

СПЕКТРОМЕТРЫ BRUKER: БЫСТРЫЙ ЭЛЕМЕНТНЫЙ АНАЛИЗ ЛЮБЫХ МАТЕРИАЛОВ



Текст: Екатерина Томилина

”

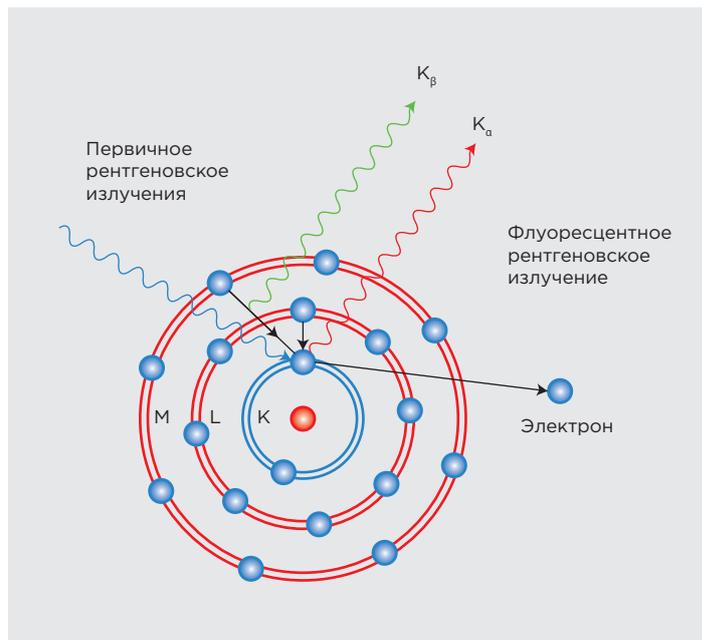
При производстве практически любого материала одним из наиболее важных параметров является его химический (или элементный) состав, который напрямую влияет как на качество конечного изделия, так и на технологический процесс в целом. Ответить на вопрос, из каких химических элементов состоит тот или иной материал, помогает рентгенофлуоресцентный анализ (РФА). РФА является одним из наиболее эффективных методов анализа, позволяющих за минимальное время получить наиболее полную и достоверную информацию об элементном составе сложных образцов независимо от их агрегатного состояния и происхождения. В статье мы рассмотрим суть метода и оборудование, реализующее данную технологию.

Метод РФА традиционно используют в заводских лабораториях как надежный способ неразрушающего контроля элементного состава материалов. Он позволяет одновременно определять более 80 элементов от бора до урана и может быть использован для контроля содержания как элементов матрицы, так и микропримесей элементов в различных по составу материалах. Неоспоримое достоинство метода – возможность получения данных о составе сложного материала без его разрушения с сохранением полного комплекса физико-химических свойств, что особенно важно при работе с дорогостоящими и новыми экспериментальными образцами. Важна также возможность реализации в методе РФА безталонного анализа, что позволяет обходиться без стандартных образцов, приготовление которых часто затруднительно, а то и просто невозможно, особенно для микрограммовых количеств веществ. Конструктивные особенности современных рентгенофлуоресцентных спектрометров позволяют проводить анализ не только в стационарных лабораторных условиях, но и непосредственно в технологическом процессе, что исключает многие проблемы, связанные с отбором, подготовкой и хранением проб анализируемых материалов. Сочетание всех перечисленных достоинств метода РФА делает его незаменимым для анализа материалов, используемых в металлургии и медицине, веществ высокой степени чистоты, применяемых в оптике и оптоэлектронике, материалов для микроэлектроники и современных инновационных технологий.

С 2016 года компания Остек АртТул является официальным дистрибьютером одного из самых передовых мировых производителей рентгеновских спектрометров – Bruker AXS.

Немного о физике процесса

Когда атомы образца облучают фотонами с высокой энергией – возбуждающим первичным излучением рентгеновской трубки – происходит испускание электронов. Электроны покидают атом. Как следствие, в одной или более электронных орбиталях образуются «дырки» – вакансии, благодаря чему атомы переходят в возбужденное состояние, т.е. становятся нестабильными. Через миллионные доли секунды атомы возвращаются к стабильному состоянию, когда вакансии во внутренних орбиталях заполняются электронами из внешних орбиталей. Такой переход сопровождается испусканием энергии в виде вторичного фотона: этот феномен и называется «флуоресценция». При этом длина волны испускаемого фотона как отпечаток пальца – строго индивидуальна для каждого элемента периодической таблицы (рис 1). А интенсивность (число фотонов, поступающих за единицу времени) пропорциональна концентрации (количеству атомов) соответствующего элемента. Это позволяет сделать элементный анализ вещества: определить количество атомов каждого элемента, входящего в состав образца.



