

УДК 535.536

В.Ю. Бортников, В.И. Букачый
**О влиянии размера электрода
 на точность эксперимента при проведении
 атомно-эмиссионного спектрального анализа**

Атомно-эмиссионный спектральный анализ основан на определенном соотношении между относительной концентрацией элемента в анализируемой пробе и относительной интенсивностью его линий.

Однако интенсивности линий аналитических пар определяются не только относительными концентрациями, но и всеми физическими и химическими процессами, происходящими в аналитическом источнике света во время возбуждения. Эти процессы обуславливают условия испарения пробы и возбуждения образующихся паров, оказывают большое влияние на форму аналитической кривой, на чувствительность, точность и правильность анализа. Все факторы, определяющие процессы в аналитическом источнике света, обобщенно называют условиями возбуждения.

Условия возбуждения можно разделить на две группы [1]:

1. Физические и химические параметры используемого для анализа источника света, которыми можно управлять.

2. Физические и химические условия в плазме.

При определении условий возбуждения следует рассматривать только параметры, относящиеся к первой группе. Они должны соответствовать оптимальным значениям для данной аналитической задачи. Вторая группа включает в себя параметры, воздействующие непосредственно на интенсивность спектральной линии, например, характеристики плазмы (температура, плотность частиц, ионная и электронная концентрация и др.). В группе 1 параметрами, определяющими условия возбуждения и имеющими практическое значение, являются электрические параметры возбуждения, геометрического аналитического промежутка и др.

Источники излучения состоят, в основном, из следующих частей: источника возбуждения, дающего энергию, необходимую для испарения и возбуждения; системы электродов, принимающих эту энергию, и устройства введения пробы. Последнее существенно в методах, основанных на непрерывном введении материала в источник возбуждения. В методиках, предусматривающих операцию дозирования анализируемого материала, проба либо сама служит электродом,

либо помещается в канал электрода подходящего материала и формы (например, металлические порошки, диэлектрические материалы), либо высушивается на вспомогательных электродах (например, растворы).

Очень удобным материалом для электродов является уголь или графит: они легко обрабатываются, производятся промышленностью в виде продукта высокой чистоты и имеют бедный линиями спектр. Форма электродов также имеет большое значение для создания оптимальных условий испарения пробы и возбуждения спектров.

При проведении экспериментов использовались два типа электродов для метода фрикционной дистилляции: с кратером и с микрократером [1]. Габариты электродов представлены на рисунке 1.

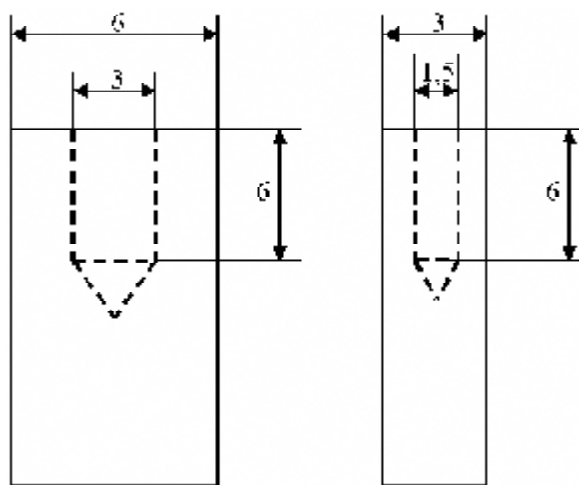


Рис. 1. Габариты электродов: слева – электрод с кратером; справа – с микрократером

В качестве материала для анализа был выбран образец типа БР04Ц7С5 по ГОСТ 613-79. Пробы создавались в пропорциях: 1 часть порошка материала по массе к 10 частям графитового порошка по массе, а также 2:10, 3:10, 4:10 и 5:10. Порошки перемешивались до равномерного распределения материала в объеме графита, затем пробы запрессовывались как в электрод с кратером, так и в электрод с микрократером. Электроды устанавливались в искровую камеру, и производилась регистрация спектров этих проб с помощью эмиссионного спектраль-

ного анализа. Эксперимент проводился на установке, структурная схема которой изображена на рисунке 2.

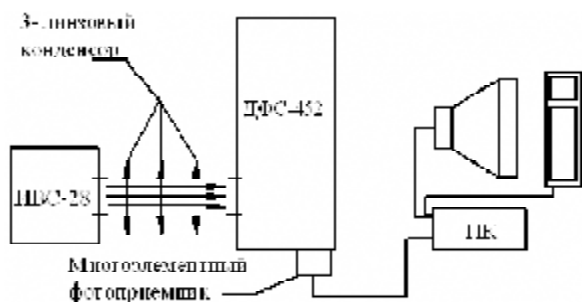


Рис. 2. Структурная схема установки

Искровая камера ИВС-28 служит для испарения пробы и возбуждения спектра.

Расстояние между электродами в искровой камере равно 8 мм. Излучение плазмы, пройдя трехлинейный конденсор, попадает на входную щель спектрографа ДФС-452, с которого спектр считывается многоэлементным фотоприемни-

ком и передается по шине USB в ПК. Время регистрации одного спектра равно 1 с, регистрировались по 20 спектров каждой пробы.

Графики зависимостей интенсивностей спектральных линий от концентрации материала в пробе приведены на рисунках 3–6.

