

Рыскул кызы Г., Доржуева Г.Ж.,
Жеенбаев Н.Ж.

**Определение содержания
золота в низкотемпературной
плазме ДГП-50М методом
атомно-эмиссионной
спектрометрии**

Методом атомно-эмиссионной спектрометрии определено содержание золота в потоке плазмы двухструйного плазматрона ДГП-50М. Для регистрации оптических спектров использовалась многоканальная оптическая регистрирующая система «МОРС-9» на базе фотоэлектронной кассеты. Измерения содержания золота в порошкообразных пробах проводились при силе тока 50 А и скорости подачи рабочего газа 2.5 л/мин. Для измерений использовалась спектральная линия Au I 267.595 нм. Достигнутая предельная концентрационная чувствительность в аналоговом режиме работы составила порядка 0.2-0.3 г/т. Автоматизация проводимых работ, за счет компьютеризации используемого спектрального оборудования, позволила существенно улучшить информативность и экспрессность атомно-эмиссионного спектрального анализа. Дальнейшее снижение пределов чувствительности метода возможно за счет поиска и выбора оптимальной рабочей зоны плазматрона, увеличения разрешающей способности спектральных приборов; усовершенствования аналитической программы.

Ключевые слова: спектральный анализ, атомно-эмиссионная спектрометрия, двухструйный плазматрон ДГП-50М, низкотемпературная плазма, многоканальная оптическая регистрирующая система, концентрационная чувствительность, аналоговый режим измерений.

Ryskul kyzy G., Dorjueva G.J.,
Jeenbaev N.J.

**Determination of the gold
content in the low-temperature
plasma of DGP-50M BY atomic
emission spectrometry**

The gold content has been determined by atomic emission spectrometry method in the plasma flow of the two-jet plasmatron DGP-50M. Multichannel optical recording system "MORS-9" operated on the base of photoelectron cassette has been used for emission spectra registration. Measurements of the gold content in powder form probes were conducted under electric current of 50 A and working gas velocity 2/5 l/min. Gold's spectral line Au I 267.595 nm is been used for measurements. The achieved concentration's limiting sensitivity was about 0.2-0.3 g/t in the analog mode of operation. Automation of experimental work due computerization of applied spectral equipment allowed significantly improve informative capacity and express conducting of the atomic emission spectral analysis. Further method's sensitivity levels decreasing can be achieved by means of searching and selecting optimal working zone of the plasmatron and increasing resolution capability of the spectral device as well as improving analytical program.

Key words: spectral analysis, atomic emission spectrometry, two-jet plasmatron DGP-50M, low-temperature plasma, multichannel optical recording system, concentration's sensitivity, analog mode of operation.

Рыскул кызы Г., Доржуева Г.Ж.,
Жеенбаев Н.Ж.

**Спектрометрияның атомдық-
эмиссиондық әдісімен ДГП-
50М төменгі температурадағы
плазмада алтынның құрамын
анықтау**

Спектрометрияның атомдық-эмиссиондық әдісімен екі ағымды ДГП-50М плазматронның плазма ағынында алтынның құрамы анықталды. Оптикалық шоғырды тіркеу үшін «МОРС-9» фотоэлектрондық таспа пайдаланылды. Тоқ күші 50А және жұмыс газдың жіберу жылдамдығы 2,5 л/мин кезінде ұнтақ тәрізді үлгіде алтынның мөлшерін анықтау өлшеулері өткізілді. Өлшеулер үшін Au I 267.595 нм спектрлік сызығы алынды. Жұмыстың үйлестірілген тәртібінде жоғарғы шектегі сезгіштік шамамен 0.2 – 0.3 г/т болды. Қолданыстағы спектрлік жабдықтауды компьютерлеу есебінен, жүргізілген жұмыстың автоматтандыруы атомды-эмиссиялық спектрлік талдауды елеулі түрде жақсартуға және ақпараттындыруға мүмкіндік берді. Плазматронның тиімді жұмыс аумағын таңдау, спектрлік құралдың рұқсат етілген қабілетін ұлғайту, аналитикалық бағдарламаны жаңарту арқылы әдістің сезімтал шегін одан әрі азайтуға болады.

