

Атомын шингээлтийн спектр судлалын арга боловсруулж хэрэглэсэн

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

Бодисын химийн бүтэц судлах атомын шингээлтийн арга харьцангуй богино хугацаанд түргэн хөгжиж ихээхэн дэлгэрсэн нь уул аргын мэдрэх чадвар, нарийвчлал, универсаль чанар сайнтай холбоотой юм [1,2].

Атомын шингээлтийн спектроскопийн аргаар сорьц дахь 50 орчим элементийг маш бага илрүүлэх хязгаартайгаар тодорхойлж болох ба давтан хэмжилтийн алдаа, хөдөлмөрийн бүтээмж зэрэг үзүүлтүүдээр бусад физик химийн аргуудаас давуутай. Атомын шингээлтийн аргыг хэдийгээр шинжлэх ухаан техникийн олон салбарт хэрэглэж байгаа боловч тухайн салбарын объект бүрийн онцлогт тохирсон атомын шингээлтийн арга бүрэн гүйцэт боловсроогүй, түүний физик үндэс гүйцэт судлагдаагүй, хялбар дөхөм арга хэрэгсэл нэвтэрч чадаагүй бодисыг атом төлөвт шилжүүлэх үйл ажиллагаа төгс судлагдаж шаардлагын хэмжээнд хүртэл боловсронгуй болж чадаагүй зэрэг шийдвэрлэгдээгүй асуудал их байна. Ялангуяа манай оронд энэхүү шилдэг сайн физик аргыг эх орны эрдэс түүхий эд, геологи, биологи, хөдөө аж ахуйн объектүүдийн судалгаанд нэвтрүүлэн хэрэглэх, судлагдах дээж сорьцын өвөрмөц онцлогт тохирсон шинэ аргууд боловсруулах ба боловсронгуй болгох, үүнтэй холбогдсон физик судалгаануудыг явуулах шаардлага тавигдаж байгаа юм.

Атомын шингээлтийн спектр судлалын аргын суурь манай оронд 1970-аад оноос тавигдаж, үргэлжилсэн спектртэй гэрэл үүсгэгчийг атомын шингээлтийн спектрийн судалгаанд хэрэглэх, цахилгаан халаагуурын атомчлагчийг хэрэглэх боломжуудыг судлах ажлуудыг өөрсдийн угсарч, зохион бүтээсэн багажууд дээр явуулж ирсэн бөгөөд бодисын өдөөгдөн атомчлагдах процессын судалгааг үргэлжлүүлэн явуулж урьдчилсан зарим зохистой нөхцлүүдийг тогтоож, цаашид шинжилгээнд хэрэглэх боломж нөхцлийг бүрдүүлсэн [3-5]. Иймд бид бодисын

бүтэц найрлага судлах, геологи, биологийн болон хөрсний дээжид хольц элементүүдийг судлах аргыг боловсруулах, боловсронгуй болгох судалгааны ажил явуулж байна.

Энэ ажилд атомын шингээлтийн спектр судлалын талаар ШУА-ын ФТХ-д хийсэн судалгааны ажлын тоймоос өгүүлнэ.

II. ТУРШЛАГЫН ТӨХӨӨРӨМЖ, АРГАЗҮЙ

ШУА-ын ФТХ-д бүрэн автоматчлагдсан, программын удирдлагатай Перкин-Эльмер фирмийн спектрофотометр (модель 5000) -ыг угсарч тохируулан хэвийн ажилд оруулах, атомын шингээлтийн спектр судлалын аргыг өөрийн орны эрдэс түүхий эд, геологи, биологи болон хөрсний дээжинд судалгаа хийхэд нэвтрүүлэх, спектрофотометр түүнтэй хавсарч ажиллах өөрөө бичигч, хэвлэгч, автоматаар дээжийг тунлагч AS-50, графитан кюветийг ажиллуулах биеэ даасан төхөөрөмж, хийн хольцын дөлийг асаах төхөөрөмжүүд угсарч зүшгүүлсэн.

