Прямое электротермическое атомно-абсорбционное определение свинца (Pb) и кадмия (Cd) в природных водах с помощью «втулки-фильтра»

А.Н. Захария[1], Р.Н. Колпак[1], А.А. Полищук[2], А.Н.Чеботарев[1]

[1] Одесский национальный университет им.И.И.Мечникова, кафедра аналитической химии, 65026, г. Одесса, ул. Дворянская, 2, e-male: anz@real.od.ua

[2] ООО "ИНФОКС" филиал "ИНФОКСВОДОКАНАЛ" Центральная химико-биологическая лаборатория (ЦХБЛ) 65039, г. Одесса, ул. Бассейная, 5

Поступила в редакцию: 29 декабря 2010г. / Принята к публикации: 16 февраля 2011 г.

Данная работа посвящена оптимизации и обоснованию условий прямого ЭТ ААС определения в различных природных водах (речной, минеральной, питьевой и морской) микроколичеств (≥1·10^{-3} мг·дм$^{-3}$) Pb и Cd с помощью графитовой "втулки-фильтра", в присутствии "модификаторов матрицы": $Pd(NO_3)_2$, $Mg(NO_3)_2$, $NH_4H_2PO_4$, $(NH_4)_2HPO_4$, и их смесей. Предлагаемый прием позволяет полностью устранить неселективное поглощение света при анализе вод с минерализацией до 2-3 г·дм$^{-3}$, влияние до 1-2 г·дм$^{-3}$ сульфатов и хлоридов, а также повысить ~ в 2 раза чувствительность определения Pb и Cd.

A.N.ZACHARIA, R.N.KOLPAK, A.A. POLISCHUK, A.N.CHEBOTAREV. DIRECT ELECTROTHERMAL ATOMIC ABSORPTION DETERMINATION OF LEAD (Pb) AND CADMIUM (Cd) IN NATURAL WATERS USING FILTER FURNACE ATOMIZER - This work are devote to optimizing and justification of the conditions of direct ET AAS determination in various natural waters (river, mineral, drinking and sea) of micro (≥1·10^{-3} mg·dm^{-3}) Pb and Cd with graphite "filter furnace" in the presence $Pd(NO_3)_2$, $Mg(NO_3)_2$, $NH_4H_2PO_4$, $(NH_4)_2HPO_4$ and its mixtures as of "matrix modifiers". The proposed method allowed to eliminate background absorption at the analysis of water with salinity ≤3.0 g·dm^{-3}, the interference effect of ≤ 1-2 g·dm^{-3} of, as well as to increase up 2-3 times the sensitivity of Pb and Cd ET AAS determination.

Ключевые слова: графитовая «втулка-фильтр», Pd, Cd, атомно-абсорбционный анализ, природные воды, модификатор матрицы.

Keywords: filter furnace atomizer, Pd, Cd, atomic absorption analysis, natural waters, matrix modifiers.

ВВЕДЕНИЕ

Известно, что среди загрязнителей окружающей среды, представляющих наибольший интерес для служб мониторинга, металлы-токсиканты, в особенности свинец (Pb) и кадмий (Cd), относятся к числу наиболее опасных, что в значительной мере обусловлено их высокой физиологической активностью. При этом, природные и промышленные воды являются одной из составных частей экосистемы, контроль состояния которой в значительной мере зависит от эффективности работы служб экологического мониторинга и их химико-аналитической базы, позволяющей быстро и надежно оценивать содержание различных загрязняющих веществ на уровне фоновых и/или предельно допустимых концентраций (ПДК).

