

ПЕРСПЕКТИВНОСТЬ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ АТОМИЗАТОРА «ГРАФИТОВАЯ ВТУЛКА-ФИЛЬТР» ПРИ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОМ ОПРЕДЕЛЕНИИ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ

В статье приведены аналитические характеристики и возможности атомизатора «графитовая втулка-фильтр» при атомно-абсорбционном определении некоторых компонентов в различных природных водах и пищевой продукции. Сформулированы рекомендации по применению.

Ключевые слова: атомизатор «графитовая втулка-фильтр», тяжелые металлы, атомно-абсорбционная спектроскопия, матричные влияния.

In the article analytical descriptions and possibilities of sprayer are resulted «graphite hob-filter» at atomic-absorbing determination of some components in different natural waters and food products. Recommendations are formulated on application.

Keywords: sprayer are resulted «graphite box-filter», hard metals, atomic-absorption spectroscopy, matrix effects.

Контроль содержания микроколичеств тяжелых металлов, таких как свинец, кадмий, мышьяк и селен важен в связи с их высокой токсичностью и, вследствие этого, низких ПДК. Атомно-абсорбционная спектроскопия, в частности в ее электротермическом варианте, благодаря хорошим аналитическим характеристикам: экспрессности, простоте, высокой чувствительности, часто применяется для их определения. Однако при этом зачастую возникают помехи, связанные с матричными эффектами при высоких содержаниях солей и органического вещества. Традиционно для их устранения применяется ряд способов и приемов – отделение мешающих компонентов от определяемых, так называемая SPTF-техника, а также применение некоммерческих атомизаторов. Последние обладают рядом преимуществ: повышают чувствительность и снижают матричные влияния. Однако вследствие их малой изученности некоммерческие атомизаторы практически не применяются в практике отечественных лабораторий.

Нами были изучены аналитические характеристики и возможности атомизатора «графитовая втулка-фильтр» (рис. 1) при атомно-абсорбционном определении свинца, кадмия, мышьяка и селена в различных природных водах и пищевой продукции. Атомизатор изготовлен из пористого графита и вкладывается в обычную пиролитическую печь. Через отверстие для дозирования проба подается на поверхность фильтра и распространяется по его объему. При ато-

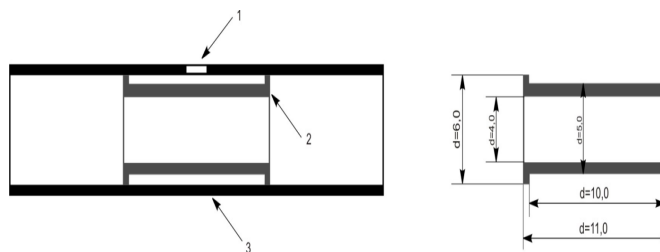


Рис. 1. Общий вид электротермической графитовой трубчатой печи с «графитовой втулкой-фильтром»:
1 - отверстие для дозирования, 2 - «втулка-фильтр»,
3 - трубчатая печь

мизации аналит и матрица испаряются и диффундируют с разной скоростью через пористый графит. При высоких температурах соединения щелочных металлов, из которых состоит, в основном, матрица природных вод образуют интеркалаты с графитом. Данный эффект удерживает пик их испарения по сравнению с пиком, характерным для определяемых компонентов (рис.2).

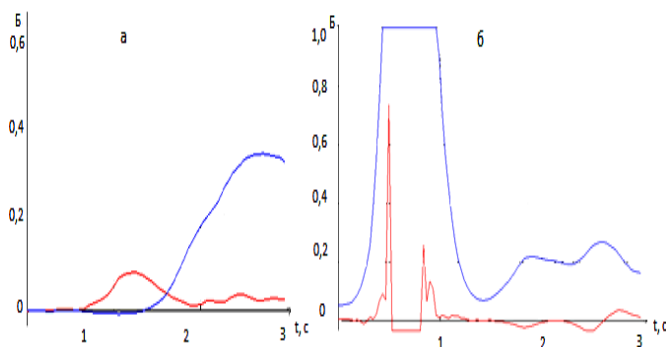


Рис. 2. Регистрограмма атомного (красная линия) и неселективного испарения (синяя линия) микроколичеств Pb при его испарении с «графитовой втулки-фильтра» (а) и стенки печи (б)

В отличие от техники испарения микроколичеств металлов с платформы Львова, при работе с «графитовой втулкой-фильтром» время их полного испарения, а также амплитуда пиковых значений абсорбционности атомов возрастает. Повышение амплитуды можно объяснить снижением неэффективных

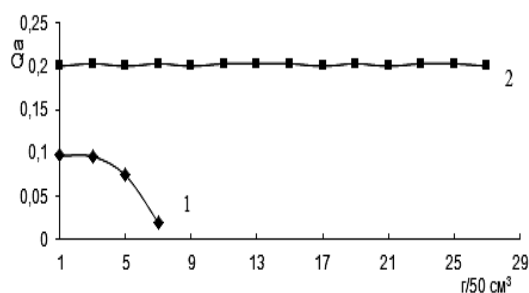


Рис.3. Влияние содержания растительного масла (жира) в растворе гексана (ϵ на 50 см^{-3}) на величину абсорбционности (Q_a) атомов Ni при его испарении ($1 \cdot 10^{-8}$) со стенки печи (1) и с «графитовой втулки-фильтра» (2)