Судалгаанд ашигласан микропроцессор бүхий тусгай программын удирдлагатай атом шингээлтийн спектрофотометр 5000 нь 50 хүртэл дээжинд 6 элементийг тодорхойлох боломжтой. Бүх механик, цахилгаан ба оптик үйлдлүүд нь автоматаар хянагдаж, тохируулагдана. Эдгээрийг тусгай товчнуудаар программ өгч картанд бичиж, түүгээр шууд команд өгөх боломжтой. Хэмжилтийн дүнг өөрөө хэвлэгчээр шингээх чадвараар буюу концентрациар өөрөөр хэлбэл өгөгдсөн программаар хэвлэн гаргах ба шаардлагатай тохиолдолд өөрөө бичигчээр гаргах боломжтой.

Шинжилгээнд 1-3 эталон уусмал хэрэглэж тохируулгын муруйг байгуулна. Түүний тусламжтайгаар 10-15 дээжинд тодорхойлолт хийсэний дараа дахин эталоныг хэмжин тохируулгын муруйг шинэчлэн цаашдын хэмжилтэнд ашиглах нь тохиромжтой болохыг туршлагаар харуулав. Шинжилгээнд хэрэглэх

эталон уусмалуудыг эх уусмалаас шингэрүүлэн бэлтгэсэн ба ийм уусмалуудыг хэмжилт хийх болгондоо шинээр бэлтгэх шаардлагатай.

Анхны үед дөлөн атомчлагчийг асаах, түүний асаалтын зохимжтой харьцааг сонгох түүнд бололцоотой элементүүдийг тодорхойлох туршилт явуулав. Туршилтын дүнд Эрдэнэтийн зэсийн баяжмалын дээжинд Ag, Au, геологийн

дээж габброд Cu, Zn, Ni, Co, хүний цусны ийлдэс ба гемолизатад Cu, Zn, хөрсөнд Zn, Cu, Co, Ni, Cr, болорын дээжинд Cu, Zn, Co, Mn, Ni, Mg, Cr, Al зэрэг элементүүдийг тодорхойлох туршилтын нөхцлийг сонгосон бөгөөд хүснэгт 1-д зарим элементийн хувьд сонгосон хугацаа, температурын хамаарлын туршлагын нөхцлийг үзүүлэв.

Хүснэгт 1. Зарим элемент тодорхойлох туршлагын сонгосон нөхцөл

Ag	$\lambda = 328.1$ нм H = 0.7 нм T = 5 сек	Step	1	2	3	4
		Temp. °C	130	800	1900	
		Ramp (сек)	5	5	1	
		Hold (сек)	15	10	4	
		Read	-	-	0	
		Rec	-	-	-2	
		Baseline	-	-	-2	
		Jnt.Fлао (мл/мин)	300	300	50	
Au	$\lambda = 242.8$ нм H = 0.7 нм T = 5 сек	Step	1	2	3	4
		Temp. °C	120	900	2400	2700
		Ramp (сек)	5	3	1	0
		Hold (сек)	20	30	5	2
		Read	-	-	0	-
		Rec	-	-	0	-
		Baseline	-	-	-	-
		Jnt.Fлао (мл/мин)	300	300	50	300
Ni	$\lambda = 232.0$ нм H = 0.2 нм T = 5 сек	Step	1	2	3	4
		Temp. °C	120	1000	2300	
		Ramp (сек)	10	5	0	
		Hold (сек)	8	3	6	
		Read	-	-	0	
		Rec	-	-	-2	
		Baseline	-	-	-2	
		Jnt.Fлао (мл/мин)	300	300	50	
Cu	$\lambda = 324.7$ нм H = 0.7 нм T = 4 сек	Step	1	2	3	4
		Temp. °C	120	900	2500	
		Ramp (сек)	10	50	1	
		Hold (сек)	15	3	5	
		Read			0	
		Rec			-2	
		Baseline			-2	
		Jnt.Fлао (мл/мин)	300	300	50	
Pb	$\lambda = 283.3$ нм H = 0.7 нм T = 7 сек	Step	1	2	3	4
		Temp. °C	130	630	2300	
		Ramp (сек)	10	15	3	
		Hold (сек)	15	15	4	
		Read			0	
		Rec			-	
		Baseline			-	
		Jnt.Fлао (мл/мин)	300	300	50	