Благодаря своим аналитическим характеристикам электротермическая атомно-абсорбционная спектроскопия (ЭТ ААС) хорошо зарекомендовала себя при определении Pb и Cd в различных объектах окружающей среды, в т.ч. в природных водах. Вместе с тем, несмотря на значительные успехи в развитии метода, в большинстве случаев при его использовании, в особенности при анализе вод повышенной минерализации (≥ 1 г·дм$^{-3}$), приходится принимать во внимание различного рода помехи. Большая их часть обусловлена неселективным поглощением света и влиянием основных компонентов вод, главным образом хлоридов и сульфатов, на результаты анализа. Для устранения или снижения этих помех предлагаются различные методы, способы и приемы: отделение определяемых элементов от мешающих компонентов [1-2], использование «модификаторов матрицы» (ММ) [3-5], Зеемановская коррекция фона [6], испарение растворов с платформы Львова [7], концепция STPF-техники [8-9] и некоторые другие. Так, при определении Pb и Cd в питьевой и природных водах международный стандарт

© А.Н. Захария, Р.Н. Колпак, А.А. Полищук, А.Н.Чеботарев

предлагает технику испарения анализируемых растворов с платформы Львова в присутствии ММ и Зеемановскую коррекцию фона [10].

Наряду с перечисленными средствами решения сложных химико-аналитических задач перспективным представляется использование ЭТ ААС некоторых некоммерческих атомизаторов и устройств: «печь с кольцевой полостью» [11], «печь-пламя» [12], «печь в окислительной атмосфере» [13], «Pt-спираль-адаптер-пламя» [14], графитовая «втулка-фильтр» [15-17] и др. Однако, несмотря на их некоторые достоинства: простоту изготовления и эксплуатации, удовлетворительную чувствительность определения легко- и среднелетучих элементов, включая Pb и Cd, меньшую, по сравнению с коммерческими вариантами печей типа HGA, подверженность результатов анализа различного рода помехам, указанные устройства, в т.ч. атомизатор графитовая «втулка-фильтр» до настоящего времени не получил широкого распространения в практике. В определенной степени это объясняется недостаточной изученностью его аналитических возможностей и характеристик, в том числе при анализе природных вод.

Цель работы заключалась в обосновании условий простого и быстрого метода прямого ЭТ ААС определения микроколичеств (≥ 0,001 мг·дм$^{-3}$) Pb и Cd в природных водах различной минерализации (питьевой, речной, минеральной и морской) с использованием графитовой «втулки-фильтра» в присутствии ММ.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЙ

Работу вели на атомно-абсорбционном спектрофотометре «Сатурн-3М» с комплексом для электротермической атомизации «Графит-7» (производство СОКБА НПО «Химавтоматика», г.Северодонецк). Анализируемые растворы (10 мкл), содержащие $2\cdot10^{-10}$ г Pb и $1\cdot10^{-11}$ г Cd, испаряли с платформы Львова и графитовой «втулки-фильтра» (рис.1) лабораторного изготовления из графита марки МПГ-4. Неселективное поглощение света компенсировали с помощью дейтериевого корректора фона, а источниками первичного излучения служили соответствующие спектральные лампы с полым катодом типа ЛСП. Интегральные абсолютные (Q) и относительные (Q/Q_o) значения поглощательной способности атомов Pb и Cd, где Q и Q_o – поглощательная способность в присутствии и отсутствии мешающего компонента и/или ММ, соответственно, регистрировали по их резонансным спектральным линиям 283,3 и 228,8 нм, соответственно, при ширине щели монохроматора – 0,2 мм.

