

Атомын цацаргалтын спектрийн шинжилгээнд шилждэг электрод ашигласан нь

Т.Батбаяр¹, П.Зузаан², Д.Нямаа³

¹ Монгол Улс, Улаанбаатар, Стандарт хэмжилзүйн газар

² Монгол Улс, Улаанбаатар-210646, Их сургуулийн гудамж-1, Монгол Улсын Их Сургууль, Цөмийн судалгааны төв,

³ Монгол Улс, Улаанбаатар, Шинжлэх Ухааны Академи, Физик технологийн хүрээлэн

I. ОРШИЛ

Орчин үед бодисын бүтэц судлах физик аргууд ихээхэн хөгжин, тэдгээрийн нарийвчлал, мэдрэх чадвар улам сайжирч, багаж төхөөрөмжүүд нь орчин үеийн электроникийн түвшинд автоматчлагдаж шинжлэх ухаан, үйлдвэрийн янз бүрийн салбарт хэрэглэгдэх хүрээ өргөссөөр байна. Бодисын бүтэц судлах физик аргуудын дотроос хамгийн дэлгэрсэн аргын нэг нь оптик спектроскопийн арга бөгөөд энэ нь цацаргалт ба шингээлтийн спектроскопийн гэж үндсэндээ хоёр хэсгээс тогтдог.

Гадаад орнуудад эрдэс, хүдэр, уулын чулуулаг зэрэг объектуудын элементийн хольц тодорхойлох спектроскопийн болон бусад физик аргуудыг боловсруулах, боловсронгуй болгоход холбогдсон судалгаанууд өргөн явуулж ирсэн ба явуулж байгаа боловч төгс боловсорсон иж бүрэн аргууд одоохондоо тэр бүр алга байна. Бодисын элементийн бүтцийг спектроскопийн аргаар тодорхойлоход уул бодисын өвөрмөц шинж чанар, бүтцээс эцсийн дүн их хамаарах учраас судлагдах бодисын өвөрмөц шинж чанарт тохирсон арга зүй боловсруулах шаардлагатай байхаас гадна шинэ арга зүй боловсруулахын тулд түүнтэй холбоо бүхий физик, химийн судалгаа явуулах шаардлага гарч байна.

Цацаргалтын спектрийн задлан шинжилгээ бол бодисын химийн найрлагыг тодорхойлоход өргөн хэрэглэгддэг аргын нэг бөгөөд олон тооны дээжинд спектрийн задлан шинжилгээ хийхэд тохиромжтой, харьцангуйгаар өртөг багатай, хурдац, мэдрэх чадвар сайтай, ялангуяа дээжийн бүтцийн талаар өргөн хүрээтэй мэдээлэл өгөх талаар сайн зэрэг дэвшилттэй талтай. Ийм ч учраас Монгол орны геологи, геохимийн болон томоохон орд газруудын судалгааны ажлууд эрчимтэй явагдаж байгаа одоогийн нөхцөлд спектрийн задлан шинжилгээний үүрэг хэрэгцээ, онол практикийн гүнзгий ач холбогдолтой болж байна. Үүнтэй уялдаж янз бүрийн төрлийн эрдэс чулуулаг дахь хольц элементийн агууламжийг

тодорхойлох аргыг боловсронгуй болгох, өөрөөр хэлбэл мэдрэх чадвар, давталт, нарийвчлал, хурдацыг улам дээшлүүлэх шаардлага байнга тавигдаж байна.

Бид цацаргалтын спектрийн шинжилгээнд маш өргөн хэрэглэгддэг цахилгаан нумын ниргэлтийг оновчтой ашиглахад чиглэсэн хэд хэдэн хувилбараар туршилт тавьсан бөгөөд энд шилждэг электрод ашиглан явуулсан судалгааг авч үзэв.