V	λ = 318.4 нм H = 0.7 нм T = 11 сек	Step	1	2	3	4
		Temp. °C	120	1500	2700	
		Ramp (сек)	5	3	1	
		Hold (сек)	15	10	15	
		Read			0	
		Rec			0	
		Baseline			-2	
		Jnt.Flaо (мл/мин)	300	300	50	
Dy	λ = 421.2 нм H = 0.7 нм T = 16 сек	Step	1	2	3	4
		Temp. °C	120	1800	2700	
		Ramp (сек)	5	3	1	
		Hold (сек)	15	15	8	
		Read			0	
		Rec			0	
		Baseline			-1	
		Jnt.Flaо (мл/мин)	300	300	50	
Dy	λ = 313.3 нм H = 0.7 нм T = 10сек	Step	1	2	3	4
		Temp. °C	120	1800	2700	2700
		Ramp (сек)	3	5	1	0
		Hold (сек)	15	10	6	3
		Read	-	-	0	
		Rec	-	-	0	0
		Baseline	-	-	-1	
		Jnt.Flaо (мл/мин)	300	300	50	300
Yb	λ = 308.8 нм H = 0.2 нм T = 7сек	Step	1	2	3	4
		Temp. °C	120	1300	2700	
		Ramp (сек)	3	3	1	
		Hold (сек)	15	15	5	
		Read	-	-	0	
		Rec	-	-	0	
		Baseline	-	-	-	
		Jnt.Flaо (мл/мин)	300	300	50	

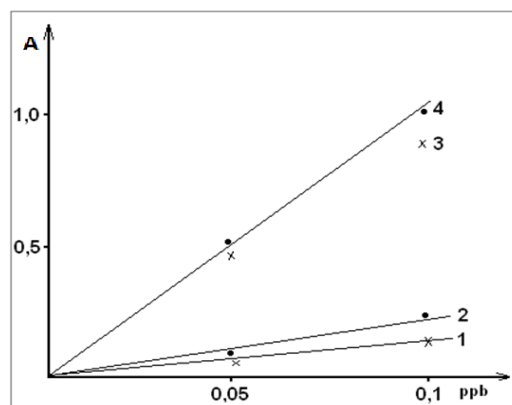
Ш.ҮР ДҮН БА ХЭЛЭЛЦҮҮЛЭГ

Алтыг МШБК-аар экстрац хийсэн ба хийгээгүй үеийн тохируулгын муруйг зураг 1, шингээлтийн сигналд идэвхгүй хий-аргоны урсгалын хурд хэрхэн нөлөөлж байгааг зураг2-т тус тус үзүүлэв.

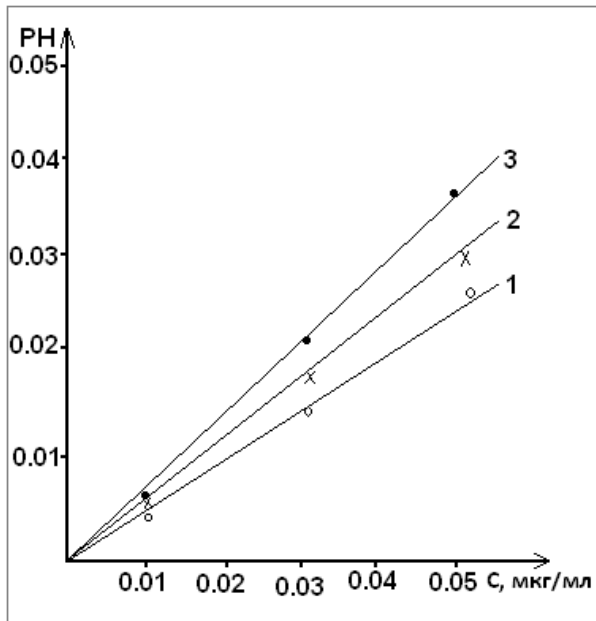
Зургаас МШБК-аар экстракц хийсэн тохиолдолд шингээх чадвар нэмэгдэж байгаа нь харагдаж байна. Энэ нь экстракцын явцад Au-ны баяжилт явагдаж байгааг харуулж байна.

Эндээс үзэхэд молибдены хувьд атомчлалт явагдах хоромд инерт хийг урсгахгүй байх нь шингээх чадварт сайн нөлөө үзүүлж уул аргын илрүүлэх хязгаарыг сайжруулж байна.