Түйін сөздер: Спектрлік талдау, атомды-эмиссиялық спектрометрия, екі ағымды ДГП-50М плазматроны, төмен температуралық плазма, көп каналды оптикалық тіркеуші жүйе, шоғырлану сезімталдығы, өлшеулердің аналогты режимі.

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ
СОДЕРЖАНИЯ ЗОЛОТА
В НИЗКОТЕМПЕРА-
ТУРНОЙ ПЛАЗМЕ
ДГП-50М МЕТОДОМ
АТОМНО-
ЭМИССИОННОЙ
СПЕКТРОМЕТРИИ**

Введение

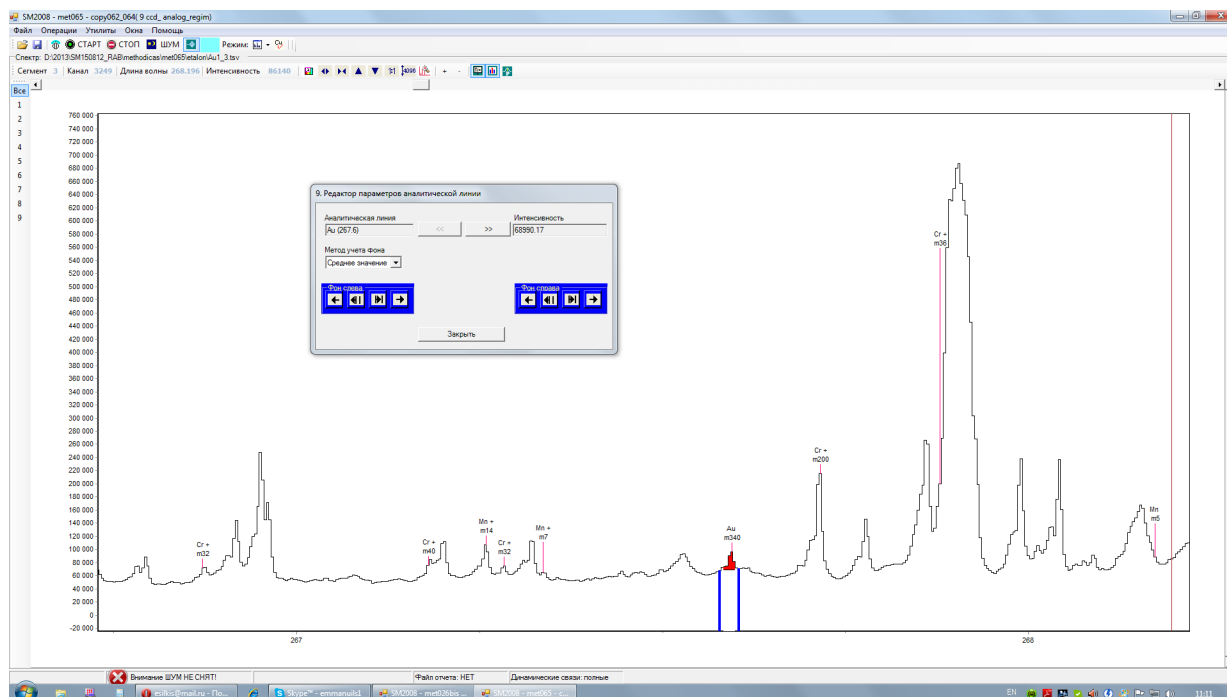
Спектральный анализ благородных металлов

Современный спектральный анализ претерпевает значительные изменения вследствие мощного развития электронной промышленности. Модернизированные измерительные системы существенно расширили возможности создаваемых аналитических экспериментальных стендов при проведении исследовательских работ. Усовершенствованные источники возбуждения спектров и системы их регистрации, используемые сегодня для спектрального анализа, позволяют активнее применять атомно-эмиссионную спектрометрию (АЭС) при исследовании малых содержаний примесей в рудах и минералах [1]. На практике, для исследования в горных породах содержания благородных металлов, например золота, одним из эффективных источников возбуждения для исследования образцов является применение двухструйного плазматрона [2, 3] и его различных модификаций. Использование эмиссионного спектрометра, сочетающего высокотемпературный дуговой генератор плазмы – двухструйный плазматрон, спектральные приборы высокой разрешающей силы, оснащенных компьютеризованными системами регистрации на базе фотоэлектронных кассет с линейными ПЗС (ФЭК), в полной мере отвечает требованиям методики определения примесей, заключающейся в полном испарении анализируемой порошковой пробы и надежном измерении интенсивности излучения спектральных линий [4].