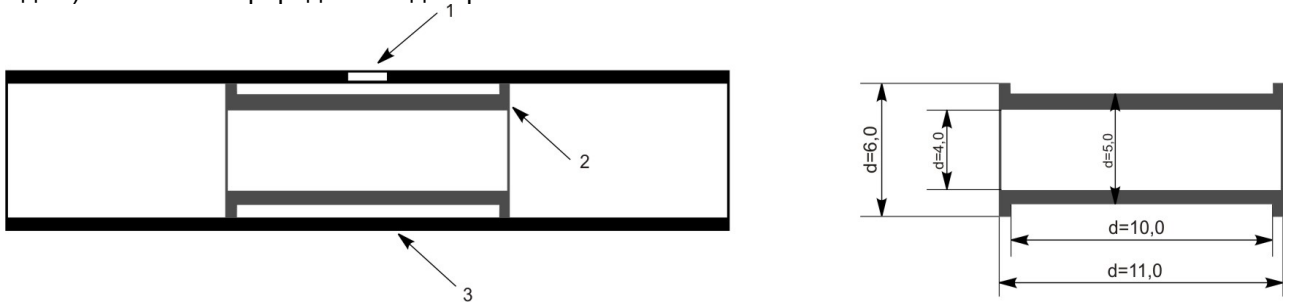

Рис. 1. Общий вид электротермической графитовой трубчатой печи с графитовой «втулкой-фильтром»: 1 - отверстие для дозирования, 2 - «втулка-фильтр», 3 - трубчатая печь..

В качестве ММ исследовали растворы (10 мкл): нитрата палладия - $Pd(NO_3)_2$, нитрата магния - $Mg(NO_3)_2$, моногидрофосфата аммония - $(NH_4)_2HPO_4$, дигидрофосфата аммония - $NH_4H_2PO_4$ (все производства фирмы «Merck», марки “suprapure”), а также их смеси, с концентрацией основного вещества – 1-2 г·дм$^{-3}$. Стандартные растворы, содержащие от 0,0001 до 0,05 мг·дм$^{-3}$ Pb и Cd, готовили последовательным разбавлением в 5-10 раз деионизованной и бидистиллированной водой, подкисленной до 0,3 об.% азотной кислотой (производства фирмы «Merck», марки “suprapure”), соответствующих Государственных стандартных образцов раствора металла (ГСОРМ; производства СКТБ ФХИ НАН Украины, г.Одесса).

Для оценки влияния основных компонентов вод на результаты ЭТ ААС определения Pb и Cd из растворов соответствующих солей натрия и калия марки «ос.ч.» готовили растворы, содержащие от 0,1 до 2,5 г·дм$^{-3}$ сульфат- (SO_4^{-2}) и хлорид-ионов (Cl^-). При оптимизации операционных параметров программированного нагрева электротермической графитовой трубчатой печи атомизатора «Графит-7» варьировали ее температуру (T,^oC) на стадиях пиролиза (озоления) и атомизации, включая в соответствующую программу цикл «предатомизации» в режиме «газ-стоп», т.е. при отключенном обдуве печи защитным газом – аргоном (Ar) марки ос.ч.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Поскольку условия ЭТ ААС определений в значительной степени зависят от конструкционных особенностей атомизирующего устройства, качества графитовой печи и ее пиролитического

покрытия, а также от состава исследуемых растворов, рассматривали влияние температуры на стадии озоления и атомизации, а так же основных компонентов анализируемых вод (Cl^- и SO_4^{-2} - ионов) на величину атомного поглощения Pb и Cd.

Установлено (рис.2), что графитовая «втулка-фильтр» позволяет ~ в 1,5-2,5 раза, по сравнению с платформой Львова, повысить чувствительность определения Pb и Cd. Тем не менее, в данном случае температура печи на стадии озоления не должна превышать 600°С для Pb и 450°С для Cd.

