

Оңтүстік Қазақстан Мемлекеттік Фармацевтика Академиясы

Фармацевтикалық және токсикологиялық химия кафедрасы

**Тақырыбы: Рентген-флуоресцентті
талдау. Микроэлементтер талдауында
қолдану.**

ОРЫНДАҒАН:

ТОБЫ:

ҚАБЫЛДАҒАН:

ЖОСПАР:

- Кіріспе**
- Негізгі бөлім**
 - Рентген-флуоресцентті талдау**
 - Сапалық талдау**
 - Сандық талдау**
- Қорытынды**
- Пайдаланылған әдебиеттер**

КІРІСПЕ

Рентген-флуоресцентті талдау – Са-ден U-ға дейін элементтері бар талданатын объектілердің құрамын элементтік талдауының физикалық әдістеріне жатады. РФТ әдісінің ерекшелігі бірнеше грамм үлгінің жеткіліктілігі және күрделі көпкомпонентті қоспалардың элементтерін сандық және сапалық құрамын бір мезгілде талдау жүргізу мүмкіндігі. Тіпті бұл талдауды өз қолынмен жасағанда талдаудың уақыты 100 с. аспайтын экспрессті әдіс болып табылады.

таукен

ісінде

минералогияд

а

метрографияд

а

геохимияд

а

гидрометалургия

да

оптикад

а

Рентген-
флуоресцентті
спектроскопия
(РФС)
қолданылуы

металлургия

да

көмір

өндірісінде

электроникад

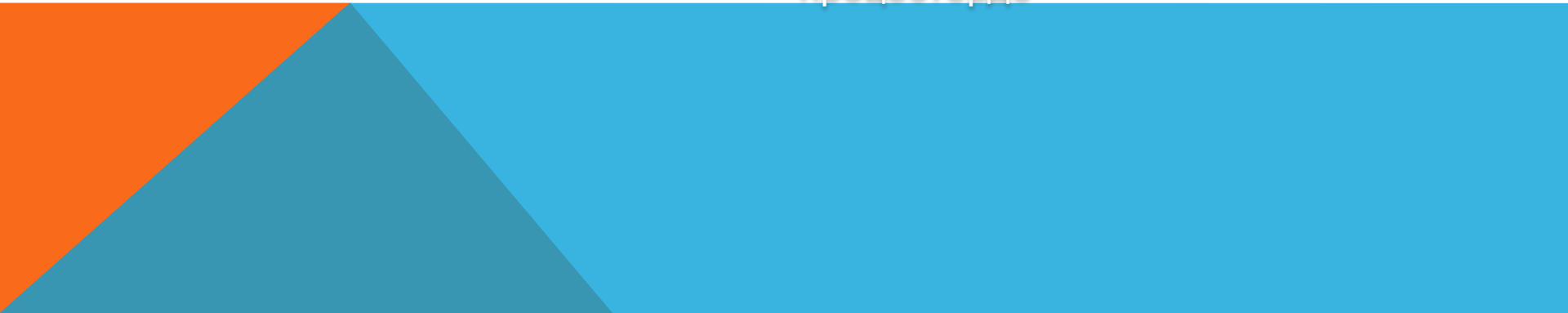
а

геологияд

а

технологиялық

процестерде



РСТ әдісі көптеген құймалардың құрамын анықтауға өте ыңғайлы, өйткені мұндай жағдайда олардың көлемі мен өлшемі бірдей стандартты үлгілерін алуда олардың бетін ысқылай отырып, жалтырата өңдеу де жеңіл. Сол сияқты ол керамика, шыны, пластмасса, катализатор, қайрақ тас және тағы басқа күрделі заттардың құрамын айқындау үшін де жиі пайдаланылады. Оның тездігі мен көп элементтілігі қоршаған ортадағы заттарды талдауға қажет.



Рентген спектрлік
талдаудың бір түрі

берілген қатты зат
бетіндегі арнайы нүктені
таңдап алып талдау әдісі

Бұл қоспаның беткі ауданға қалай таралып, орналасқанын нақтылы анықтауға мүмкіндік береді. Бұл әдіс сонымен қатар негізгі заттың бетіне қапталған екінші бір зат қалыңдығын да анықтау үшін кең пайдаланылады.

