

ФИЗИКА ИЛИМДЕРИФИЗИЧЕСКИЕ НАУКИPHYSICAL SCIENCES

Нурсеитова А.М.

АТОМДУК ЭМИССИЯЛЫК СПЕКТРАЛДЫК АНАЛИЗ
ҮЧҮН ҮЛГҮЛӨРДҮ ИЗИЛДӨӨ

Нурсеитова А.М.

ИССЛЕДОВАНИЯ ПРОБ ДЛЯ АТОМНО-ЭМИССИОННОГО
СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

A. Nurseitova

SAMPLING INVESTIGATIONS FOR THE ATOMIC
EMISSION SPECTRAL ANALYSIS

УДК: 543:423(575.2)(04)

Атомдук-эмиссиялык спектралдык талдоо ыкмасы менен оор металлдардын өлчөө тактыгын жана сезүү чегин жогорулатуу максатында элементтик курамын аныктоо үчүн чогултулган үлгүлөргө изилдөө жүргүзүлдү. Белгилүү үлгүлөрдү тандоо үчүн талаптар тандалып, үлгүлөрдүн формасын жана бир тектүүлүгүн эске алынуучу спектралдык талдоого үлгүлөрдү даярдоо үчүн сунуш көрсөтүлдү. Үлгүлөрдү алуудагы талаптардын аткарылышынын эсебинен, Бишкек шаарындагы ЖЭБ (ТЭЦ) аймагынан алынган үлгүлөргө сандык курамын өлчөөнүн тактыгын жогорулатуу боюнча жүргүзүлгөн изилдөөлөр оор металлдардын тобуна кирген 7 химиялык элементтердин курамын жакшыртылган ыкма менен аныктоого мүмкүндүк берди. Изилдөөлөр ДГП-50М эки агымдуу плазматрондун плазма агымында иштөөнүн оптималдык эрежесинде жүргүзүлдү. Топурактагы макро жана микроэлементтердин курамын аныктоо боюнча жакшыртылган сандык атомдук эмиссиялык спектралдык талдоонун жыйынтыктары келтирилген.

Негизги сөздөр: эмиссия, спектралдык анализ, плазма, эки агымдуу, плазматрон, топурак, спектр, концентрация, микроэлементтер.

В целях повышения пределов чувствительности и точности измерений тяжелых металлов методом атомно-эмиссионного спектрального анализа, проведены исследования проб, отбираемых для определения элементного состава. Проанализированы требования для отбора представительного образца, представлены рекомендации для подготовки пробы для спектрального анализа, учитывающие однородность и форму образца. Проведенные исследования по повышению точности измерений количественного состава за счет выполнения требований при отборе проб, взятых на территории ТЭЦ г.Бишкек, позволили определить улучшенным методом содержание 7 химических элементов, относящихся к группе тяжелых металлов. Измерения проводились в оптимальном режиме работы в потоке плазмы двухструйного плазматрона ДГП-50М. Представлены результаты улучшенного количественного атомно-эмиссионного спектрального анализа по определению содержания микроэлементов в почвах.

Ключевые слова: эмиссия, спектральный анализ, плазма, двухструйный, плазматрон, спектр, почва, проба, концентрация, микроэлементы.

In order to increase the limits of sensitivity and accuracy of measurements of heavy metals by atomic emission spectral analysis, studies of samples taken to determine the elemental composition were carried out. The requirements for the selection of a representative sample are analyzed, recommendations for the preparation of a sample for spectral analysis are presented, taking into account the homogeneity and shape of the sample. The studies carried out to improve the accuracy of measurements of the quantitative composition by fulfilling the requirements for sampling taken at the territory of the thermal power plant in Bishkek, made it possible to determine the content of 7 chemical elements belonging to the group of heavy metals using an improved method. The measurements were carried out in the optimal mode of operation in the plasma flow of the DGP-50M two-jet plasmatron. The results of improved quantitative atomic emission spectral analysis for determining the content of trace elements in soils are presented.

Key words: emission spectral analysis, plasma, two-jets, plasmatron, spectrum, soil, concentration, microelements.