Погрешность в определении спектральной линии меди Cu 296,117 нм при использовании электрода с кратером составляла от 25 до 50% при разных концентрациях пробы, погрешность интенсивности линии Ni 300,249 нм при электроде с кратером 20–50%, с микрократером – 5–12%, Sn 317,505 нм при электроде с кратером 20–40%, с микрократером – 7–15%, Cu 324,754 нм при электроде с кратером 20–40%, с микрократером – 5–11%.

Полученные результаты можно объяснить следующим. Дуга постоянного тока нестабильна в пространстве и перемещается по торцевой поверхности электрода. Следовательно, на вход спектрографа в разный момент времени попадает разная интенсивность излучения, что приводит к флуктуациям интенсивностей спект-

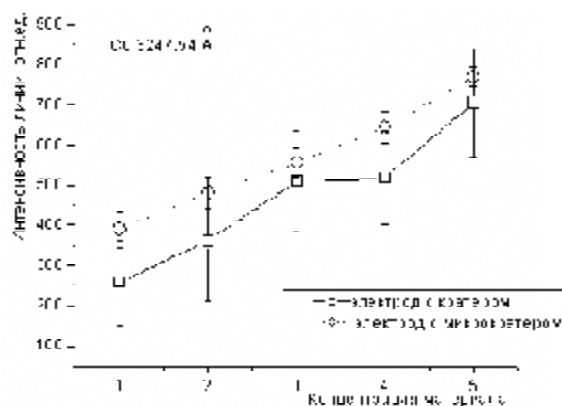


Рис. 3. Зависимость интенсивности линии Cu 324,754 нм от концентрации материала

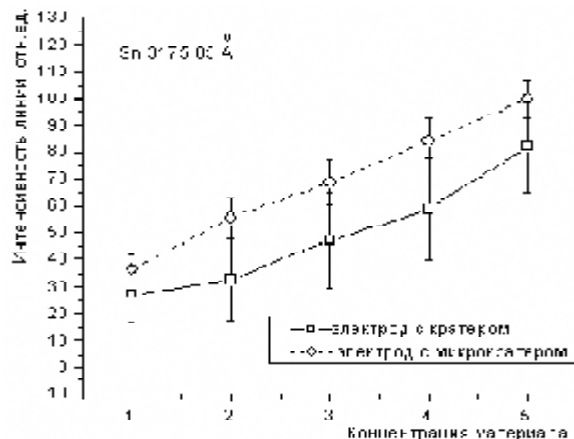


Рис. 5. Зависимость интенсивности линии Sn 317,505 нм от концентрации материала

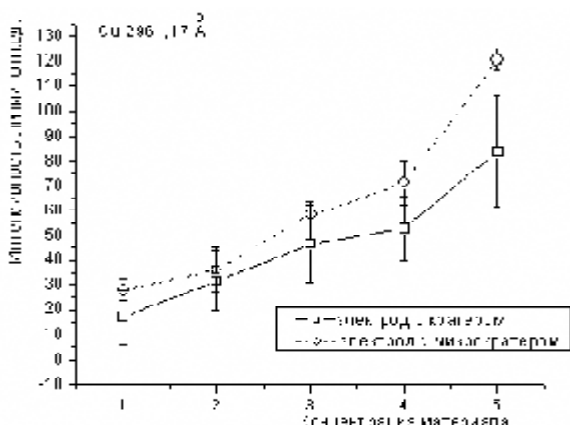


Рис. 4. Зависимость интенсивности линии Cu 296,117 нм от концентрации материала

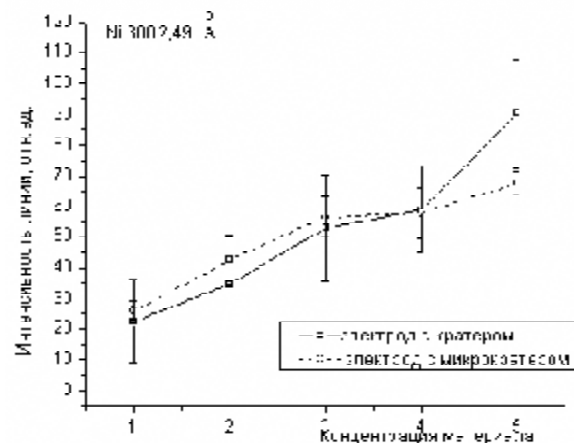


Рис. 6. Зависимость интенсивности линии Ni 300,249 нм от концентрации материала

ральных линий. Если используется электрод с кратером, то флуктуации интенсивностей будут больше, так как дуга перемещается по большей площади поверхности, чем при электроде с микрократером. Таким образом, предпочтительнее использовать электроды с микрократером, т.к. их применение способствует получению более точных данных, что очень важно при проведении количественного эмиссионного спектрально-

го анализа. Понятно, что с дальнейшим уменьшением диаметра электрода пространственная стабильность дуги тока увеличится, но возникнут проблемы с сверлением кратера и подготовкой проб. Общая масса пробы уменьшится, что приведет к погрешностям, связанным со взвешиванием компонентов пробы. Кроме того, малая масса пробы сократит ее время горения в дуге, что повлияет на интенсивность излучения плазмы.

Литература

1. Терек Т. Эмиссионный спектральный анализ / Т. Терек, И. Мика, Э. Гегуш. – М., 1982. – Т. 1.