РСТ әдістері ай бетінің жыныстарын талдауға қолданылады. Оның көмегімен көптеген технологиялық процестер автоматты түрде реттелініп, басқарылуда. 1928 жылы тұңғыш рет РФТ әдісінің сандық талдау әдістемесін *Глокер мен Шайбер* ұсынды, ал рентгенофлуоресцентті құрылғының өзін 1948 жылы *Фридман мен Беркс* жасап шығарды. Рентгенді спектрлер әртүрлі заттардағы жеке элементтер құрамын анықтау үшін кеңінен қолданылады.

Рентгенді спектрлік талдау химиялық әдістерге қарағанда үлгі құрамын анықтауды тездетуге және қажетті дәлдікті қамтамасыз етуге мүмкіндік береді. Оптикалық спектрлік талдаумен салыстырғанда рентгенді спектрлік талдау артықшылықтарының қатарына рентгенді спектрлер аз сызықтардан тұратындығы; ішкі серия (K және L) сызықтарының өзара орналасуы барлық элементтерде дерлік бірдей; сипатталатын спектрдің толқын ұзындығы элементтің реттік номерінен тәуелді болуы жатады (Мозли заңы бойынша).

Рентген-флуоресцентті анализ (РФА) — Заттың элементтік құрамын зерттеуге, яғни элементтік анализін алуға қолданылатын заманауи спектроскопиялық зерттеу әдісі болып табылады. Әдістің көмегімен берилийден (Be) бастап уранға (U) дейінгі элементтер талданады. РФА әдісі зерттелетін материалға рентген сәулесімен әсер еткен кездегі алынған спектрді талдауға негізделген.

РЕНТГЕН-ФЛУОРЕСЦЕНТТІ ТАЛДАУДЫҢ АРТЫҚШЫЛЫҒЫ:

- Әдістің универсалдылығы
- Барлық материалдар: сұйықтықтар, металдар, ұнтақтар, газдар;
- Барлық элементтер : бериллийден (Be) бастап уранға (U); дейін
- Концентрацияның кең диапазоны: миллиондық үлестен (ppm) 100% дейін;
- Жоғары дәлділік: 0,1% дейін;
- Экспрестілігі: талдау уақыты 1 минутқа дейін;
- Минималды сынама дайындау;
- Минималды жұмыс күші;
- Стандартты үлгі қажетінсіз анализ жүргізу;