Для определения малых концентраций золота с помощью отмеченной выше спектрометрической установки весьма перспективным является применение усовершенствованного двухструйного плазматрона ДГП-50М. В силу высоких удельных энерговыделений, реализуемых в потоке плазмы, достигаются высокие значения энергий возбуждения спектральных линий золота (4.6 эВ для Au I 267.595 нм). А в совокупности с другими конструктивными особенностями, а именно, ввод вещества (прямой экспресс-анализ малых навесок золота), большая протяженность аналитической зоны и малая скорость потока плазмы (порядка 2 л/мин), способствующие интенсивному тер-

мическому воздействию на вводимые мелкодисперсные материалы и полному испарению пробы, обеспечивается получение максимальной интегральной интенсивности анализируемой линии золота и, таким образом, достаточная степень надежности получаемых результатов [5].

Автоматизация проводимых работ за счет компьютеризации используемого спектрального оборудования позволяет существенно улучшить информативность, экспрессность спектрального анализа и проводить исследования больших объемов проб [6].



Показаны метки линий хрома и марганца, с помощью линий этих элементов осуществляется калибровка спектральной шкалы и ее коррекция.

Рисунок 1 – Участок спектра с линией золота 267.595. Концентрация эталона – 1.2 г/т

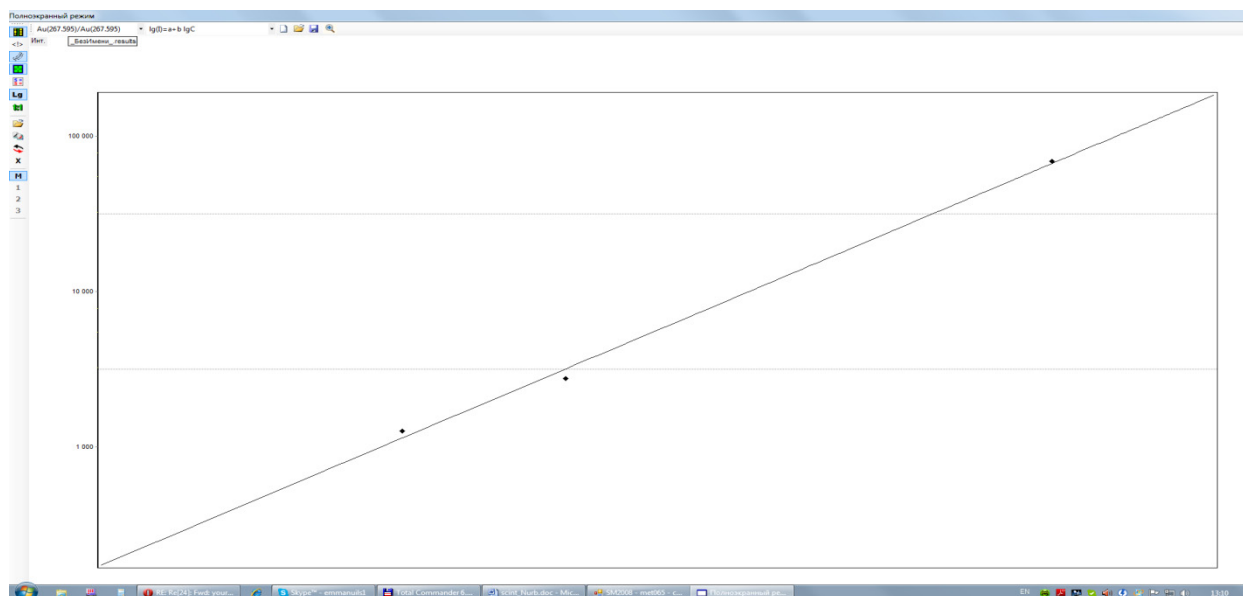
Экспериментальная часть

Измерения содержания золота в пробах проводились при силе тока $I=50\text{A}$ и расходе плазмообразующего газа $G=2.5\text{ л/мин}$. Несущий газ – аргон. Угол наклона катодного и анодного головок плазматрона варьировался в зависимости от анализируемой пробы. Излучение от приосевых участков разряда через однолинзовую систему освещения фокусировалось на всю высоту щели ($H=15\text{ мм}$) спектрографа шириной 12 мкм . Автоматизированная регистрация спектров проводилась на базе спектрографа ДФС-13-2 с дифракционной решеткой 600 штр./мм (дисперсия 4 А/мм) фотоэлектронной кассетой «МОРС-9»¹

с 9 ПЗС в аналоговом режиме работы. Стандартный образец ГСО №1121-77 (с паспортным содержанием золота 0.0021%) перемешивался с графитом в различных соотношениях и в плазматроне подавалась проба, вес которой составлял 1.025 г . Содержание золота измерялось в месте слияния плазменных струй. Данный участок потока плазмы был выбран с точки зрения получаемого удовлетворительного соотношения сигнал/шум. Для эмиссионного анализа бралась интегральная интенсивность линии золота Au 267.595 нм. Экспозиция ФЭК $T=50\text{ мс}$, количество кадров – 200. Характерный участок исследуемого спектра представлен на рисунке 1.

