МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РФ ГОСУДАРСТВЕННОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ «ВОРОНЕЖСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ПОСОБИЕ К СПЕЦИАЛЬНОМУ ЛАБОРАТОРНОМУ ПРАКТИКУМУ

Издательско-полиграфический центр Воронежского государственного университета 2010

СОДЕРЖАНИЕ

Введение	4
Лабораторная работа № 1	
Источники возбуждения атомных эмиссионных спектров	5
Лабораторная работа № 2	
Источники излучения для волоконно-оптических линий связи	11
Лабораторная работа № 3	
Определение основных характеристик призменного и дифракционного	
спектрографов	41
Лабораторная работа № 4	
Количественный эмиссионный спектральный анализ	51
Литература	62

Ä

называется первым потенциалом ионизации. Вторым, третьим и т. д. потенциалами ионизации называется энергия, необходимая для отрыва каждого из последующих электронов.

Реализация возбуждения атомов и ионов путем передачи кинетической энергии в атомном эмиссионном спектральном анализе осуществляется в дуге, искре и пламени.

Возбуждение в электрической дуге происходит в основном за счет соударений с электронами, которые при атмосферном давлении не успевают накопить между двумя соударениями кинетическую энергию, достаточную для возбуждения, что приводит лишь к обмену их с атомами газа кинетической энергией. Тогда в результате многократных столкновений газ, состоящий из атомов, молекул, ионов, нагревается. Приложенное к электродам напряжение увеличивает концентрацию электронов и других заряженных частиц, и при напряжении пробоя возникает разряд, приводящий к возбуждению атомного эмиссионного оптического спектра. В электрической искре, как и в дуге, свечение происходит в результате образования нагретых до высоких температур паров пробы при протекании тока через разрядный промежуток. В пламени возбуждение атомов пробы происходит термическим путем, за счет энергии, выделяющейся при окислительных реакциях, а возбуждающими частицами являются атомы и молекулы. Температура пламени обеспечивает испарение и диссоциацию многих веществ.

Оптимальные условия возбуждения атомов или ионов каждого элемента обеспечиваются различными варьируемыми экспериментальными параметрами источника возбуждения, такими как сила тока и величина межэлектроднного дугового или искрового промежутка, емкость и индуктивность искрового разряда и т. д. Неправильный выбор самого источника возбуждения может привести к отсутствию оптического спектра искомого элемента.

Выбор источника возбуждения атомного эмиссионного спектра в первую очередь определяется тем, какие элементы таблицы Менделеева необходимо будет определять. Здесь принципиальным являются значения потенциалов возбуждения и ионизации анализируемых элементов. О степени трудности возбуждения атомов можно судить по тому, к какой группе периодической системы принадлежит рассматриваемый элемент. По степени трудности возбуждения элементы таблицы Менделеева условно разделяются на три группы. Наиболее легко возбуждаемыми являются атомы щелочных металлов (Li, Na, K, Rb, Cs). А наиболее трудно возбуждаемыми оказываются атомы инертных газов, а также элементы групп азота, кислорода и галоидов. Остальные химические элементы составляют третью группу, у которых потенциал возбуждения выше, чем у щелочных элементов, но ниже, чем у галогенов, — элементы средней степени возбудимости. Таким образом, потенциалы возбуждения нейтральных атомов различных элементов

таблицы Менделеева меняются от 2 до 15 эВ и выше, что требует для их возбуждения различных источников: пламени (2–5 эВ), дуги (5–10 эВ), искры (10–15 эВ).

<u>Задание 1.</u> Изучить особенности дугового, искрового способов возбуждения, а также возбуждения в пламени. Провести анализ характеристик различных способов возбуждения атомных эмиссионных спектров. Результаты рассмотрения занести в таблицу 1.

Таблица 1 Сравнительная таблица условий возбуждения оптических спектров элементов для различных источников

	ов оля различне Дуга	Дуга		
Условия	постоянного	переменного	Искра	Пламя
возбуждения	тока	тока	•	
Температура плазмы раз-				
ряда, температура элек-				
тродов, °С				
Потенциалы возбуждения				
элементов				
Круг определяемых эле-				
ментов таблицы				
Менделеева				
Плотность тока				
Варьируемые электриче-				
ские параметры				
Поступление анализи-				
руемого вещества				
в разряд. Повреждение				
электродов в процессе				
возбуждения				
Экспозиция				
Стабильность источника				
и воспроизводимость				
результатов				
Природа спектра и фона				
Характер спектра и его				
особенности				
Применение способа воз-				
буждения в спектральном				
анализе. Круг анализи-				
руемых материалов				

<u>Задание 2.</u> Рассмотреть принципиальные схемы дуги постоянного и переменного тока, низковольтной и высоковольтной искры.

<u>Задание</u> <u>3.</u> Исследовать зависимость абсолютной интенсивности спектральных линий от силы тока дугового разряда.

Порядок выполнения задания:

- 1. Изучить принцип действия генератора ИВС-29, спектрографа ИСП-30, методы юстировки осветительной системы спектрографа.
- 2. Установить в держатели штатива генератора ИВС-29 железные электроды (низколегированная сталь железо марки «Армко») и отъюстировать осветительную систему спектрографа ИСП-30.

Таблица 2

Условия проведения эксперимента

условия провесения эксперимента							
$\mathcal{N}_{\underline{0}}$	Образец	Сила	Деление	Постоянные условия			
спектра	Образец	тока, А	кассеты	эксперимента			
1	Fe	2,0	10	Щель спектрографа: 0,02 мм			
2	Fe	2,0	12	Продольное перемещение			
3	Fe	2,0	14	щели: 2,5 мм			
4	Fe	2,5	18	Межэлектродный промежуток:			
5	Fe	2,5	20	2,0 мм			
6	Fe	2,5	22	Диафрагма Гартмана: 6 дел.			
7	Fe	3,0	26	Экспозиция: 5–100 сек. (по ука-			
8	Fe	3,0	28	занию преподавателя, в зависи-			
9	Fe	3,0	30	мости от светочувствительности			
10	Fe	3,5	34	фотопластинок)			
11	Fe	3,5	36	Время проявления пластинки:			
12	Fe	3,5	38	4–8 мин.			
13	Fe	4,0	42	Время фиксирования: 10–12 мин.			
14	Fe	4,0	44				
15	Fe	4,0	46				
16	Fe	4,5	50				
17	Fe	4,5	52				
18	Fe	4,5	54				
19	Fe	5,0	58				
20	Fe	5,0	60				
21	Fe	5,0	62				

- 3. Сфотографировать спектры железа, возбуждаемые генератором в дуговом режиме при изменении силы тока и строго постоянных остальных условиях. Использовать при этом табл. 2.
- 4. На спектропроекторе ДСП-1 с помощью атласа спектральных линий найти 2–3 дуговых линии в интервале длин волн 3000–3100 Å и, ис-