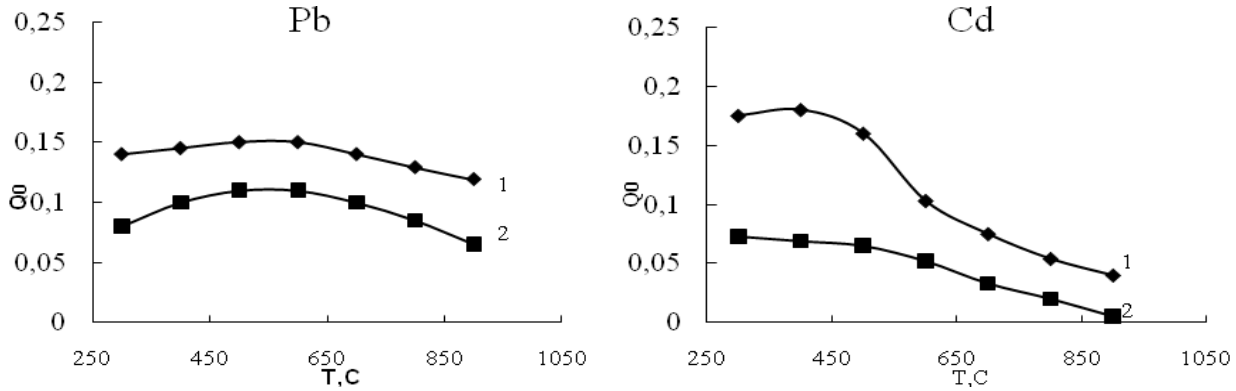

Рис. 2. Влияние температуры печи (T, °C) на стадии озоления на величину атомного поглощения (Q_o) Pb и Cd при их испарении с графитовой «втулки-фильтра» (1) и платформы Львова (2).

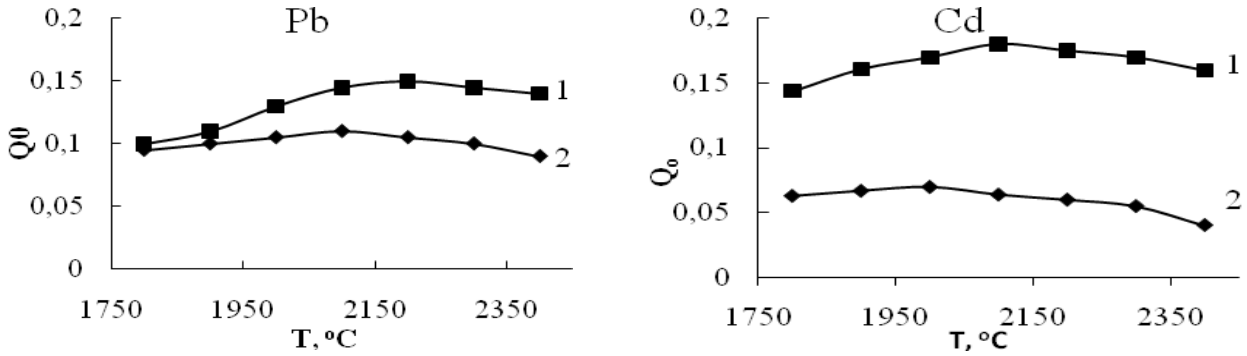

Рис.3. Влияние температуры печи (T°C) на стадии атомизации на величину атомного поглощения (Q_o) Pb и Cd при их испарении с графитовой «втулки-фильтра» (1) и платформы Львова (2).

Одновременно с этим оптимизировали температуру печи на стадии атомизации, которую при работе с графитовой «втулкой-фильтром» можно поднять до 2100-2150°С (рис. 3). В отличие от техники испарения микроколичеств Pb и Cd с платформы Львова, при работе с графитовой «втулкой-фильтром» время их полного испарения, а также амплитуда пиковых значения абсорбционности атомов возрастает. Повышение амплитуды можно объяснить снижением неэффективных потерь Pb и Cd на начальных этапах атомизации вследствии большего, по сравнению с платформой Львова, запаздывания нагрева графитовой «втулки-фильтра» и попаданию паров аналита в изотермичную аналитическую зону. Увеличение времени полного испарения, вероятно, вызвано увеличением времени переноса паров элемента при их диффузии через нагретый пористый графит.

Как известно, использование аналитической практике ЭТ ААС, в т.ч. при определении Pb и Cd, ММ на основе палладия и фосфатов аммония позволяет существенно понизить, а в ряде случаев и устранить различного рода помехи [5]. В связи с этим представлялось интересным исследовать следующие составы: $Pd(NO_3)_2/Mg(NO_3)_2$, $Pd(NO_3)_2/NH_4H_2PO_4$, а также $Pd(NO_3)_2/(NH_4)_2H_2PO_4$ в различных соотношениях: 2:1, 1:1, 1:2 указанных компонентов при испарении аналита с графитовой «втулки-фильтра» и установить ее соответствующие аналитические характеристики.