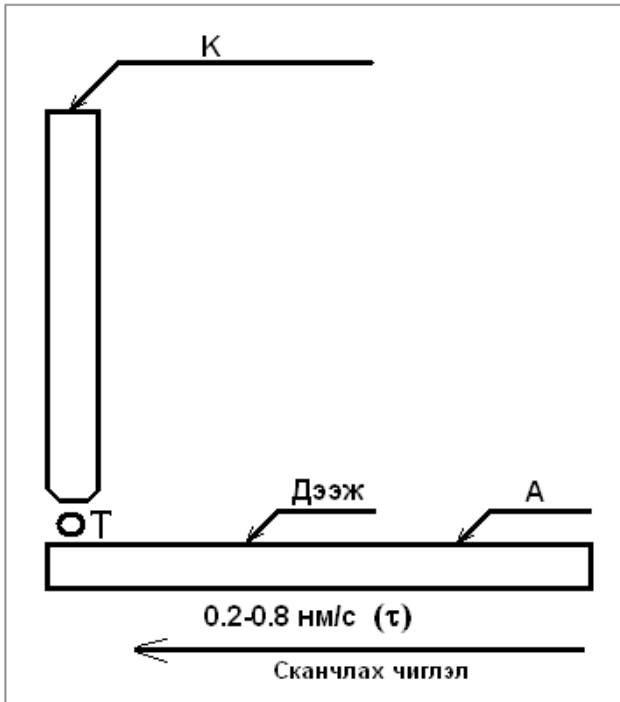
II. ТУРШИЛТЫН ХЭСЭГ

Байгалийн боржин дахь хольц элементийг тодорхойлодог аргад шилждэг электрод ашиглах туршилт явуулав.

А. Шилждэг электрод

Шилждэг электрод ашиглан цацаргалтын спектрийн шинжилгээний мэдрэх чадварыг дээшлүүлэх талаар судалгааны ажлууд [1, 2, 3] нилээд хийгдсэн байдаг. Эдгээр ажлууд нь голдуу цэвэр эсвэл урвалж мэтийн макробүтцийн хувьд харьцангуй хялбар нэг төрөл сорьц дээжүүд дэх хольц элементийг тодорхойлоход зориулагдсан байна.

Туршилтанд ашигласан шилждэг электродын бүдүүвчийг зураг 1-д үзүүлэв. Туршилтын бүдүүвч дээр хөндлөн байрласан шилждэг электрод (анод), босоо электродтой харьцангуйгаар шилжилт хийнэ. Шилжилтийн хурдыг хөдөлгүүрийн тусламжаар 0,2-1 мм/секунд хэмжээнд өөрчилж болно. Дээжийг шилждэг электрод дахь сувагт (урт 30 мм, өргөн 4мм, гүн 3мм) хийгээд тогтмол гүйдлийн (10-18а) нумаар ууршуулан спектрийг СТЭ-1 төрлийн спектрографийн тусламжаар фотохальс дээр бүртгэв. Өдөөлтийн зохимжтой нөхцлийг сонгож авахын тулд электродын шилжилтийн хурд ба нумын гүйдлээс өдөөлтийн процесс хир зэрэг хамаарахыг авч үзэв.

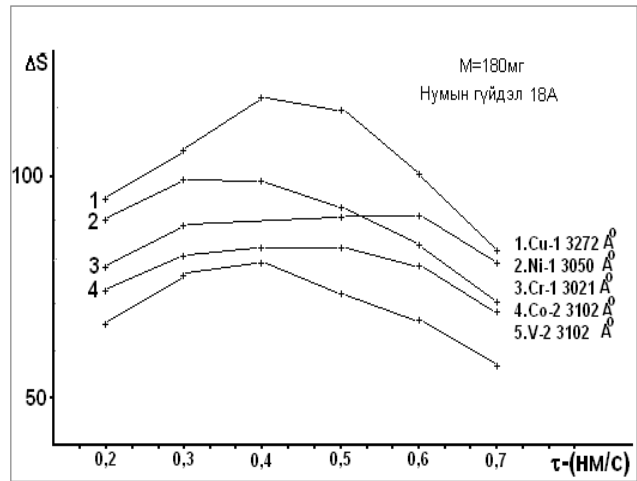


Зураг 1. Цацаргалтын спектрийн шинжилгээнд шилждэг электрод ашиглах бүдүүвч
K - дээд электрод /анод/, *A* – шилждэг электрод, *Т* – спектрографийн оптик тэнхлэгч бөгөөд зургийн хавтгайн нормалийн дагуу байна.

