

НОВЫЕ ВОЗМОЖНОСТИ ДУГОВОЙ АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ В ИССЛЕДОВАНИИ СОСТАВА ГЕООБЪЕКТОВ

Савинова Е. Н., Сукач Ю. С., Колесов Г. М. (ГЕОХИ РАН)

drkolesov@mail.ru; факс: (495) 938-20-54, тел.: (495) 939-18-38

Ключевые слова: *дуговая спектрометрия, трудновозбудимые элементы, фотоэлектронная кассета*

Несмотря на развитие новых технологий исследования вещества (таких, как атомно-абсорбционная спектрометрия или атомно-эмиссионная с индуктивно-связанной плазмой), атомно-эмиссионная спектроскопия в варианте испарения пробы из кратера электрода по-прежнему занимает важное место в анализе геообъектов. Однако источники возбуждения спектров (дуга постоянного или переменного тока, искра), используемые для анализа порошковых проб, не позволяют получать атомные спектры трудновозбудимых элементов, к которым относятся практически все галогены, сера и азот.

Атомно-эмиссионные спектры неметаллов относительно просты, что обусловлено строением электронных уровней атомов, но связь оптических электронов с ядром весьма велика (см. табл.1); поэтому для возбуждения даже низких уровней неметаллов требуется большое количество энергии и спектры неметаллов не могут быть получены посредством обычной спектральной техники. Этот факт можно объяснить следующим образом [1, 2]:

1. Потенциалы возбуждения и ионизации неметаллов значительно выше, чем у металлов и радикалов.
2. Наиболее чувствительные (резонансные) линии неметаллов находятся в вакуумной области спектра, и для возбуждения этих линий требуется вакуумный спектрограф.
3. Чувствительные линии в видимой области спектра, которые представляют собой интеркомбинационные переходы, имеют высокий потенциал возбуждения и для их получения требуются мощные источники излучения.

Таблица 1

Некоторые параметры спектрального определения элементов

Элемент	Аналитическая линия, нм	Потенциал возбуждения, эВ	Потенциал ионизации, эВ
Бор	249,8	4,96	8,30
Азот	746,8	11,99	14,53
Фосфор	253,5	7,22	10,48
Сера	675,7 858,5	9,70 9,29	10,36
Фтор	685,6	14,50	17,42
Хлор	837,6 725,7	10,40 10,62	13,01
Бром	827,2 663,1	9,36 9,73	11,84
Йод	804,4	8,31	10,45

В работе предлагается обновленная схема проведения анализа любых порошковых проб, в том числе пород, минералов, экспериментальных образцов для определения фтора, хлора, брома, йода, фосфора, серы из навески массой 10-20 мг без предварительной химической подготовки.

На основе ранее разработанного нами высокотемпературного дугового плазматрона [3, 4] создан аналитический комплекс, позволяющий решать проблему определения «трудновозбудимых» летучих элементов. Плазматрон с расходимыми угольными электродами и плазмообразующим газом гелием позволяет получать стабильную струю плазмы с высокой температурой (до 15 000°) при сравнительно небольшом токе дуги (40-50А) и малом расходе газа (10 л/мин). Применение гелия, газа с высоким потенциалом ионизации и высокой теплопроводностью создает благоприятные условия для возбуждения атомных линий элементов с потенциа-

лами возбуждения до 15 эВ. (см. рис.1.2). Важной составляющей предлагаемого спектрального комплекса является современная регистрация спектров с помощью фотоэлектронной кассеты на линейных ПЗС фирмы «МИРС», установленная на спектрограф ПГС-2 с дисперсией 0,74 нм/мм в широком диапазоне длин волн. Обработка спектров и расчеты результатов анализа выполняются с использованием программного компьютерного обеспечения.

