

Fotometria płomieniowa nie do końca zapomniana

Mirosław Burdyl, Katarzyna Stec

Instytut Szkła, Ceramiki, Materiałów Ogniotrwałych i Budowlanych
Oddział Materiałów Ogniotrwałych

Fotometria płomieniowa

- Spektrometria emisyjna płomieniowa (FES)

Metoda oznaczania pierwiastków chemicznych polegająca na pomiarze natężenia charakterystycznego promieniowania elektromagnetycznego, emitowanego przez atomy lub cząsteczki w płomieniu.

PN-ISO 6955:2000

Spektralne metody analityczne

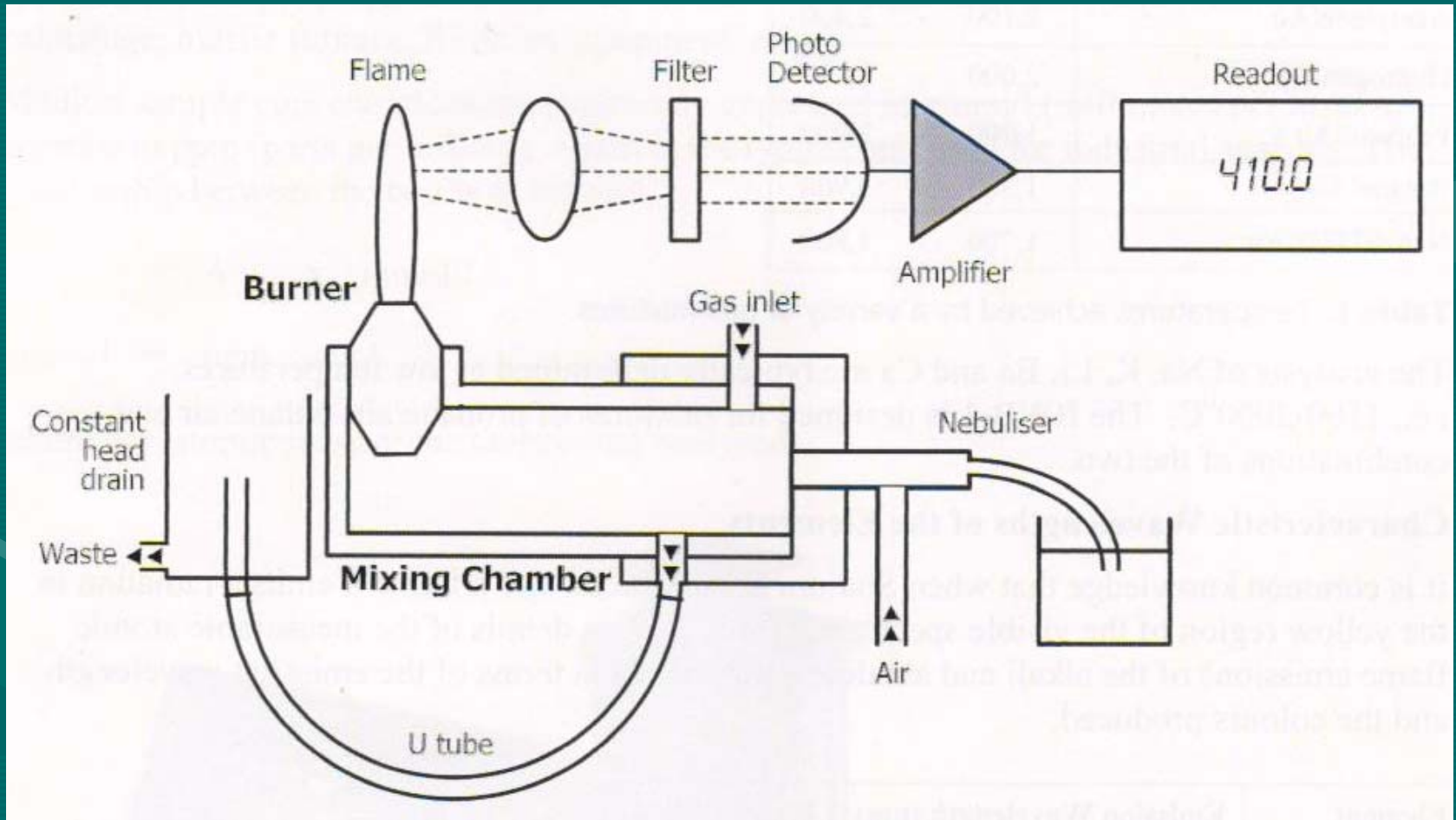
Emisja płomieniowa, absorpcja atomowa i fluorescencja atomowa