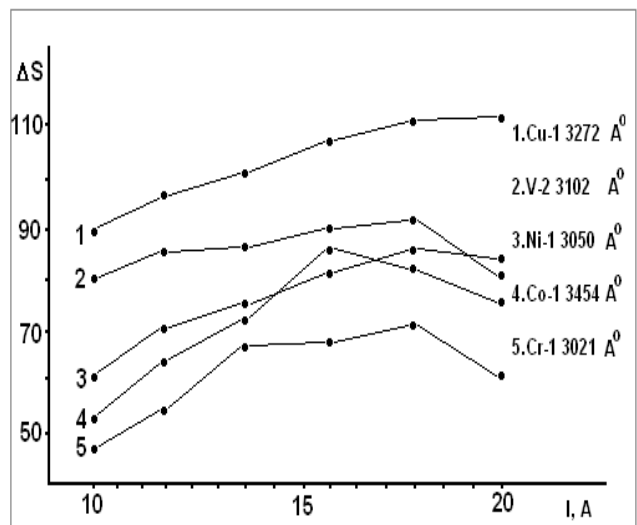
Шилждэг электрод ашигласанаар аналитик сигнал бүрдүүлэхэд оролцож буй дээжийн тоо хэмжээ нэмэгдэхийн зэрэгцээ электродын шилжилтийн хурд ихсэх тутам электродын сувгаас дээж уурших процесс саарах, мөн ниргэлэгийн мужид оролгүй хаягдаж буй уурын хэмжээ нэмэгдэх учраас эцэстээ аналитик сигналын хэмжээ тодорхой максимумд хүрээд буурах (зураг 2) хандлага гарав. Энэ нь задлан шинжилгээний үр дүнд муугаар нөлөөлөх сөрөг хандлага юм.

Харин энэ үед гүйдлийн хүчийг нэмэгдүүлэх замаар ууршилтийг идэвхжүүлэх боломжтой боловч энэ нь бас хязгаартай юм. Тухайлбал гүйдлийн хүч 20 ампераас дээш ихсэхэд нумын ниргэлтийн муж өргөсөж гүйдлийн нягтын өсөлт ханаж байв.Өөрөөр хэлбэл плазмын температурын цаашдын өсөлтийн хурд багасна. Иймд аналитик сигнал ч цааш ихсэхгүй (зураг 3) буурах юм.

Энэ туршилтын явцад электродын шилжилтийн хурдыг 0,4 мм/с, гүйдлийн хүчийг 18 ампераар сонгож аваад боржин дээжинд хольц элементийн агууламжийг тодорхойлох аргын мэдрэх чадвар буюу харьцангуй илрүүлэлтийн хязгаарт үнэлэлт хийв.



Зураг 2. Аналитик сигнал ба электродын шилжилтийн хурдны хамаарал
 ΔS - аналитик сигнал буюу спектр шугам, фонын харлалтын ялгавар,
 τ - электродын шилжилтийн хурд (мм/сек)
M – шинжилгээнд орж байгаа дээжийн масс



Зураг 3. Аналитик сигнал ба цахилгаан нумын гүйдлийн хамаарал
 ΔS - аналитик сигнал буюу спектр шугам, фонын харлалтын ялгавар
I – нумын гүйдэл

Цацаргалтын спектрийн шинжилгээнд илрүүлэлтийн харьцангуй хязгаар (*C*)- ыг дараах томъёогоор илэрхийлдэг

$$C = 100 \cdot \frac{\sigma}{M}$$

Энд: σ -абсолют мэдрэх чадвар буюу уг аргаар илрүүлэн тодорхойлж чадах тухайн элементийн хамгийн бага тоо хэмжээ, *M*-шинжилгээнд орж буй дээжийн масс.

Эндээс үзвэл тухайн шинжилгээний аргын илрүүлэлтийн хязгаарыг багасгах буюу мэдрэх чадварыг дээшлүүлэхийн тулд шинжилгээнд орж байгаа дээжийн тоо хэмжээг нэмэгдүүлэх хэрэгтэй болж байна.

