

Спектральный анализ

Доцент кафедры месторождений полезных

ископаемых Шарова Татьяна Викторовна

Преподаватель кафедры месторождений полезных

ископаемых Рыбин Илья Валерьевич

Спектральные методы являются наиболее распространенным видом исследования элементного состава вещества. Они широко используются для анализа как жидких, так и твердых и газообразных проб.

Спектральный анализ это совокупность приемов, с помощью которых в результате измерения спектров исследуемого образца качественно или количественно определяют содержание в нем интересующих элементов. Обычно наблюдают спектральные линии, лежащие в видимой и ультрафиолетовой областях спектра.

На сегодняшний день спектральные методы можно разделить на:

- эмиссионно-спектральный анализ (ЭСА);
- атомно-абсорбционный анализ (ААА);
- масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ICP- MS);
- рентгенофлуоресцентный спектральный анализ (РФСА).

Эмиссионно-спектральный анализ (ЭСА).

Метод атомно-эмиссионной спектроскопии основан на термическом возбуждении свободных атомов или одноатомных ионов и регистрации оптического спектра испускания возбужденных атомов.

Пробу исследуемого вещества, чаще это раствор, содержащий элементы анализируемого вещества распыляют в виде мелких капелек в источник излучения, где происходит испарение растворителя аэрозоля и остаются сухие частицы анализируемого вещества. Эти частицы превращаются в газообразные молекулы свободные нейтральные атомы (ионы). Последние испускают характерное излучение, которое поступает в регистрирующее устройство спектрального прибора.

Каждый элемент характеризуется свойственным только ему спектром. Следовательно, по составу спектра можно определять наличие химического элемента. В этом и заключается идея качественного эмиссионного спектрального анализа.

При количественном анализе определяют количество (концентрацию) искомого элемента в анализируемом веществе по зависимости величины интенсивности спектральной линии искомого элемента от его содержания в пробе.

В качестве источников возбуждения спектров в атомно-эмиссионном спектральном анализе применяют пламя, электрическую дугу, электрическую искру, индуктивно связанную плазму.

Методу присущи низкие пределы обнаружения, высокая точность и большой линейный диапазон зависимости сигнала от концентрации элемента. Чувствительность определения практически всех определяемых в спектральном анализе элементов при исследовании их растворов находится на уровне 10^{-7} – 10^{-8} %.

Атомно-абсорбционный анализ (ААА).

Это метод количественного элементного анализа. Измеряется ослабление светового потока, связанного с поглощением кванта и переходом атома на возбужденный уровень.

В качестве источников излучения в атомно-абсорбционной спектроскопии используют лампы с полым катодом и безэлектродные высокочастотные газоразрядные лампы.

Атомно-абсорбционный анализ применяют для определения около 70 элементов, главным образом металлов. Не определяют газы и некоторые др. неметаллы, резонансные линии которых лежат в вакуумной области спектра (длина волны меньше 190 нм).

Предел обнаружения с помощью атомно-абсорбционного анализа для многих элементов характеризуется величиной порядка $10^{-5} \dots 10^{-6}$ %. Погрешность определения обычно составляет примерно 5% и в зависимости от различных условий изменяется в пределах от 3 до 10%.

Масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ICP-MS).

Этот метод сегодня является одним из наиболее универсальных методов анализа элементного состава вещества. Это высокочувствительный метод количественного одновременного определения многих элементов в широком диапазоне концентраций. Он предназначен для анализа жидких, твердых и газообразных проб.

Масс-спектрометр с индуктивно связанной плазмой позволяет определять содержание большинства элементов периодической системы и дает возможность анализа индивидуальных изотопов каждого элемента. Этим методом обычно не определяются такие элементы как H, He, C, N, O, F, Ne, Cl, Ar, Kr, Xe.

Масс-спектрометрия – это физический метод измерения отношения массы заряженных частиц материи (ионов) к их заряду. Отличие масс-спектрометрии от ряда других аналитических физико-химических методов состоит в том, что масс-спектрометрия имеет дело с самими частицами вещества, а не с детектированием излучения или поглощения энергии молекулами или атомами. Масс-спектрометрия измеряет соотношение массы к заряду.

Рентгенофлуоресцентный спектральный анализ

Данный анализ является одним из современных спектроскопических методов исследования вещества с целью получения его элементного состава. Он позволяет проводить определение содержания элементов от бериллия до урана.

При проведении анализа все элементы, присутствующие в образце, одновременно излучают фотоны характеристической флуоресценции. Для изучения концентрации какого-либо элемента в образце необходимо из общего потока излучения, поступающего от пробы, выделить излучение такой длины волны, которая является характеристической для исследуемого элемента. Это достигается разложением суммарного потока излучения, поступающего от пробы, по длинам волн и получением спектра.

Основные виды рентгенофлуоресцентного анализа:

1) *Количественный рентгенофлуоресцентный анализ.*

Результатом количественного рентгенофлуоресцентного анализа является значение концентрации элемента в образце, которое может быть выражено в %, ppm (г/т), г/кг, мг/л или других единицах производных от концентрации. Для силикатных горных пород обычно используется представление концентрации в виде % оксидов элементов.

2) *Качественный анализ* - нахождение элементов, входящих в состав пробы. Основой качественного рентгенофлуоресцентного анализа является присутствие или отсутствия линий характеристического излучения элемента в спектре пробы. Элемент считается присутствующим в образце в том случае, когда в спектре обнаружены как минимум две линии его характеристического

Результат качественного анализа выглядит как список элементов явно присутствующих в пробе и элементов, присутствующих в пробе в очень незначительных (следовых) количествах.

3) Полуколичественный рентгенофлуоресцентный анализ (экспресс-определение качественного и количественного состава пробы)

Полуколичественный анализ проводится в случае неизвестного вещества, когда за очень короткое время требуется выяснить примерные концентрации всех элементов, присутствующих в пробе.

СПАСИБО ЗА
ВНИМАНИЕ!!!