Terminologia

Fotometria płomieniowa

- najprostszą metodą emisyjną, badającą pierwiastki o niskim potencjale wzbudzenia
- do pierwiastków należą te, które emitują promieniowanie w części widzialnej
 - głównie litowce i wapniowce

Schemat fotometru płomieniowego



Nebulizer

- Wymagane cechy:
 - duża efektywność – wysoka wydajność przy małym zużyciu roztworu
 - odtwarzalność – zużycie roztworu i wytworzona ilość aerozolu stałe
 - szybkość – możliwość szybkiej analizy próbek
 - krótki czas martwy – małe efekty pamięci

Nebulizer

- Z bezpośrednim wtryskiwaniem
 - kontakt gaz palny-powietrze bezpośrednio w płomieniu
 - zaleta: efektywność – cały aerozol wprowadzany jest do płomienia
 - wada: wysoki stosunek sygnału do szumu
- Z komorą mgielną
 - gaz palny i powietrze mieszają się przed wprowadzeniem do palnika
 - usuwane są krople o największej średnicy

Źródło wzbudzenia - płomień

1 – stożek wewnętrzny

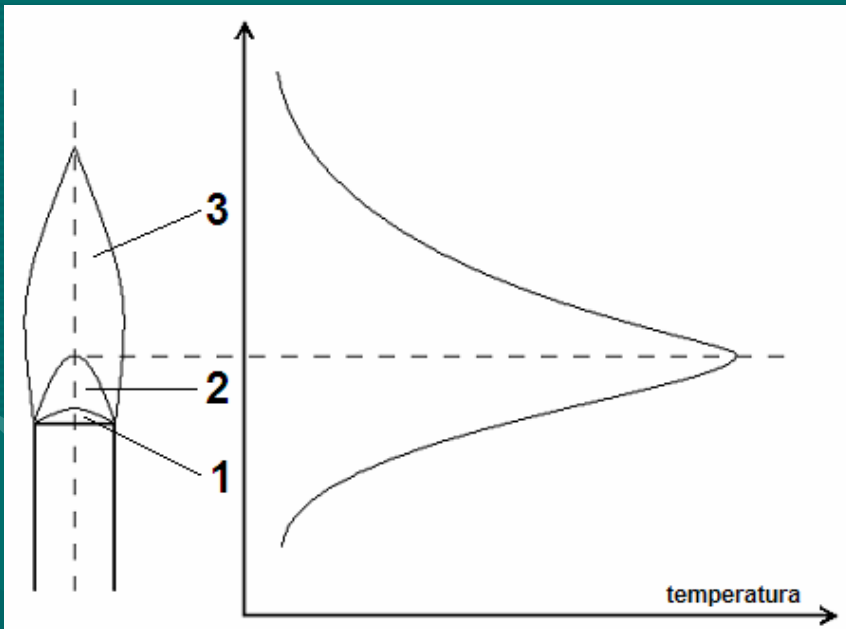
Strefa rozkładu paliwa na atomy i wolne rodniki

2 – stożek redukujący

Emisja kwantów światła przez powracające do stanu podstawowego atomy węgla
Niedobór tlenu

