

# ВОЗМОЖНОСТИ МЕТОДА АТОМНО-АБСОРБЦИОННОГО АНАЛИЗА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ NA И K НА СПЕКТРОМЕТРЕ С ИСТОЧНИКОМ НЕПРЕРЫВНОГО СПЕКТРА

*Н. Г. Солошенко, Е. А. Галянина*

*Институт геологии и геохимии УрО РАН, г. Екатеринбург*

Атомно-абсорбционный метод анализа основан на селективном поглощении электромагнитного излучения определенной длины волны, генерируемого селективным источником, нейтральными атомами определяемого элемента. С 1955 г. после того, как были сформулированы основные принципы проведения атомно-абсорбционного анализа и технические характеристики приборов для его осуществления, началось производство коммерческих спектрометров, где в качестве селективного источника излучения применялись лампы с полым катодом и высокочастотные лампы, обладающие сравнительно высокими интенсивностями излучения и стабильностью его во времени. В последнее время, развитие новых технологий позволило усовершенствовать оптическую схему спектрометров, использовать в качестве источника излучения лампу, заполненную инертным газом под высоким давлением, генерирующую непрерывный спектр излучения в диапазоне от 185–900 нм, и новые твердотельные детекторы, обладающие высокой чувствительностью и разрешением. Данный ряд усовершенствований наделяет спектрометры с непрерывным источником спектра следующими преимуществами по сравнению с традиционными спектрометрами, использующие селективный источник излучения [Пупышев, 2008]: использование только одного источника света для определения всех элементов; возможность выполнения молекулярно-абсорбционного анализа; исследование новых для атомно-абсорбционного анализа элементов, для которых не созданы селективные источники света; возможность проведения быстрых последовательных измерений в пламенном варианте выполнения анализа; возможность осуществления последовательного мультиэлементного анализа.

В лаборатории физико-химических методов исследования Института геологии и геохимии УрО РАН запущен первый в России атомно-абсорбционный спектрометр высокого разрешения ContrAA700 с источником непрерывного спектра фирмы Analytik Jena. Уникальность данного аналитического прибора заключается в оснащении его источником сплошного спектра высокой интенсивности – дуговой ксеноновой лампой, работающей во всем измерительном диапазоне атомно-абсорбционной спектрометрии. Спектрометр использован для определения малых содержаний натрия и калия в ультраосновных породах в режиме эмиссии. Используемые в лаборатории аналитические методы (масс-спектрометрия, рентгенофлуоресцентный анализ и др.) для измерения содержаний щелочных металлов имеют ряд ограничений: в методе масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой при количественном определении содержания калия возникают помехи, связанные с тем, что на аналитический сигнал  $^{39}\text{K}^+$  существенное влияние оказывают ионы  $^{40}\text{Ar}^+$ ,  $^{38}\text{Ar}^1\text{H}^+$  [Ueng, Jiang, Wan, Sahayam, 2005]; рентгенофлуоресцентный метод позволяет определять натрий при его содержании более 2 %.

Традиционно в атомно-абсорбционном анализе рекомендуется проводить определение натрия и калия из солянокислых растворов в пламени ацетилен-воздух в эмиссионном варианте [Пупышев, 2004]. Однако используемые в лаборатории ИГГ УрО РАН методики пробоподготовки горных пород предполагают получение азотнокислого раствора для последующего приборного определения. Поэтому нами было опробовано определение натрия из солянокислых и азотнокислых растворов. Добавление буферного раствора CsCl в анализируемую пробу дает возможность определять содержание щелочных металлов как из 1 % солянокислых растворов (согласно руководству к спек-

трометру ContrAA 700), так и из 1 % азотнокислых растворов с хорошей воспроизводимостью результатов. Это особенно актуально, так как можно использовать растворы, подготовленные к анализу методом ИСП-МС.

Для перевода образца в раствор проводили микроволновое разложение двумя способами: в первом использовали следующую методику – к навеске пробы добавляли HCl и HF, проводили разложение в СВЧ-установке при давлении 450 кПа, раствор переводили во фторопластовые стаканы, содержимое упаривали до влажных солей с последующей отгонкой фтороводорода и переводением солей в нитраты; второй способ во многом аналогичен первому, но отгонку фтороводорода и переводение солей в хлориды осуществляли добавлением концентрированной HCl. В готовые анализируемые растворы добавляли буферный раствор CsCl.

С использованием стандартных растворов Na и K в диапазоне концентраций 0.05–1 мг/л нами построены градуировочные графики (рис. 1); выполнено методом атомно-абсорбционной спектроскопии в режиме эмиссии определение натрия и калия в ГСО основных пород – сланце и дуните с содержанием Na<sub>2</sub>O на уровне 0.05 % и K<sub>2</sub>O на уровне 0.01–5 %.

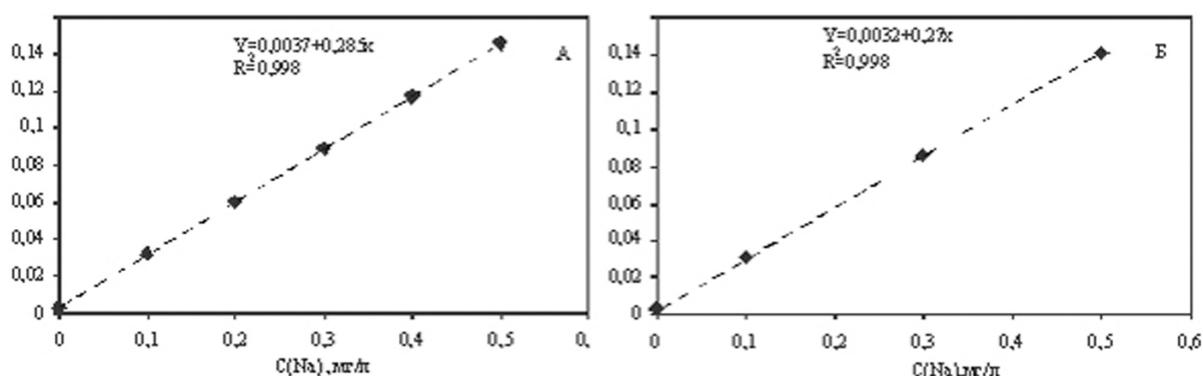


Рис. 1. Градуировочные кривые для определения натрия в 1 % HCl (а) и в 1 % HNO<sub>3</sub>.

Результаты выполненной работы свидетельствуют о том, что атомно-абсорбционный анализ на спектрометре ContrAA700 дает корректные результаты по породам с низкими концентрациями щелочных элементов. Преимуществом работы на спектрометре ContrAA 700 с лампой сплошного спектра является возможность определения нескольких элементов последовательно из одного мультиэлементного раствора, в отличие от классической атомной абсорбции, где проводится одноэлементное определение.

*Работа выполнена в рамках программ РАН № 14 «Научные основы рационального природопользования» и № 20 «Создание и совершенствование методов химического анализа», а также при поддержке гранта РФФИ № 07-05-00097а.*

### Литература

- Пупышев А. А. Практический курс атомно-абсорбционного анализа. Екатеринбург: ГОУ ВПО УГТУ-УПИ, 2003. 441 с.
- Пупышев А. А. Атомно-абсорбционные спектрометры высокого разрешения с непрерывным источником спектра//Аналитика и контроль, 2008. Т. 12. С. 64–92.
- Ueng R. L., Jiang S. J., Wan C. C., Sahayam A. C. Microwave-assisted volatilization of silicon fluorides for the determination of trace impurities in high purity silicon powder and quartz by ICP-MS // Analit. Chim. Acta. 2005. V. 536. P. 295–299.