

Студ. М.С. Пилипчик

Науч. рук. ассист. кафедры А.В. Буцень¹

В.В. Кирич², Е.А. Невар²

(¹ Кафедра физики, БГТУ; ² Институт физики НАН Беларусь)

ЭЛЕМЕНТНЫЙ АНАЛИЗ ВЕЩЕСТВА С ПРИМЕНЕНИЕМ МЕТОДА ЛАЗЕРНОЙ ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ

Использование для атомизации вещества и получения плазмы импульсного лазерного излучения широко применяется в настоящее время для аналитических целей. По соотношению интенсивностей спектральных линий в лазерно-абляционной плазме, соответствующих различным элементам, можно судить о содержании их в плазме и, соответственно, в образце. Этот способ в литературе известен как лазерная атомно-эмиссионная спектроскопия (ЛАЭС).

Экспрессность, возможность одновременного определения многих элементов (включая такие легкие элементы, например H, Li, Be) как в проводящих, так и в непроводящих матрицах, высокая локальность, низкая деструктивность, возможность послойного анализа с минимальной пробоподготовкой и отсутствие ионизирующего излучения являются наиболее значимыми преимуществами метода. По данным авторов работы [1], большая часть экспресс-анализов элементного состава в мире производится с помощью атомно-эмиссионного спектрального анализа (АЭС), в число которых входит и вышеуказанный метод.

Целью настоящей работы является, в первую очередь, освоить физические основы метода, познакомиться с экспериментальным оборудованием, а также провести модельный эксперимент по качественному определению элементов, входящих в пробу, с заранее известным содержанием компонентов в образце.

Схема экспериментальной установки приведена на рис.1. Абляция и возбуждение вещества анализируемых образцов осуществлялись излучением двухимпульсного Nd:YAG лазера при следующих основных параметрах: длина волны излучения 1064 нм, энергия и длительность каждого импульса генерации (на полувысоте) 30 мДж и 12 нс, соответственно, расходимость излучения <1.5 мрад. Межимпульсная задержка (временной сдвиг между импульсами) составляла 3 мкс, что в наших условиях обеспечивало наибольшее усиление интенсивности линий. Излучение лазера проходило через оптический телескоп для расширения пучка и фокусировалось линзой ($F = 50$ мм) на поверхность мишени.

Изображение факела 1:1 проецировалось на входную щель спектрографа (ширина щели 30 мкм) при помощи кварцевой линзы (фокусное расстояние 70 мм) со светосилой, достаточной для заполнения входной апертуры спектрального аппарата. Анализируемые образцы располагались под углом $\sim 15\%$ относительно оси пучка лазерного излучения. Такой режим регистрации позволяет выбирать зону лазерного факела, из которой производится отбор излучения.

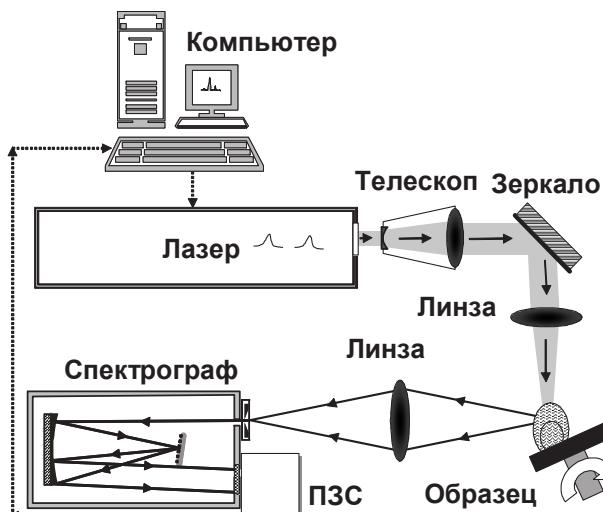


Рисунок 1 - Схема экспериментальной установки для эмиссионной диагностики плазмы

В качестве объекта исследования были выбраны монеты различных номиналов Национального банка Беларуси, которые в настоящее время являются действующим платежным средством на территории Республики Беларусь. Процедура регистрации спектров состояла из пяти сдвоенных импульсов предварительного обжига для удаления поверхностных загрязнений, окислов и микронеровностей, и пяти импульсов, спектры которых регистрировались и усреднялись. Такой режим анализа приводил к формированию кратера диаметром ~ 250 мкм и глубиной ~ 4 мкм, и при небольшой полировке образца после проведения измерений пятно поражения визуально практически незаметно.