На рисунке 2 представлена градуировочная кривая, построенная по трем эталонам. Обработка сигнала классическим аналоговым режимом позволила достичь предельной концентрационной чувствительности содержания золота на

¹ Кассета «МОРС-9» изготавливается предприятием ООО «МОРС» (г.Москва, г.Троицк) и введена в Реестр (RU.C.37.003.A N 44307) в 2011 г.



Отмечены точки с содержанием золота 0.2, 0.3, 1.3 г/т.

Рисунок 2 – Градуировочная кривая

уровне 0.2-0.3 г/т в созданном спектрометре при использовании навески в 1 грамм без химической пробоподготовки.

Заключение

На основе предлагаемого эмиссионного спектрометра получен предварительный результат по концентрационной чувствительности в

аналоговом режиме, составивший 0.2-0.3 г/т, который может быть улучшен за счет усовершенствования рабочих условий, в частности, дальнейшего поиска и выбора оптимальной рабочей зоны плазматрона, обеспечивающего максимальное соотношение интенсивность/шум; увеличения разрешающей способности спектральных приборов; усовершенствования аналитической программы и др.

References

- 1 Zaksas N.P. Vozможности dvukhstruynogo dugovogo plazmatrona dlya atomno-emissionnogo spektral'nogo analiza vysokichistykh veshchestv i biologicheskikh prob. Zavodskaya laboratoriya // Diagnostika materialov. – 2012. – Т.78, №1, ch.II. – S.34-38.
- 2 Solov'yeva V.V. O spektral'nom opredelenii zolota na plazmatrone / V sb. Primeneniye plazmatrona v spektroskopii. – Bishkek: Ilim, 1970. – S.180-182.
- 3 Saychenko A.N., Saychenko L.A. Engel'sht V.S. Spektral'no-stintillyatsionnyy analiz na dvukhstruynom plazmatrone. – Bishkek: Ilim, 1992. – 113 s.
- 4 Zheyenbayev ZH.ZH., Engel'sht V.S. Dvukhstruynyy plazmatron. – Frunze: Ilim, 1983. – 202 s.
- 5 Zheyenbayev ZH.ZH., Urmanbetov K.U., Tashtanov R. Optimizatsiya parametrov usovershenstvovannogo dvukhstruynogo plazmatrona dlya analiza poroshkovykh prob // Zhurnal analiticheskoy khimii. – 2006. – Т.61, №4. – S.1-7.
- 6 Tagil'tseva Ye.A. Pryanoy analiz bol'shikh navesok prob rud i produktov ikh pererabotki na dvukhstruynom dugovom plazmatrone s primeneniyyem vremennoy razvertki spektrov // Trudy SibAK, zaочnyye nauchnyye konferentsii. – 2012. – 10 с.