Установлено, что из перечисленных выше ММ наиболее эффективными являются $NH_4H_2PO_4$ и/или смесь $Pd(NO_3)_2$ с $Mg(NO_3)_2$ с содержанием $Pd(NO_3)_2$ - $2\cdot10^{-5}$ г, $Mg(NO_3)_2$ - $1\cdot10^{-5}$ г и $NH_4H_2PO_4$ - $2\cdot10^{-5}$ г.

Так, испарение Pb с графитовой «втулки-фильтра» в присутствии $Pd(NO_3)_2/Mg(NO_3)_2$ позволяет без заметных потерь элемента поднять температуру печи на стадии озоления до 1000°С, а $NH_4H_2PO_4$ кроме того ~ в 1,3 раза повысить чувствительность его определения (рис.4).

© А.Н. Захария, Р.Н. Колпак, А.А. Полищук, А.Н.Чеботарев

В случае Cd (рис.4) влияние добавок $NH_4H_2PO_4$ или $Pd(NO_3)_2/Mg(NO_3)_2$ на его термическую стабилизацию на стадии озоления незначительно, а температура печи с графитовой «втулкой-фильтром» при этом не должна превышать 500-550°C.

Таким образом, были обоснованы и оптимизированы условия прямого ЭТ ААС определения Pb и Cd с графитовой «втулкой-фильтром» в присутствии ММ (табл.1).

В связи с тем, что объектами анализа служили природные воды разного химического состава и минерализации (табл.2) оценивали влияние их главных ионов (Cl^- и SO_4^{-2}) на результаты ЭТ ААС определений Pb и Cd. Предварительно установлено, что природа катиона соответствующих солей не оказывает существенного влияния на величину их атомного поглощения.

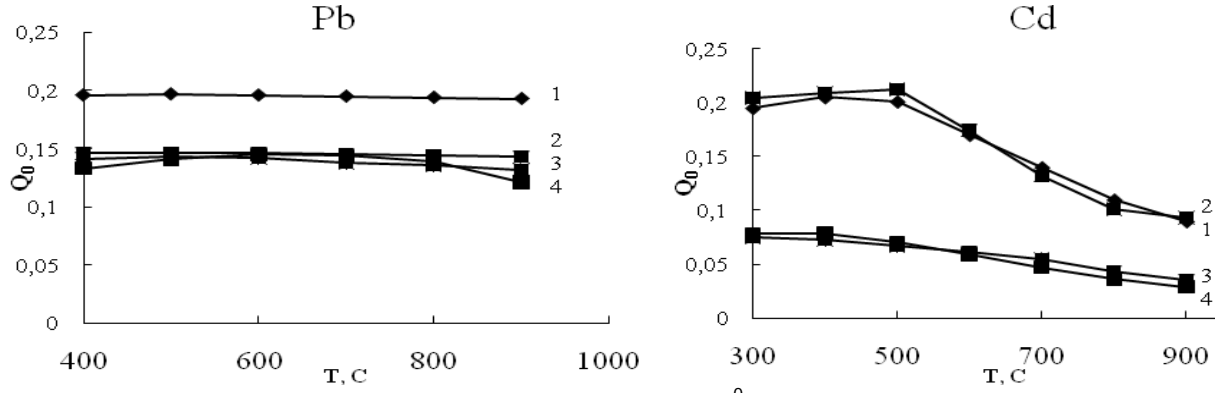

Рис.4. Влияние температуры печи на стадии озоления (T,°C) на величину атомного поглощения (Q_o) Pb и Cd при их испарении с платформы Львова в присутствии $Pd(NO_3)_2/Mg(NO_3)_2$ (3) и $NH_4H_2PO_4$ (4), а также с графитовой «втулки-фильтра» в присутствии $Pd(NO_3)_2/Mg(NO_3)_2$ (2) и $NH_4H_2PO_4$ (1). Температура печи на стадии атомизации – 2100 °C.