К недостаткам ЛАЭС относят относительно невысокую чувствительность, что частично нивелируется применением сдвоенных лазерных импульсов [2]. В данном режиме работы два лазерных импульса одной длины волны воздействуют на мишень последовательно с задержкой в несколько микросекунд. При этом второй лазерный луч, воздействуя на плазму, сформированную предыдущим импульсом, позволяет существенно повысить интенсивности спектральных линий (рис. 2).

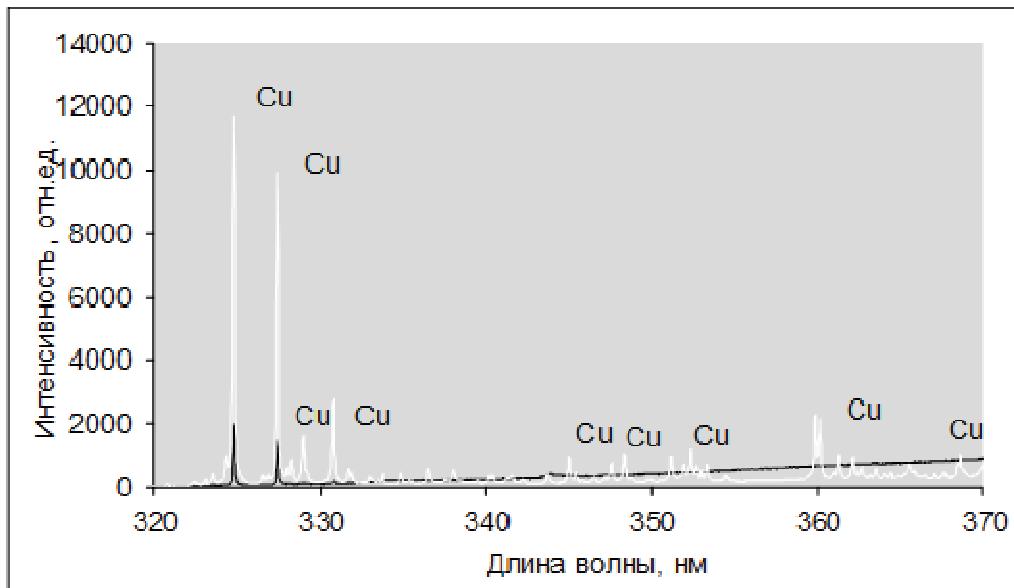


Рисунок 2 - Спектры испускания плазмы, сформированной при одно (черный цвет) и двухимпульсном (белый) лазерном воздействии на медную мишень в воздушной атмосфере

Типичные спектры испускания плазмы в диапазоне 320 – 370 нм, полученные при воздействии излучения на монеты, приведены на рис.3. По результатам идентификации спектральных линий оказалось, что для монет номиналом 1, 2 и 5 копеек все проявившиеся линии принадлежат меди. В монетах номиналом 10, 20 и 50 копеек, а также во внешней части 2-х рублевой монеты, помимо линий меди, наблюдаются также спектральные линии цинка. Монета номиналом 1 рубль визуально имеет такой же спектр, как и белая часть двухрублевой монеты, и спектр содержит линии меди и никеля. Эти заключения подтверждаются данными Нацбанка (табл.4) о составе монет [3]. Стоит отметить, что толщина медно-цинкового покрытия монет превышает по крайней мере 4 мкм (максимальная толщина слоя, из которого происходит испарение вещества мишени в плазму), поскольку интенсивных спектральных линий железа обнаружено не было.