Современный спектральный анализ должен учитывать требования, необходимые для определения малых содержаний примесей или нахождения ультрамалых концентраций частиц, что в свою очередь связано с актуальностью дальнейшего улучшения его характеристик, и, прежде всего повышения чувствительности и точности при определении элементного состава веществ [1]. В этой связи важное значение имеет процесс подготовки пробы для проведения спектрального анализа и достижения необходимых пределов чувствительности. Корректное проведение работы по подготовке пробы существенно повышает результаты измерений и их точность.

При подготовке пробы, немаловажным показателем получения точных и достоверных данных при проведении методом атомно-эмиссионного спектрального анализа мониторинга загрязнения почв тяжелыми металлами, имеющими как естественное, так и техногенное происхождение, является отбор представительного образца проб. Почва, как и другие объекты окружающей среды, имеет сложный состав, кроме того, распределение элементов в этих

объектах – многофакторное явление, подчиняющееся статическим закономерностям. С учетом всех этих факторов, в том числе и естественной вариабельности содержания элементов, необходимо отбирать представительный образец с достаточной и контролируемой достоверностью. Вместе с тем, колебания основного состава анализируемого вещества (в нашем случае – почвы) не всегда известны и не всегда их можно скорректировать подбором соответствующих стандартных образцов сравнения [2]. Погрешности, обусловленные влиянием на результаты анализа различных неконтролируемых вариаций валового и минералогического состава проб, часто являются основными и наиболее нежелательными.

Как показывает обобщение литературных данных трудности при проведении спектрального анализа почвенного покрова возникают вследствие его сложного и неоднородного микросостава, который обусловлен наличием различных органических веществ и многообразием составляющих элементов. Концентрации таких веществ могут изменяться в интервале до 3-4 порядков величины [3]. Поэтому отбор образца и правильная его подготовка в спектральных аналитических задачах, очень важны для получения точных и достоверных результатов, поскольку анализу подвергается лишь небольшая поверхность образца, которая вступает во взаимодействие с источником возбуждения. Для получения корректного результата анализа можно отметить следующие основные требования: образец должен быть однородным (гомогенным) по структуре и составу, форма образца

должна иметь достаточную поверхность для контакта с источником возбуждения.

В этой связи, учитывая вышеотмеченные требования, для решения экологических задач, связанных с проведением мониторинга загрязненности окружающей среды, экспрессным, экономичным и эффективным методом исследования является высокочувствительный атомно-эмиссионный спектральный анализ (АЭСА) [4]. В качестве высокочувствительной технологии, использующей дуговые генераторы плазмы, АЭСА может эффективно использоваться для определения элементного состава почвенного покрова для решения экологических, геологических, промышленных и иных задач. Однако наряду с процессом подготовки пробы, важно отметить, что при применении атомно-эмиссионного спектрального анализа для решения экологических задач, немаловажную роль играет подбор головных стандартов.

Исследование состава проб, для определения содержания тяжелых металлов, проводилось методом АЭСА при силе тока $I=60A$ и расходе плазмообразующего газа $G_{a/k} - 2.5$ л/мин. Несущий и транспортирующий газ – аргон. Расход транспортирующего газа $G_{tr} - 0.2$ л/мин. Угол наклона катодного и анодного головок двухструйного плазматрона ДПП-50М варьировался в диапазоне $60-65^\circ$. Время экспозиции $t-20$ сек. Излучение от приосевых участков разряда через однолинзовую систему освещения фокусировалось на всю высоту щели ($H=15$ мм) спектрографа шириной 12 мкм. Общая схема измерений представлена на рисунке 1.

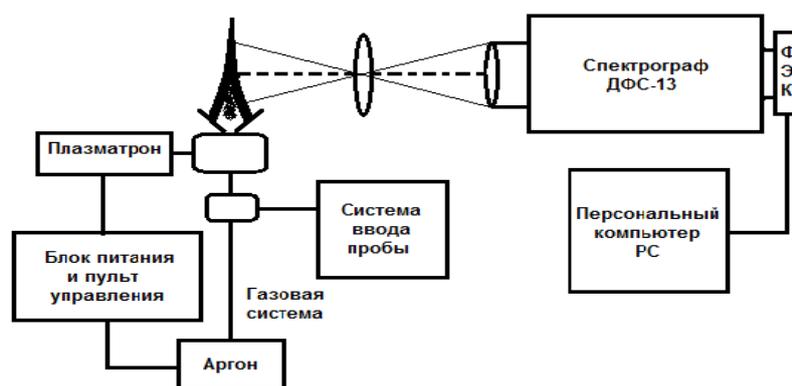


Рис. 1. Общая схема измерений концентрации микроэлементов.