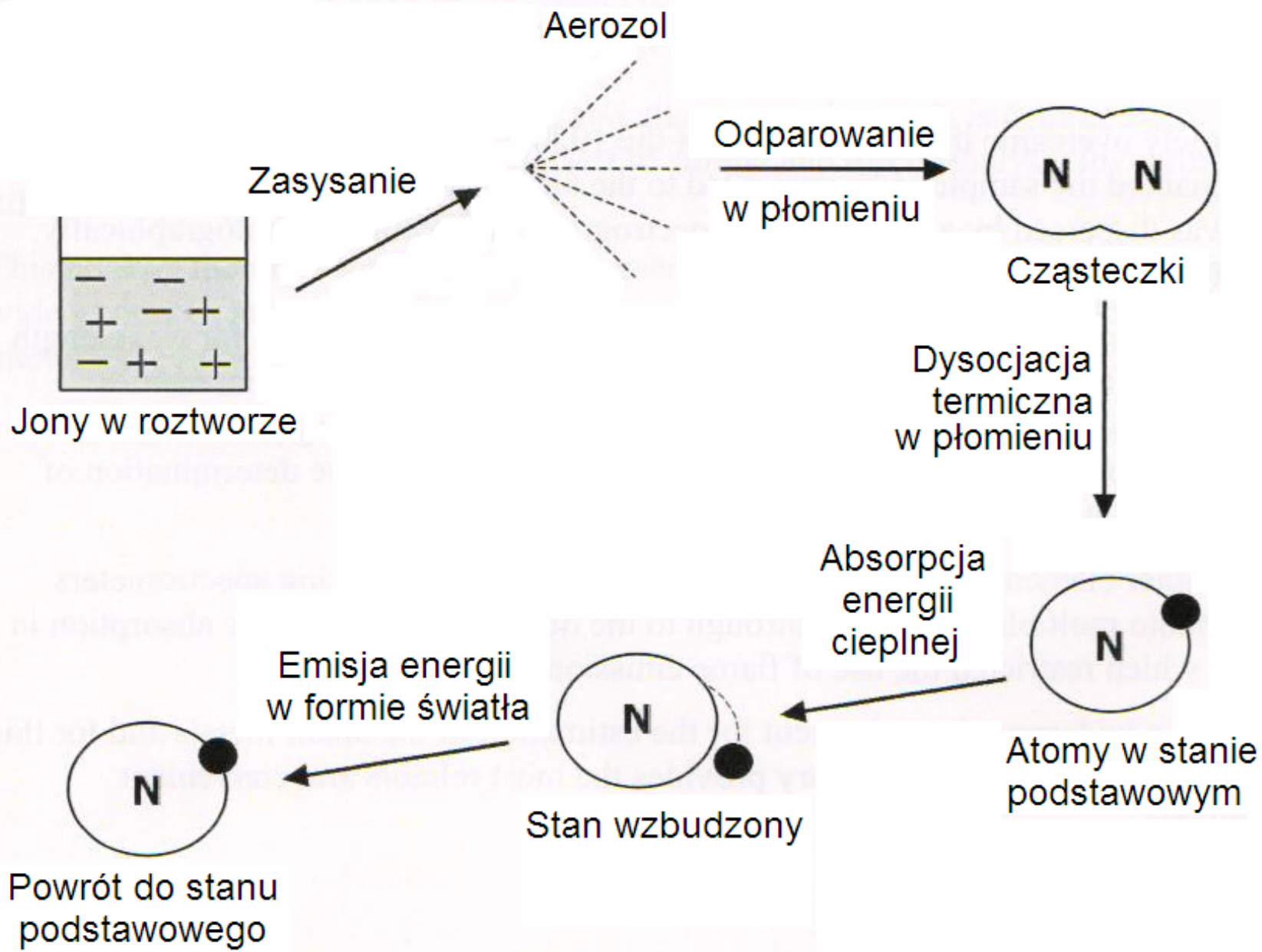
3 – stożek utleniający

Obecność dużej ilości tlenu i wolnych rodników sprzyja procesowi utleniania

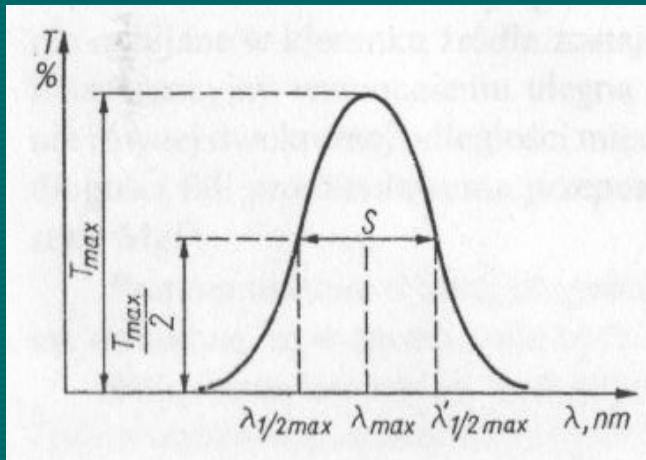


Źródło wzbudzenia - płomień

- Procesy zachodzące w płomieniu:
 - odparowanie lub spalenie rozpuszczalnika
 - dysocjacja i redukcja cząsteczek
 - wzbudzenie atomów
 - jonizacja



Monochromatyzacja promieniowania