Таблица 1. Условия ЭТ ААС определения Pb и Cd с графитовой «втулкой-фильтром» в присутствии ММ

Шаг	Стадия нагрева печи	Температура печи, T^0C		Скорость нагрева, $T^0C \cdot сек^{-1}$	Время, с	Поток Ar, $мл \cdot мин^{-1}$
		Pb	Cd			
1	высушивание	80	80	10	20	200
2	озоление	250	250	20	15	200
3	озоление	1000	550	50	25	200
4	предатомизация	1000	550	-	3	0
5	атомизация	2200	2100	~2000	2-5	0
6	очистка	2400	2400	~2000	2	200

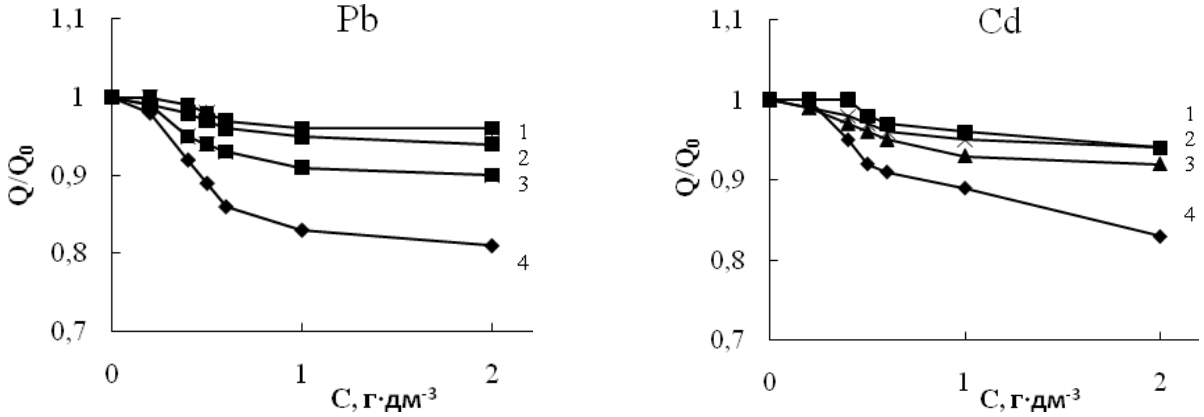

Рис.5. Влияние хлоридов (C, $г \cdot дм^{-3}$) на величину относительного атомного поглощения (Q/Q_o) Pb и Cd при их испарении с платформы Львова в присутствии $Pd(NO_3)_2/Mg(NO_3)_2$ (3) и $NH_4H_2PO_4$ (4), а также с графитовой «втулки-фильтра» в присутствии $Pd(NO_3)_2/Mg(NO_3)_2$ (1) и $NH_4H_2PO_4$ (2).