Зурагт 3-т шингээлтийн сигнал дээжийн хэмжээнээс хамаархыг харуулав.

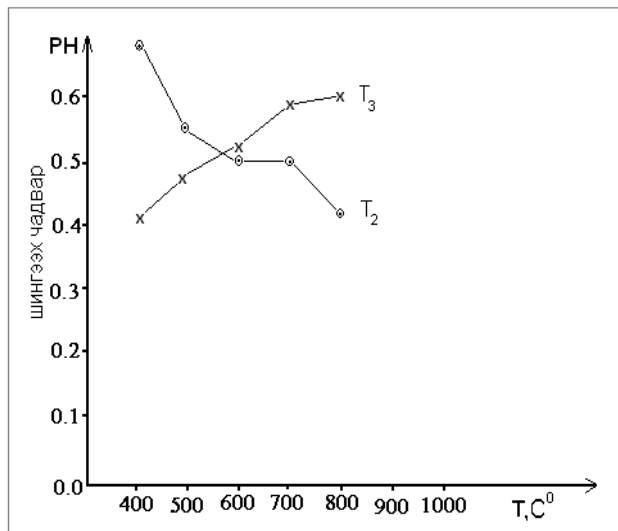


Зураг 1. Алтыг экстрац хийсэн ба хийгээгүй үеийн тохируулгын муруй
1 – ABS. AA, 2 – ABS. AA/BG,
3 – МШБК-ээр экстракц хийсэн AA-хэмжилт,
4 – мөн AA/BG хэмжилт

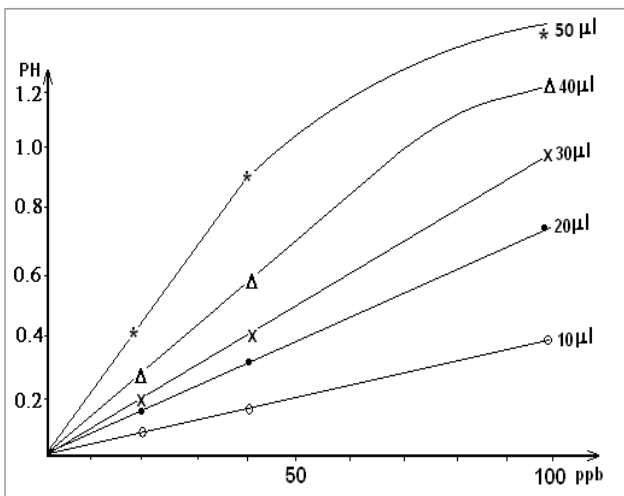


Зураг 2. Шингээлтийн сигналд аргоны урсгалын хурдны нөлөө
1 – Аргоны урсгалын хурд 50 мл/мин
2 – 10 мл/мин, 3 – Аргоны урсгалыг зогсоосон

Зурагт 4-т алтыг тодорхойлоход шингээлтийн сигнал, үнсжилт ба атомчлалтын температурын хамаарлыг үзүүлэв.



Зураг 4. Шингээх чадвар атомчлалтын температурын хамаарал
1 – T_2 үнсжүүлэлт, 2 – T_3 атомчлалтын температур



Зураг 3. Алтыг HGA-500-аар тодорхойлоход шингээлтийн сигнал дээжийн хэмжээний хамаарал

Энд бид дээжийн эзэлхүүнийг 20μl-ээр авч атомчлах хромд аргон хийн урсгалыг зогсоох нь зохимжтой нөхцөл гэж үзлээ.

Зургаас үзэхэд үнсжилтийн температурыг ихэсгэхэд шингээлтийн сигнал температурын тодорхой утга буюу атомчлалын явагдах хүртэл буурч байна. Харин атомчлалтын температурыг ихэсгэхэд шингээлтийн сигнал илүүтэй өсөж байна. Ийм учир үнсжилтийн температурыг зөв сонгож дээжийн бүтцээс хамааруулан үнсжилтийг хэд хэдэн шаттай явуулах шаардлагатай нь харагдаж байна.