флуорентрлік

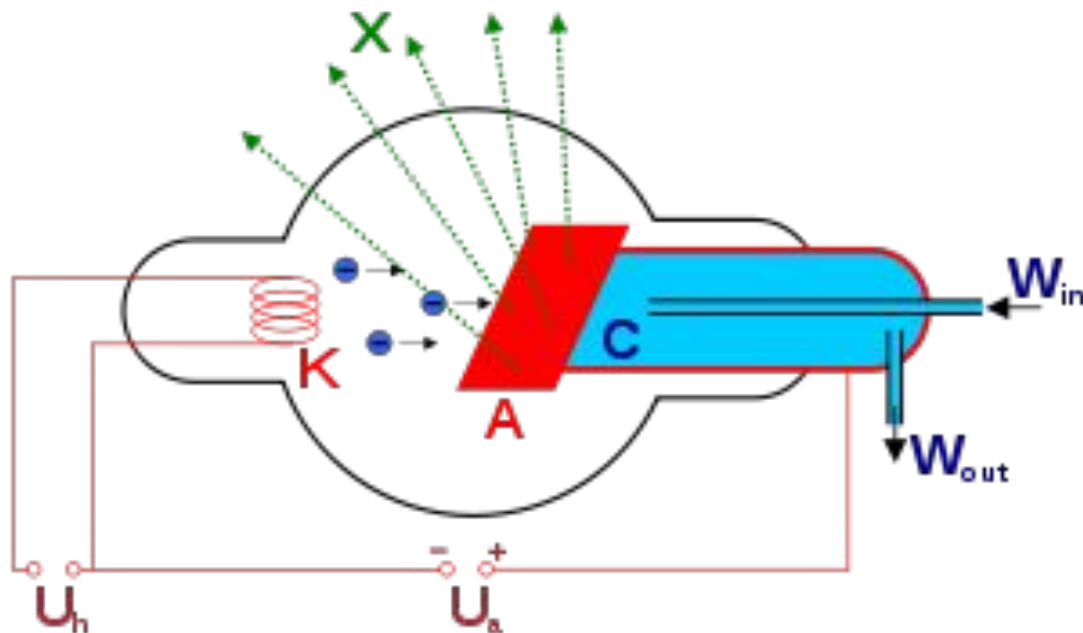
ЭМИССИЯЛЫҚ

абсорбциялық

Рентгенді
спектрлік
талдау 3-ке
бөлінеді.

Эмиссиялық әдіс. Бұл әдіспен рентгендік трубканың анодына орналастырған заттың спектрін зерттейді. Затты электрондар шоқтарымен атқылағанда бірінші сипаттамалы сәулелену пайда болады. Ол саңылаудан өткен соң кристалдың (спектрограф немесе спектрометр) көмегімен спектрлерге ыдырайды және фотопенкада есептеуіш көмегімен тіркеледі. Сандық талдауды сыртқы және ішкі стандарттар әдісімен жүргізеді. Эмиссиялық әдіс жоғарғы сезімталдыққа 0,1-00,1% ие. Бірінші спектрлер бойынша сандық талдаудың қателігі анықталатын элементтің 2-5% құрайды. Бұл әдіспен зерттеу кезінде зерттелетін затты қыздырады, сондықтан тез жанғыш заттар талдауы, мысалы, күкірт пен селенді талдау қиындық тудырады.

Рентгендік трубка электронның жолында орнатылған, нәтижесінде пайда болатын атом анодымен тез ұшатын электрондардың ара қатынасы, рентгендік сәуле көзі болып табылады.



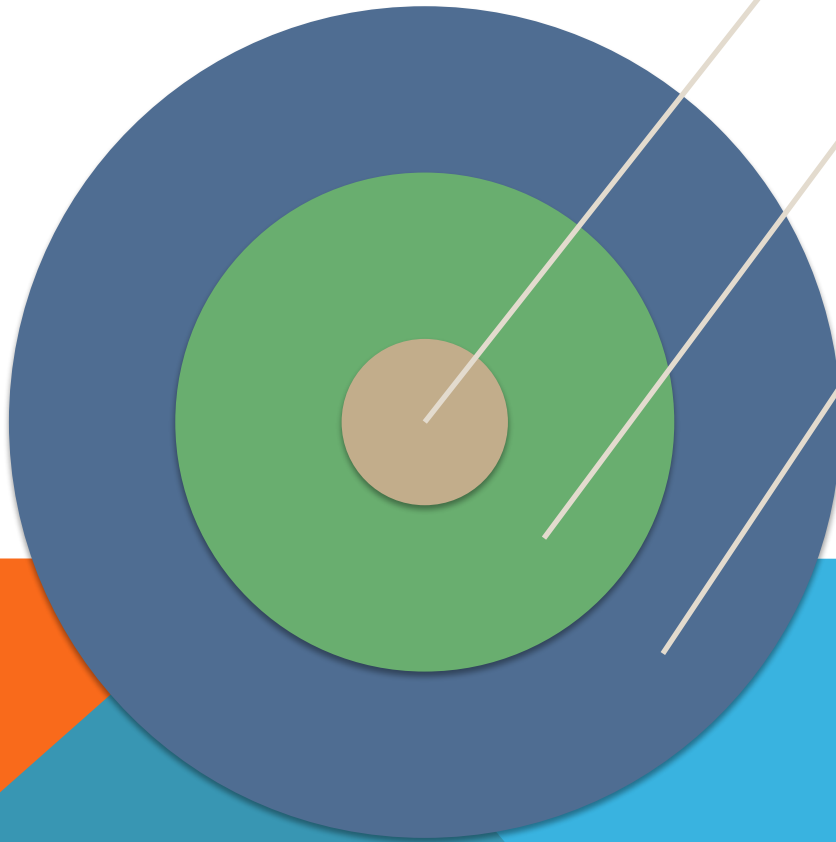
Рентгендік трубка

РЕНТГЕНДІК ТРУБКАЛАР КЕЛЕСІ БЕЛГІЛЕР БОЙЫНША КЛАССИФИЦИАЛАНАДЫ :