Наиболее чувствительные аналитические линии галогенов, серы и азота, возбуждаемые плазменной дугой в гелии, находятся в длинноволновой области спектра. Это затрудняет проведение анализа, т.к. интенсивность спектральных линий в этой области спектра мала по сравнению с яркостью континуума, и в связи с этим измерения в линейчатом спектре проводят с малой точностью и чувствительностью. Использование же фотоэлектронной кассеты существенно снижает такого рода осложнения, позволяя проводить определения элементов в широкой области концентраций n ($10^0 - 10^{-4}$) %.

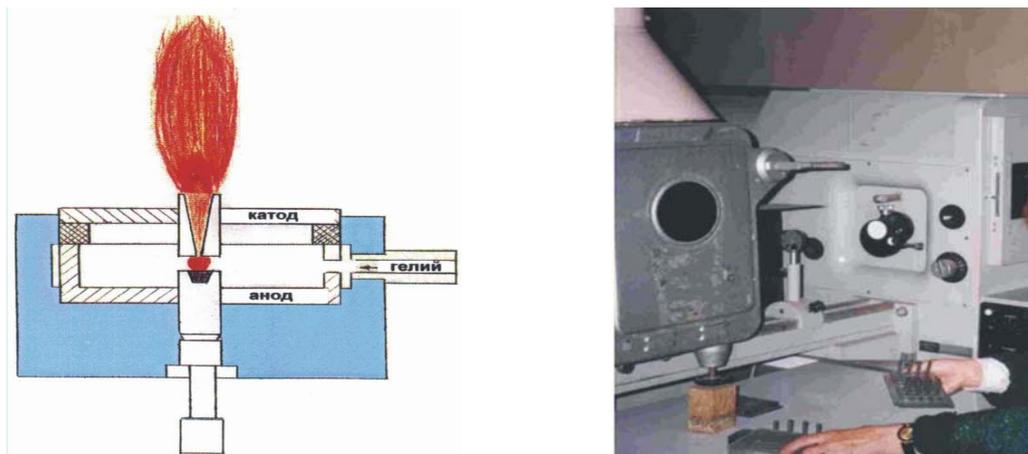


Рис.1. Плазматрон: общий вид (справа) и горелка (слева)

Преимущества и достоинства предлагаемого метода:

- 1 - прямой анализ любых порошковых проб без предварительной химической обработки;
- 2 - одновременное определение трудновозбудимых летучих неметаллов, а также других элементов;
- 3 - возможность анализа из малых навесок (от 5 до 20 мг);
- 4 - отсутствие матричных влияний при изменении валового состава проб, что позволяет работать по единым стандартным образцам;
- 5 - экспрессность и дешевизна метода.

Литература

1. Савинова Е.Н., Карякин А.В. Спектральный метод определения фтора в горных породах // Журн. Анал. Химии. 1970. Т. 25. № 7. С.807.
2. Karyakin A.V., Savinova E.N., Zakharov E.A. The use of plasma jet and hollow cathode discharge for fluorine analysis in rocks and minerals // XV Colloquium spectroscopicum Internationale. Madrid. Proceedings. 1969. IV.
3. Герасимовский В.И., Савинова Е.Н. О содержании фтора в вулканических породах Восточно-африканской рифтовой зоны // Геохимия. 1969. № 12. С.1312.
4. Савинова Е.Н., Карякин А.В., Андреева Т.П. Определение летучих анионов - фосфора, серы, фтора, а также бериллия и бора в лунном реголите методом эмиссионного спектрального анализа. - Сб. Лунный грунт из Моря Изобилия // М.: Наука. 1974. С.387.

Вестник Отделения наук о Земле РАН - №1(27) 2009

Информационный бюллетень Ежегодного семинара по экспериментальной минералогии, петрологии и геохимии 2009 года (ЕСЭМПГ-2009)

URL: http://www.segis.ru/russian/cp1251/h_dgggms/1-2009/informbul-1_2009/elaborate-7.pdf

Опубликовано 1 сентября 2009 г.

© *Вестник Отделения наук о Земле РАН, 1997 (год основания), 2009*

При полном или частичном использовании материалов публикаций журнала, ссылка на «Вестник Отделения наук о Земле РАН» обязательна