Предложенная конструкция в полной мере отвечает требованиям полного испарения анализируемой пробы и надежного измерения интенсивности излучения спектральных линий, необходимых для успешного проведения спектральных исследований как классическими методами атомно-эмиссионной спектроскопии, так и методом сцинтилляционного анализа [5].

Пробу отбирали по общему требованию к отбору проб по ГОСТ 17.4.01-83 и ГОСТ 17.4.4.02-84 Кыргызской Республики. Для контроля санитарного состояния почв, отбор проводили на глубине 0-10 см. С каждой площадки, размером 5×5 м, отбирали одну объединенную пробу, составленную из пяти точек. Каждый образец почвы отмечен пунктом отбора пробы, номером, глубиной отбора от поверхности земли

и другими данными. Для обеспечения воспроизводимости и правильности аналитических результатов особое внимание уделялось уменьшению загрязнения проб микроэлементами от внешних источников, а также исключению потерь определяемых элементов на всех этапах работы с образцами. Анализируемые пробы прокаливались в фарфоровых тиглях в муфельной печи в течение 4 часов при температуре 500°C. Прокаленные пробы истирали в вибрмельнице или в шаровой мельнице «Пульверизетте-5» до размера основной массы частиц порядка 10 мкм. Готовые порошки в требуемых количествах (30 мг) взвешивались в аналитических или торсионных весах и разбавлялись с графитовым порошком в 20 раз для дальнейшего истирания в агатовой ступке.

Пробы отбирались преимущественно во дворах домов, вдали от проезжей части дороги, чтобы максимально уменьшить влияние микроэлементов, образованных в результате движения автотранспортных средств. Основные результаты измерений, а также соответствующая предельно допустимая норма содержания микроэлементов, приведены в таблице 1.

Выводы.

Как видно из представленных результатов, концентрации тяжелых металлов во всех проанализированных пробах, взятых с различных участков на территории г.Бишкек не превышают экологические нормы, устанавливаемых параметрами предельно допустимой концентрации и предельно допустимого превышения (ПДК/ПДП) в почве.

Таблица 1

№	Элемент мг/кг	200 м	400 м	600 м	800 м	1000 м	ПДК/ ОДК
1.	As	3,9	6,5	4,3	3,0	2,1	5,0
2.	Ni	56	45	30	13	9	80,0
3.	Cu	50	56	67	43	37	55,0
4.	Zn	95	97	105	63	46	100,0
5.	Pb	26	34	31	23	20	32,0
6.	Co	2,0	4,5	4,7	2,3	1,9	5,0
7.	V	69	80	95	85	55	100,0

Литература:

1. Заксас Н.П. Возможности двухструйного дугового плазматрона для атомно-эмиссионного спектрального анализа высокочистых веществ и биологических проб. // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2012. т.78. № 1. ч. II. С. 34-38.
2. Доржуева Г., Султангазиева Т., Рыскул кызы Г., Татыбеков А., Жеенбаев Н.Ж. Особенности использования стандартов в атомно-эмиссионном спектральном анализе. // Физика. 2021. №1. С. 68-73.
3. Ильин В.Б. Тяжелые металлы в системе почва-растение. - Н.: Наука. 1989, 150 с.
4. Урманбетов К., Жеенбаев Ж.Ж., Таштанов Р.А., Доржуева Г.Ж. Прямое количественное определение некоторых тяжелых токсичных металлов из почвы с использованием установки «НУР». // Известия НАН КР. 1999. №1. С. 11-13.
5. Жеенбаев Н.Ж. Применение сцинтилляционного метода для определения малых содержаний золота. // Наука и новые технологии. 2013. №6. С. 16-20.