электрондарды алу жолы
бойынша трубкалар иондық
және электрондық

вакуумды жарату және құру
жағдайы бойынша тігілген
және құрылған трубкалар

қолдануы бойынша: материалдың
мөлдірлігі, анализдің
құрылымында, спектрлік
талдауда, медициналық
мақсатында (диагностикалық
және терапевтикалық);



Абсорбциялық әдіс. Бұл әдісті көбінесе сұйықтықтардағы салыстырмалы ауыр қоспаларды анықтауда қолданылады. Сұйықтықтарды рентгендік сәулелерді төмен жұтылу коэффициентті материалдан жасалған ойларға орналастырады (мысалы, плегсигланнан). Ой арқылы өткен рентгендік сәулелер шоқтарын спектрге ыдыратады. Талдау кезінде зат арқылы сәулелер өткендегі спектрдегі интенсивтіліктің өзгерісі зерттеледі. Талдаудың екі түрі бар: үзіліссіз спектрді жұтылу және сипаттамалы спектрді жұтылу әдісі. Абсорбциялық әдіс салыстырмалы төмен сезімталдыққа - 0,5-0,15% ие. Сандық талдаудың қателігі 10-5% құрайды.

Флуоресцентрлік әдіс. Флуоресцентрлік әдіс пен зерттеуде затты күшті рентгендік трубка анодына жақын жерге орналастырады. Трубкадан шығатын бірінші сәулелену зерттелетін заттың екінші сипаттамалы сәулесін қоздырады. Бұл сәулелену Соллер саңылауының көмегімен белгіленген параллельді шокпен кристалға түседі де, кристал оны спектрге ыдыратады. Спектр әдетте газ разрядты немесе және сцинтилляциялық есептегіш көмегімен тіркеледі. Фотографиялық әдіс екінші ретті спектрлер интенсивтілігінің аздығынан қолданылмайды.

САПАЛЫҚ ТАЛДАУ

Зерттелінетін объектілерінің сапалық талдауы спектр флуоресценцияның алынған үлгісінің ең характеристикалық шыңдарымен салыстыру арқылы жүзеге асады, ол әдетте $K\alpha$ или $K\beta$ сәулелері осы шамаларға сәйкес белгілі элементтер қатарымен спектралды сызықтар атласымен арқылы табулирленген мәндері.

Іс жүзінде бұл прибордың максималды толқын ұзындығының диапазонында екіншілік сәулелену спектрін сканерлеуіне сәйкес үлгідегі характеристикалық элементтер сызықтарының бөлінуі немесе үлгідегі нақты заттың болуын тексеру мақсатында, ізделінетін элементтің екіншілік сәулеленуіне сәйкес толқын ұзындығының шектеулі аймағында дискретті сканерлеу жүргізу.

Суретте екіншілік сәулелену спектріне мысал ретінде мыс үлгісінің жалпы көрінісі.