Атомын шингээлтийн спектрийн дээрхи боловсруулсан аргыг хэрэглэн алтны агуулагатай стандарт, Эрдэнэтийн зэсийн баяжмалын дээжүүдэд Ag, Au, хөрсний дээжинд Mo, болорын дээжинд V, Cu, Al, Pb зэрэг элементүүдийг тодорхойлж үр дүнг зохих газруудад шилжүүлж байв. Тухайлбал, Хангайн районы болорын дээжинд зарим хольц элемент тодорхойлсон дүнг жишээ болгож хүснэгт 2-т үзүүлэв.

Хүснэгт 2. Хангайн районы болорын дээжинд хольц элементүүдийг атомын шингээлтийн спектрын аргаар тодорхойлсон дундаж дүн /г/т/

	Таацын гол	Цахирын орд	Орхоны илрэл	Мөрөнгийн илрэл	Горхи
Li_2O	22.1	76.9	19.0	57.0	57.0
Na_2O	1208.4	1240.9	1159.9	1081.5	1360.0

K ₂ O	2080.0	1879.1	1428.0	1675.5	1902.0
CaO	30.4	305.5	71.0	304.7	27.0
MgO	71.8	122.0	122.2	95.0	66.0
Al ₂ O ₃	680.0	116.2	376.3	182.0	623.0
Fe ₂ O ₃	96.3	124.9	116.5	96.3	157.0
MnO	8.2	6.4	6.3	6.8	11.0
V ₂ O ₅	224.1	2.0	164.0	52.0	6091.0
CuO	16.7	12.3	11.5	15.0	19.0
Co ₂ O ₅	1.3	4.0	2.3	2.2	1.0
NiO	13.7	18.3	16.3	15.3	8.0
ZnO	17.1	149.9	17.3	169.8	19.0
Cr ₂ O ₃	4.5	6.3	3.0	4.3	5.0
PbO	9.0	24.8	14.0	22.5	7.0

Энд орд бүрээс ирсэн 5-15 дээжийн дундажийг харуулсан бөгөөд элементийн дундаж агуулга орд бүрт өөр байгаа нь түүний гарал үүсэлтэй холбоотой нь ойлгомжтой. Шинжилгээний дүнгээс Li₂O-ын агуулга нь 8-48, Na₂O 870-1570, K₂O 960-3000, CaO 5-380, MgO 20-200, Al₂O₃ 40-3850, Fe₂O₃ 50-180, MnO 15 хүртэл, V₂O₅ 5-490, CuO 5-40, NiO 8-30, PbO 30 г/т хүртэл мужид хэлбэлзэж байв.

IV. ДҮГНЭЛТ

Энэхүү туршилтаар цахилгаан халаагч атомчлагчтай хувилбарыг ашиглан бага буюу маш бага (10⁻⁵%-оос доош) агуулгатай элементийг тодорхойлох шинжилгээний ажлын аргачлалын тохиромжтой нөхцлийг туршлагаар сонгон тогтоож, боловсруулсан аргыг хэрэглэн алтны агуулагатай стандарт, Эрдэнэтийн зэсийн баяжмалын дээжүүдэд Ag, Au; хөрсний дээжинд Mo; болорын дээжинд V, Cu, Al, Pb зэрэг элементүүдийг тодорхойлов.

АШИГЛАСАН НОМЗҮЙ

1. М.Э.Брицке, Атом-абсорбционный спектрохимический анализ. М. Химия. 1982
2. “Analytical Memhods for Gmomic Absorption Spectrophotometry”. 1982
3. З.Цэвээн, Ү.Чулуунбат, Т.Батбаяр, Б.Палам, А.Рийжээ, Зарим элемент тодорхойлох атомын шингээлтийн спектрийн аргын метрологийн үнэлгээ, ШУА, ФТХ-ийн бүтээл, № 23, 1984,
4. Ж.Лосолмаа, Ү.Чулуунбат, Т.Батбаяр, М.Баяр, Д.Доржготов, Туул-Овоотын орчинд тархсан голлох хэв шинжийн хөрсний микроэлемент ШУА, ФТХ-ийн бүтээл, № 29, 1990,
5. Ж.Лосолмаа, З.Цэвээн, Ү.Чулуунбат, Б.Палам, А.Рийжээ, Применение атомно-абсорбционного и эмиссионного методов анализа к определению микроэлементов в почвах, ШУА, ФТХ-ийн бүтээл, № 24, 1985,