ПРЯМОЕ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕРЕБРА, СУРЬМЫ, ТЕЛЛУРА, ВИСМУТА И КАДМИЯ В ПРИРОДНЫХ ОБЪЕКТАХ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ АТОМИЗАТОРА "ПЕЧЬ-ПЛАМЯ"

О.А. Пройдакова, М.Г. Кажарская, В.И. Меньшиков

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт геохимии им. А.П. Виноградова Сибирского отделения Российской академии наук, 664033, Иркутск, ул. Фаворского 1 а, proyd@igc.irk.ru

Исследован атомизатор "печь-пламя" (ПП), изготовленный в лабораторных условиях к атомно-абсорбционному спектрометру, для прямого определения в природных объектах элементов Ag, Cd, Bi, Sb и Te. Графитовая печь, нагреваемая током и помещенная в пламя пропан-воздух, позволяет разделить и оптимизировать процессы селективного испарения относительно летучих элементов из труднолетучей матрицы (горные породы, почвы) и процессы атомизации в пламени. Нагрев порошковой пробы приводит к ее плавлению, и из расплава летучие элементы поступают в пламя. Кинетика поступления элементов определяется в основном процессами разложения соединений, различных для разного матричного состава проб и процессами диффузии элементов из расплава. Форма получаемого аналитического сигнала аналита, как правило, имеет сложный вид, поэтому для расчетов используют интегральный способ измерения величины сигнала абсорбции. Разнообразие матричного состава анализируемых проб приводит к тому, что в ряде случаев для легкоплавких матриц температура расплава недостаточна для обеспечения интенсивного и полного испарения Ag, Bi, Sb и Te. Для повышения температуры расплава и улучшения кинетики испарения используется тугоплавкий оксид алюминия, который смешивается с анализируемой пробой, стандартными образцами (СО) и аттестованными смесями (АС) в соотношении не менее чем 1:1.

Градуировку прибора проводят по стандартным образцам состава или АС, изготовленных путем разбавления пустой пробой СО с большим содержанием. Градуировочные графики для СО и АС различного состава (горные породы, почвы, руды) совпадают, следовательно, для различных типов исследуемых объектов можно использовать единую коллекцию градуировочных образцов.

Линейная зависимость интегральной атомной абсорбции от величины навески использована для расширения диапазона определяемых концентраций за счет изменения абсолютного содержания аналита в аналитической навеске, помещаемой в канавку графитового стержня (величина навески изменяется от 5 до 200 мг).

При определении Ag, Cd, Bi, Sb и Te. в пробах почв с содержанием органического вещества (ОВ) более 3-5 %, были получены завышенные результаты анализа. Такие пробы переводили в раствор способом, который позволил бы разрушить ОВ (например, автоклавное разложение). Объем 100-1000 мкл анализируемого раствора помещали в канавку графитового стержня, высушивали при комнатной температуре и проводили процедуру анализа таким же образом, как и для порошковой пробы.

Оценка правильности результатов выполнена методом "введено-найдено" и сравнением полученных и аттестованных содержаний элементов в различных СО.

Разработанная и аттестованная методика прямого атомно-абсорбционного анализа в порошках горных пород, руд, почв и донных отложений при использовании атомизатора "печь-пламя" обеспечила экспрессное определение аналитов в следующих диапазонах содержаний (г/т): Ag – 0.010-15.0, Cd – 0.03-10.0, Bi – 0.10-35, Sb и Te – 0.50-40 с погрешностью 30-8 % отн.

Работа выполнена при поддержке РФФИ №№ 10-05-00663.