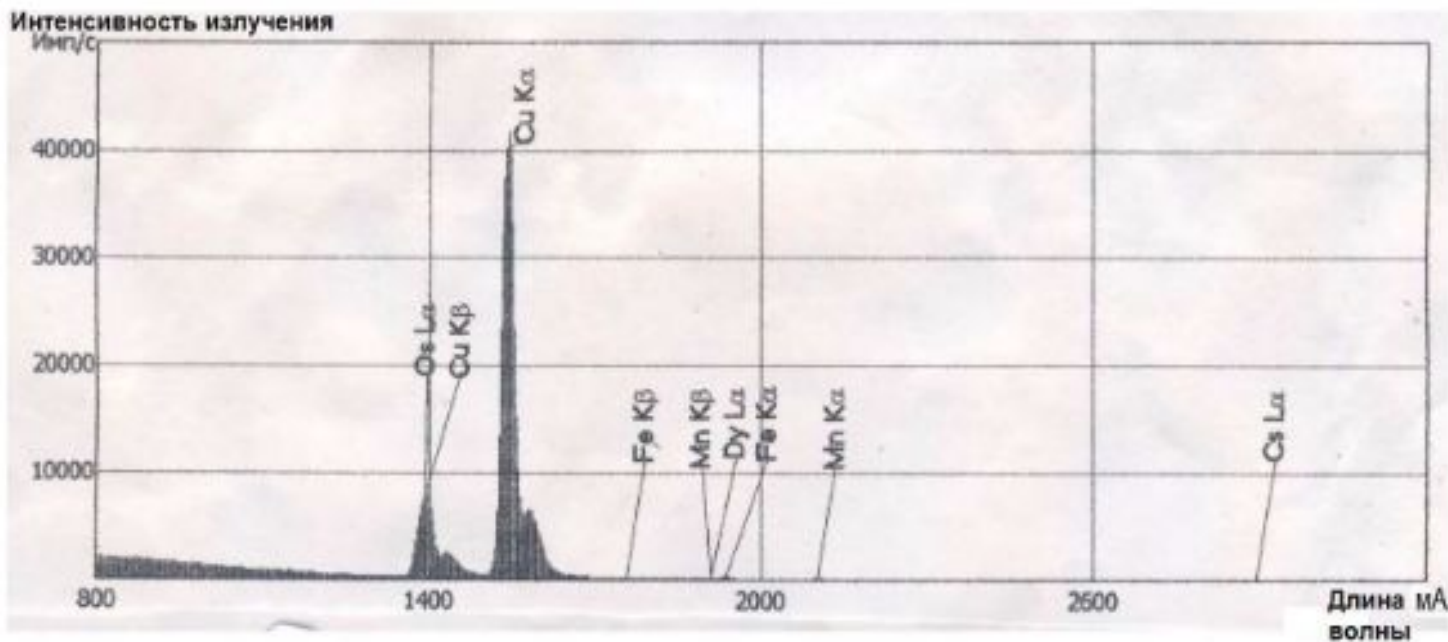


Рис. 2. Спектр образца меди с примесями.

САНДЫҚ ТАЛДАУ

Сандық талдау үлгінің құрамын дәл бағалау үшін пайдаланылады. Аналитикалық сызықтың өлшенген қарқындылығы мен үлгідегі тиісті элементтің концентрациясы арасындағы функционалдық тәуелділік бар екендігіне іс жүзінде сандық талдаудың барлық түрлеріне негізделген. Үлгідегі элементтің жоғарғы концентрациясы осы элементке сәйкес келетін энергияның екіншілік квант сәулеленуінің үлкен санының қалыптастыруын туғызады. Бірнеше үлгілердің қарқындылығын өлшеу, элементтерінің (эталондық үлгілері) белгілі, бірақ әр түрлі концентрациясы әрбір зерттелінетін элементке функционалдық тәуелділігін анықтайды. Бұл талдау аналитикалық (калибрлеу теңдеуі) және графикалық (калибрлеу графигі) түрде бейнеленуі мүмкін.

