колосов Н.А., Болдова С.С., Лабусов В.А. Оценка возможности контроля температуры электротермического атомизатора по сигналам поглощения элементов // «Заводская лаборатория. Диагностика материалов». 2022. Том 88. № 1. ч. II. С. 83-88. DOI: <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2022-88-1-II-83-88>,
4. Ващенко П.В., Болдова С.С., Колосов Н.А., Лабусов В.А. Моделирование атомно-абсорбционного спектрометра с источником излучения непрерывного спектра // Аналитика и контроль. 2023. Т. 27, № 3. С. 168-179. DOI: 10.15826/analitika.2023.27.3.005



Градуировочный график для серебра до и после линейризации



Моделированные фрагменты спектров в окрестности линии Ag 338.289 нм при концентрациях 1.22 мкг/л (а-б) и 313 мкг/л (в-г): спектры прошедшего сквозь атомный пар излучения (а, в) и спектры поглощения (б, г)