1

Формирование характеристического рентгеновского излучения

История компании Bruker началась более 50 лет назад в Германии, когда профессор экспериментальной физики г-н Гюнтер Лаукиен создал собственную компанию и начал выпуск первых коммерческих ЯМР-систем. Bruker быстро вышла на международный уровень и чуть позже приобрела компанию, производящую масс-спектрометры, а затем в 1997 году в состав Bruker вошло подразделение рентгеновской спектроскопии Siemens AG, которое стало называться Bruker AXS.

Сегодня в компании работают более 6 000 сотрудников, свыше 90 отделений открыты во многих странах мира, в том числе в России. Инновационные решения компании нацелены на широкий круг пользователей в области тяжелой промышленности, химии, фармацевтики, полупроводниковой промышленности, нанотехнологий и академических исследований для создания технологических преимуществ и ускорения научного прогресса. Спектрометры и дифрактометры компании Bruker на сегодняшний день являются одними из лучших в мире и занимают лидирующие позиции на рынке аналитического оборудования.

В линейке рентгеновских спектрометров Bruker есть приборы, способные решать как простые рутинные задачи, так и сложные исследовательские.

В прошлом году компания Bruker презентовала свой новый прибор – S6 JAGUAR (рис 2, 3) с отличными аналитическими характеристиками, основанными на передовых технологиях, с компактными размерами и простой в использовании.

S6 JAGUAR предлагает больше аналитических возможностей, чем любой другой компактный волнодисперсионный РФА-прибор.

Как известно, существует два метода рентгенофлуоресцентного анализа – энергодисперсионный (ЭД) и волно-



2

Спектрометр Bruker S6 JAGUAR

дисперсионный (ВД). При энергодисперсионном анализе регистрируется одновременно весь диапазон энергий рентгеновского излучения от пробы. Характеристическое излучение раскладывается в спектр при помощи одного полупроводникового детектора, который находится в фиксированном положении. Волнодисперсионный анализ позволяет получить спектр с более высоким разрешением. Оптимизированные под определенные элементы кристаллы-анализаторы и детекторы используются для разделения и регистрации испускаемых пробой рентгеновских фотонов. По аналитическим возможностям ВД РФА является более точным методом.

Спектрометр S6 JAGUAR оснащен новым компактным гониометром, близко расположенной оптикой и источником с прямым возбуждением мощностью 400 Вт. S6 JAGUAR обеспечивает превосходную точность и воспроизводимость благодаря новому детектору HighSense XE со скоростью сканирования до 2 млн имп./с. Его измерительные компоненты хорошо защищены проверенной технологией SampleCare, гарантируя продолжительную безотказную работу прибора и низкую стоимость эксплуатации, особенно при работе с жидкими или порошковыми пробами.

Основное преимущество последовательного волнодисперсионного рентгенофлуоресцентного анализа (ВД РФА) заключается в том, что каждый элемент регистрируется с оптимальными режимами измерения. И S6 JAGUAR является примером аналитической гибкости – прямое возбуждение при мощности 400 Вт обеспечивает превосходную чувствительность при напряжении 30 кВ для легких элементов и 50 кВ для тяжелых.

Детекторы S6 JAGUAR с технологией HighSense и диапазоном линейности до 2 млн имп./с легко охватывают весь ряд концентраций в одной калибровке. Они обладают энергетическим разрешением в два раза выше, чем обычные сцинтилляционные детекторы, значительно уменьшая межэлементные влияния.

Кристаллы-анализаторы играют важную роль: они выделяют из общего спектра только излучение определенной длины волны от какого-либо элемента. Возможность



3

Внутреннее устройство спектрометра S6 JAGUAR

кристалла разделять излучение существенно влияет на чувствительность и разрешение ВД РФА-метода. Чтобы охватить весь диапазон элементов в ВД РФА необходимы три кристалла-анализатора. А четвертый кристалл-анализатор сделает прибор более оптимальным для особенных задач. В S6 JAGUAR гониометр HighSense оснащен автоматическим сменщиком на 4 позиции, что позволяет расширить возможности прибора, в зависимости от конкретных применений того или иного кристалла:

- Ge, чтобы повысить скорость анализа Р и S, например, для стандарта ASTM D 2622;
- XS-400, чтобы добавить 35 % интенсивности для элементов от К до Am;
- LiF 220 для более высокой разрешающей способности и пределов обнаружения элементов от V до Am.

Для более низких пределов обнаружения элементов с высоким Z предусмотрен сменщик фильтров на 5 позиций для улучшения соотношения пик-фон.

Благодаря таким технологиям спектрометр S6 JAGUAR обеспечивает превосходную точность анализа, необходимую для контроля качества в промышленных лабораториях, на горнорудном, цементном, химическом и нефтехимическом производствах. ▣

Таким образом, при минимальных затратах и глубоких знаниях в области аналитической химии, всего лишь нажав одну кнопку на дисплее прибора, мы можем получить полную информацию об элементном составе практически любого материала.