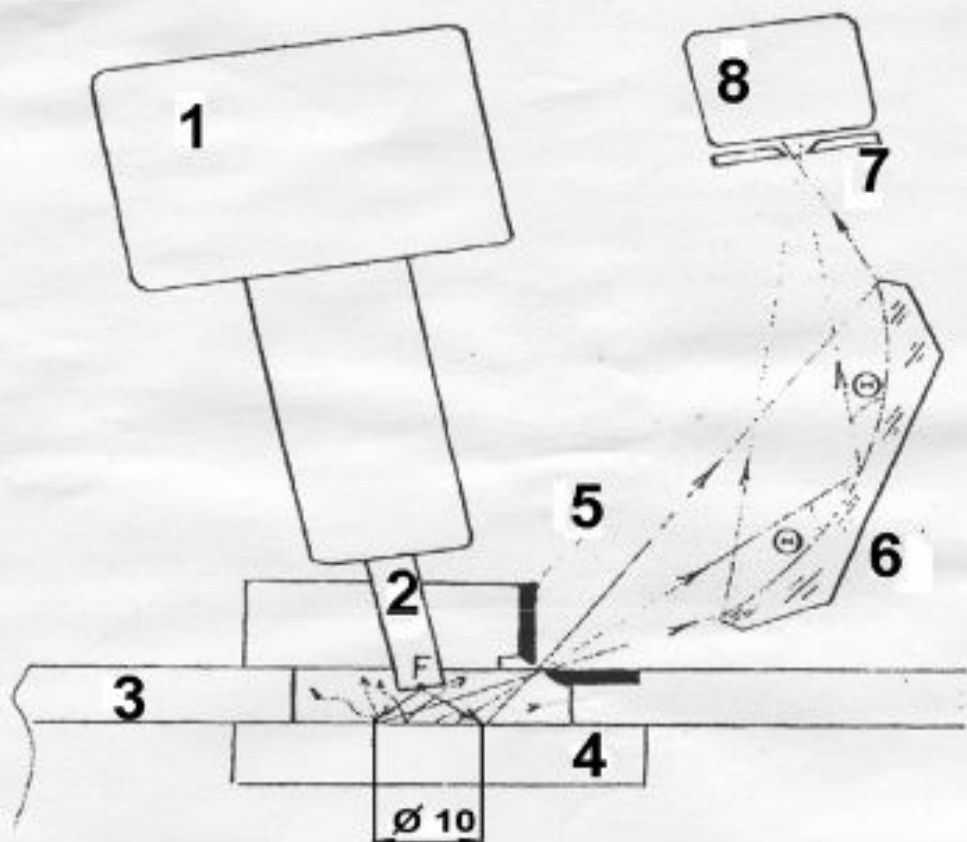
Калибрлеу теңдеуі: $C(x) = A_0 + A_1 \times T(x)$

Мұндағы:

A_0 - аналитикалық желісі бойынша «алмастыру» шамасын сипаттайтын коэффициенті.

A_1 - концентрация сезімталдығы.

$T(x)$ – аналитикалық желінің қарқындылығы.



«Спектроскан» құралының блокты схемасы

- 1 - рентгендік түтік;
- 2 - спектрометрдің төменгі саңылауы;
- 3 - жоғары кернеулі жабдықтау көзі VIP -40;
- 4 – үлгілерді толтыру кюветасы;
- 5 - ұялы құрылғы;
- 6 - кристалды-талдағыш;
- 7 - қабылдау ұясы;
- 8 - флуоресцентті детектор.

Талдау портативті рентген флуоресцентті кристалл дифракционды сканерлеуші «Спектроскан» спектрометрінде жүргізіледі. Рентгенфлуоресцент қондырғысында ең бірінші талданатын үлгіге рентген сәулесі жіберіледі де, нәтижесінде үлгі рентген диапазонында сәулеленеді. Екінші қайта сәулелену кезінде спектрлі құрамы талданатын үлгі құрамындағы элементтерін көрсетеді.

ҚОРЫТЫНДЫ

Рентгенді спектрлер әртүрлі заттардағы жеке элементтер құрамын анықтау үшін кеңінен қолданылады. Рентгенді спектрлік талдау химиялық әдістерге қарағанда үлгі құрамын анықтауды тездетуге және қажетті дәлдікті қамтамасыз етуге мүмкіндік береді.

Пайдаланылған әдебиеттер тізімі:

- ❑ «ТЕОРИЯ И ПРАКТИКА РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА».,
Электронное учебно-методическое пособие, Черноруков Н.Г., Нипрук О.В.2012 г.
- ❑ «Материалдарды зерттеу және бақылау әдістері» пәнінің оқу-әдістемелік кешені
Смаилова Г.А. - техника ғылымдарының кандидаты, доцент., Кошимбаев Бауржан
Ш. аға оқытушы. Алматы: ҚазҰТУ, 2013 ж.
- ❑ Токсикологическая химия: учебник / Под ред. Т.В. Плетеневой. – 2-ое изд. – М.,
2008. – 350-365 с.
- ❑ Т.Байзолданов, Ш.Т.Байзолданова. Руководство по токсикологической химии
ядовитых веществ, изолируемых методом экстракции:[Учеб. Пос. для вузов]-
Алматы.2003.-260-289 с.
- ❑ Токсикологическая химия: метаболизм и анализ токсикантов: учебное пособие /
под ред. Н.И. Калетиной. – М., 2008. – 145-200 с.
- ❑ Лужников Е.А. Клиническая токсикология / -М.,»Медицина», 1994. – 55-75 с.