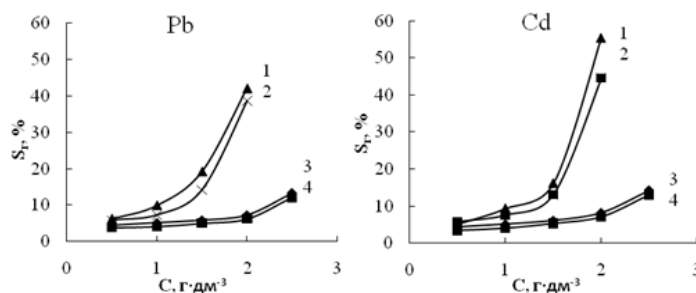


Рис.4. Зависимость величины относительного стандартного отклонения ($S_r, \%$) результатов измерений абсорбционности (Q_a) атомов Pb и Cd от концентрации ($\text{г} \cdot \text{дм}^{-3}$) Cl^- (1;3) и SO_4^{2-} (2;4) при испарении элементов с платформы Львова (1;2) и «графитовой втулки-фильтра» (3;4) в присутствии ММ

потерь на начальных этапах атомизации вследствие большего, по сравнению с платформой Львова, запаздывания нагрева «графитовой втулки-фильтра» и попаданию паров аналита в изотермичную аналитическую зону. Увеличение времени полного испарения вызвано увеличением времени переноса паров элемента при их диффузии через нагретый пористый графит.

(табл.). Данный атомизатор высокоэффективен при анализе не только водных объектов, но и органических экстрактов, которые удерживаются от растекания в его порах.

«Графитовая втулка-фильтр» использовалась [3] для анализа пищевых продуктов, в том числе масел и жиров. Ее применение позволяет увеличить навеску анализируемого образца в 5 - 10 раз (рис.3), практически полностью устранить неселективное поглощение света и приблизительно в 2 раза повысить чувствительность ЭТ ААС определения тяжелых металлов в маслах и жирах. Анализ жидких продуктов с высоким содержанием органических веществ (соки, воды) также весьма прост [4]. Атомизатор обеспечивает эффективное удаление органической матрицы, по-видимому, за счет увеличения площади занятой пробой и доступу кислорода воздуха. Кроме того, за счет отделения зоны испарения и аналитической зоны несгоревшие частицы не создают светорассеяния.

К преимуществам «графитовой втулки-фильтра» можно отнести простоту, дешевизну изготовления и полную совместимость с существующим оборудованием. Точность анализа при высоких концентрациях мешающих компонентов значительно снижается, а применение «графитовой втулки-фильтра» значительно улучшает метрологические характеристики анализа (рис.4).

Применение «графитовой втулки-фильтра» позволяет проводить прямое атомно-абсорбционное определение тяжелых металлов в таких традиционно сложных объектах как воды умеренной минерализации и пищевые продукты без предварительной пробоподготовки, что значительно упрощает и удешевляет анализ.

Поступила 03.2012

Таблица
Сравнительная характеристика некоторых атомизаторов

Аналитическая характеристика		Печь типа HGA	Платформа Львова	«Графитовая втулка-фильтр»
Нижняя граница определяемых концентраций, $\text{мкг} \cdot \text{кг}^{-1}$	Pb	5	3	1,5
	Cd	0,2	0,15	0,05
	As	5	4	2
	Se	10	6	3
Граничная концентрация хлоридов, $\text{г} \cdot \text{кг}^{-1}$		~0,5	~0,7	~1,5
Граничная концентрация сульфатов, $\text{г} \cdot \text{кг}^{-1}$		~0,5	~0,7	~1,5
Граничное содержание сахара, $\text{г} \cdot \text{кг}^{-1}$		~200	~200	~500
Граничное содержание растительных жиров (подсолнечное масло), $\text{г} \cdot \text{кг}^{-1}$		~100	~100	~300

«Графитовая втулка-фильтр» использовалась при анализе природных вод [1,2]. При этом достигнута в 2-3 раза лучшая чувствительность по сравнению с такими широко используемыми атомизаторами как печь типа HGA и платформа Львова. Кроме того, в связи с различной проницаемостью пористого графита для атомных и молекулярных паров, втулка-фильтр способна эффективно разделять атомное и неселективное поглощение. Это позволяет проводить определение тяжелых металлов при большей в 2-3 раза граничной концентрации мешающих компонентов

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Захария, А.Н. Прямое электротермическое определение свинца (Pb) и кадмия (Cd) в природных водах с помощью «графитовой втулки-фильтра» [Текст] / А.Н. Захария, Р.Н. Колпак, А.А. Полищук, А.Н. Чеботарев // Методы и объекты химического анализа. - 2011, Т.6, №2, 124-131 С.
- Захария, А.Н. Использование атомизатора «графитовая втулка-фильтр» при атомно-абсорбционном определении As в некоторых природных водах [Текст] / А.Н. Захария, Р.Н. Колпак // В сб. трудов VIII Всеукр. конф. аспир. и мол. ученых - 2010, Киев. - 169 с.
- Захария, А.Н. Прямое электротермическое атомно-абсорбционное определение никеля в растительных маслах и жирах [Текст] / А.Н. Захария, А.С. Журавлев, А.Н. Чеботарев, Р.Н. Колпак, А.А. Полищук // Украинский химический журнал - 2011, Т.77, №11, 33-39С.
- Захария, А.Н. Применение атомизатора «графитовая втулка-фильтр» при атомно-абсорбционном определении тяжелых металлов [Текст] / А.Н. Захария, А.А. Полищук, Р.Н. Колпак, А.В. Коротков. // В сб. допов. Всеукр. науково-практ. конф. «Вода в харчовій промислов. - Одеса, 2011. - 127-128 С.