Таблица 1 - Данные Нацбанка РБ о составе монет

	1 копейка	20 копеек	1 рубль	2 рубля
Элементный состав	Сталь, покрытая медью	Сталь, покрытая медью и латунью	Сталь, покрытая медью и никелем	Сталь, покрытая медью и латунью; Сталь, покрытая медью и никелем

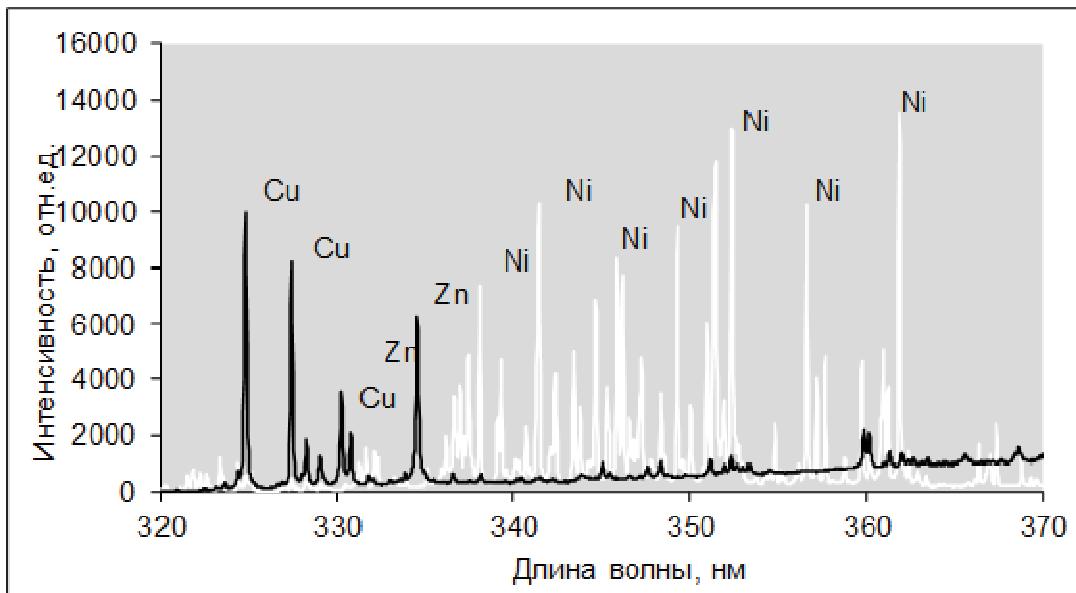


Рисунок 3 - Спектры монет номиналом 20 копеек (черный цвет) и 1 рубль (белый цвет)

Таким образом, в результате выполнения работы изучены принципы элементного спектрального анализа, наработан опыт регистрации эмиссионных сигналов и освоена методика расшифровки спектров и выбора спектрального диапазона.

Проведенный качественный спектральный анализ позволил установить основные элементы (цинк, медь), входящие в состав покрытия денег (монет) Республики Беларусь, что подтверждают данные Нацбанка о составе монет.

ЛИТЕРАТУРА

1. Атомно-эмиссионный многоканальный спектральный анализ: научное и практическое применение / Е.С. Воропай, К.Ф. Ермалицкая, А.П. Зажогин, М.П. Патапович, А.Р. Фадаиян. – Иран: Вестник БГУ. 2009. - сер. 1. № 1,14-19 с.
2. Yingchao Li A review of laser-induced breakdown spectroscopy signal enhancement / Yingchao Li, Di Tian, Yu Ding, Guang Yang, Ke Liu, Chenghao Wang, Xu Han. - Applied Spectroscopy Reviews, 2018. - сер.53 № 1, 1-35 с.
3. Национальный банк Республики Беларусь [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://www.nbrb.by/CoinsBanknotes/Coins/>– Дата доступа: 10.04.2019.