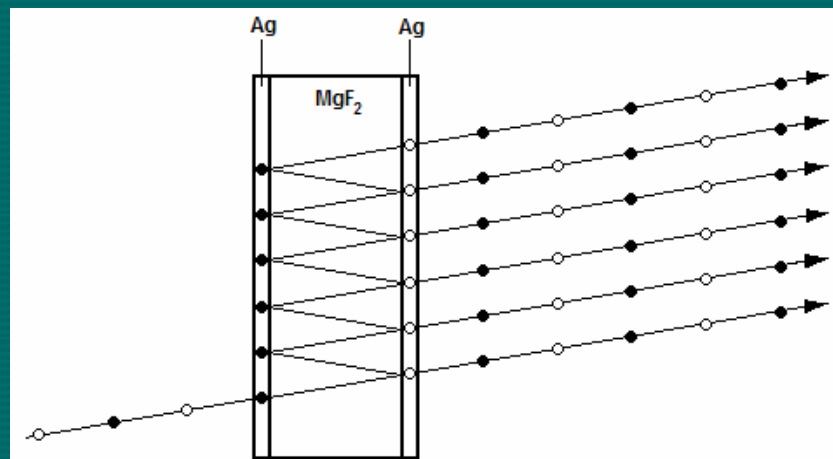


- Filtry świetlne
 - absorpcyjne
 - interferencyjne

$$S = \lambda'_{1/2max} - \lambda_{1/2max}$$

Szerokość spektralna filtru – zakres długości fal, które przepuszcza on przy $\frac{1}{2} T_{max}$

Filtr interferencyjny



- Wzmocnieniu ulegają promienie o długości fali równej dwukrotnej odległości między warstwami srebra. Pozostałe długości fal są osłabiane.