Тэгэхлээр байгалийн боржин дахь хольц элементийг ердийн хундган электрод ашиглан тодорхойлоход шинжилгээнд орж буй дээжийн хэмжээ нь 30 мг байдаг бол шилждэг электрод ашигласнаар үүнээс 6 дахин их 180 мг дээжийг шинжилгээнд оруулах боломж гарч байгаа юм.

Тэгэхдээ бид “сул туршилтын” арга [4] хэрэглэн аналитик сигналыг бүрхэгдүүлж байгаа нөлөөллийн нормал түгэлтийн эхний хоёр моментийг бодож гаргасны дараа тодорхой магадлалтай үед бүртгэгдэж чадаж байгаа аналитик сигналын хамгийн бага дундаж хэмжээ Х-г дараах илэрхийллээр тооцсон.

$$X_{\text{пред}} = X_{\text{хол}} + kS_{\text{хол}}$$

Хүснэгт 1- Илрүүлэлтийн хязгаарын харьцуулалт

№	Тодорхойлох элемент	Аналитик шугамууд, нм	Өдөөлтийн энерги, эВ	Илрүүлэлтийн харьцангуй хязгаар, %		C ₁ /C ₂
				Ердийн электрод, С	Шилжигч электрод, С	
1	V	310.2	4.36	1.5·10 ⁻⁴	7·10 ⁻⁵	2.1
2	Cr	302.4	5.08	8.0·10 ⁻⁴	3.5·10 ⁻⁴	2.3
3	Ni	305.0	4.09	1.0·10 ⁻⁴	4.0·10 ⁻⁵	2.2
4	Co	304.4	4.02	4.7·10 ⁻³	1.0·10 ⁻⁴	4.7
5	Cu	327.4	3.78	3.0·10 ⁻⁵	1.5·10 ⁻⁵	2.0

Мөн давталтыг үнэлэхэд вариацийн коэффициент 13-20% байгаа нь цаашдаа олон тооны дээжинд задлан шинжилгээ явуулахад бүрэн бололцоотой юм.

Ш.ДҮГНЭЛТ

Атомын цацаргалтын спектроскопийн шинжилгээнд хэрэглэгддэг цахилгаан нумын ниргэлэгт шилждэг электродыг ашигласнаар аналитик сигналыг ихэсгэх замаар элементийн илрүүлэх хязгаарыг сайжруулж болохыг боржингийн төрлийн чулуулагийн хольц элементийг тодорхойлох жишээн дээр харуулав.

Энд: k - коэффициент бөгөөд тухайн шинжилгээний шаардлагаас хамааран 3-4 хооронд бүхэл тоон утга авна. Тухайлбал илрүүлэлтийн магадлал 0,5 үед $k=3$ гэж авна.

$X_{\text{пред}}$ -ийг тодорхойлсны дүнд дараах илэрхийллээр C -илрүүлэлтийн харьцангуй хязгаарыг олно.

$$lgC = X_{\text{хол}} + kS_{\text{хол}} - lga / b$$

lga ба b параметруудийг ажлын графикаас тодорхойлно.

Энэ тодорхойлсон дүнгүүдээ хундган электрод ашиглаж боржин дахь хольц элементэд тоон шинжилгээ хийдэг аргатай харьцуулан үзэхэд харьцангуй илрүүлэлтийн хязгаар нь шилждэг электрод ашигласнаар 2-3 дахин нэмэгдэх дэвшилттэй сайн тал гарч байна (хүснэгт1).

АШИГЛАСАН НОМ ЗҮЙ

- 3.В. Красильников, Снижение относительных пределов обнаружения при эмиссионном спектральном анализе с использованием угольной дуги для возбуждения спектра. Журнал Аналит.Химии (ЖАХ), 1977, вып 10, с.1891
- 3.Г.Воронков, Спектральнбй анализ диоксида теллура с использованием методов движущегося камерного электрода. ЖАХ., 1977, вып.33, № 6, с.1149
- В.В.Красальших, Спектральнбй анализ с использованием метода сканируешего электрода. “Заводская лаборатория”, 1980, с.320
- А.В.Ильин, “Хубсугульский фосфоритносный бассейн” М.Наук., 1973,