Zakłócenia

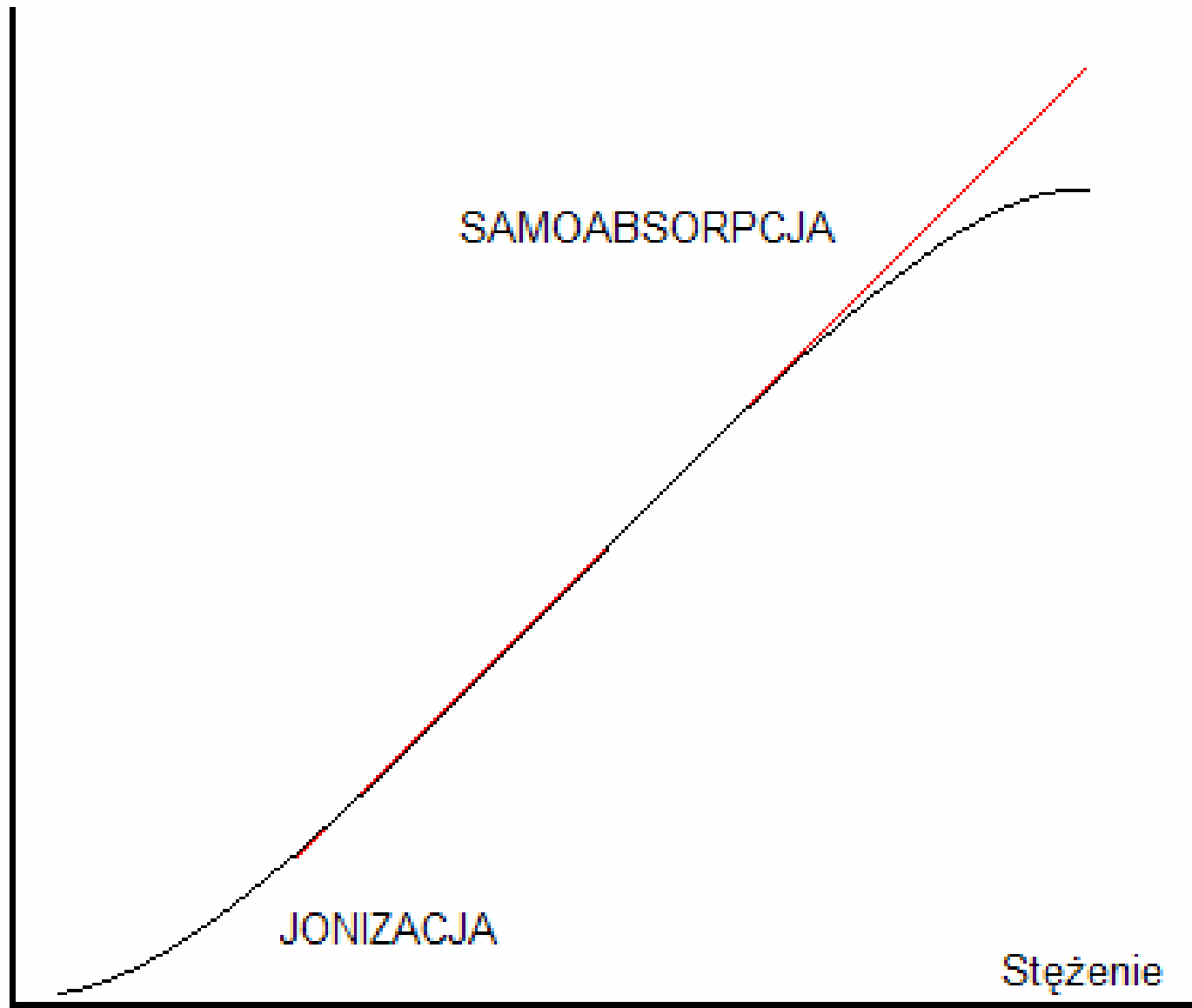
- Samoabsorpcja

Wzrost stężenia pierwiastka w roztworze powoduje wzrost ilości niewzbudzonych atomów w chłodniejszej części płomienia, wskutek tego promieniowanie wychodzące ze strefy wzbudzenia jest w większym stopniu absorbowane.

- Jonizacja

Spadek intensywności promieniowania wynika z niewielkiego stężenia pierwiastka o niskim potencjale jonizacji

Intensywność



JONIZACJA

SAMOABSORPCJA

Stężenie

Zakłócenia

- Obecność pierwiastków i jonów trzecich
- Efekt anionowy
- Lepkość i gęstość roztworów badanych
- Temperatura

Metody oznaczeń

- metoda krzywej wzorcowej
- metoda roztworów ograniczających
- metoda dodatku wzorca