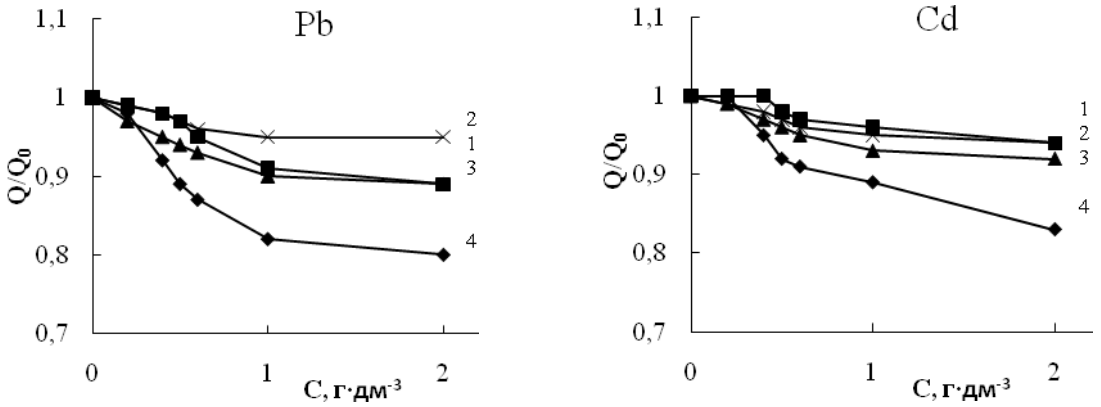

Рис.6. Влияние сульфатов (С, г·дм$^{-3}$) на величину относительного атомного поглощения (Q/Q_o) Pb и Cd при их испарении с платформы Львова в присутствии $Pd(NO_3)_2/Mg(NO_3)_2$ (3) и $NH_4H_2PO_4$ (4), а также с графитовой «втулки-фильтра» в присутствии $Pd(NO_3)_2/Mg(NO_3)_2$ (2) и $NH_4H_2PO_4$ (1).

Таблица 2. Макрокомпонентный химический состав исследуемых вод*)

Название воды	Концентрация вещества (г·дм$^{-3}$)					
	Cl^-	SO_4^{-2}	Mg^{+2}	Ca^{+2}	Na^++K^+	Σ
питьевая	0,040	0,078	0,017	0,062	0,035	0,32
минеральная («Куяльник»)	1,50	0,35	0,815	0,34	1,10	3,64
река Днестр	0,036	0,075	0,019	0,057	0,036	0,34
морская вода (Черное море)	7,56	0,91	0,56	0,41	4,36	14,22

*) данные Центральной химико-биологической лаборатории (ЦХБЛ) ОАО «ИНФОКСВОДОКАНАЛ», УкрНИИ медицинской реабилитации и курортологии Минздрава Украины (г.Одесса) и Института экологии Черного моря (г.Одесса)

Известно [18], что без использования модификаторов матрицы присутствие уже небольших концентраций (>0,5 г·дм$^{-3}$) Cl^- и SO_4^{-2} ионов значительно (более чем в 2 раза) снижает величину атомного поглощения Pb и Cd.

Изучение влияния Cl^- и SO_4^{-2} проводили в оптимизированных выше условиях – температура печи на стадии атомизации - 2100 ^oC, на стадии озоления - 1000^oC для Pb и 550^oC для Cd. Исследования показали (рис.5), что испарение растворов, как с графитовой «втулки-фильтра», так и с платформы Львова в присутствии $NH_4H_2PO_4$ и $Pd(NO_3)_2/Mg(NO_3)_2$ позволяет существенно понизить влияние до 2 г·дм$^{-3}$ Cl^--ионов на величину относительного атомного поглощения (Q/Q_o) Pb и Cd. Тем не менее, в отличие от платформы Львова, использование графитовой «втулки-фильтра» и любого из указанных ММ дает возможность его практически полного устранения.

Депрессирующий эффект SO_4^{-2}- ионов на результаты ЭТ ААС определения изучаемых элементов удалось уменьшить при испарении Pb с графитовой «втулки-фильтра» в присутствии смеси $Pd(NO_3)_2/Mg(NO_3)_2$, а Cd – $NH_4H_2PO_4$ или $Pd(NO_3)_2/Mg(NO_3)_2$ (рис.6).

Установлено, что совместное присутствие в анализируемых растворах до 2,0 г·дм$^{-3}$ Cl^- и SO_4^{-2} – ионов в соотношении 1:1 не оказывает статистически значимого влияния на величину атомного поглощения Pb и Cd в случае их испарения с графитовой «втулки-фильтра» в присутствии указанных ММ.

Следует отметить, что при работе, как с платформой Львова, так и графитовой «втулкой-фильтром» максимально допустимая концентрация Cl^- и SO_4^{-2} – ионов ограничена не только их депрессирующим эффектом на величину абсорбционности атомов Pb и Cd (рис.5;6), но и значительным некомпенсируемым несе-

© А.Н. Захария, Р.Н. Колпак, А.А. Полищук, А.Н.Чеботарев

лективным поглощением света и вследствие этого ухудшением сходимости результатов ее измерений (рис.7).

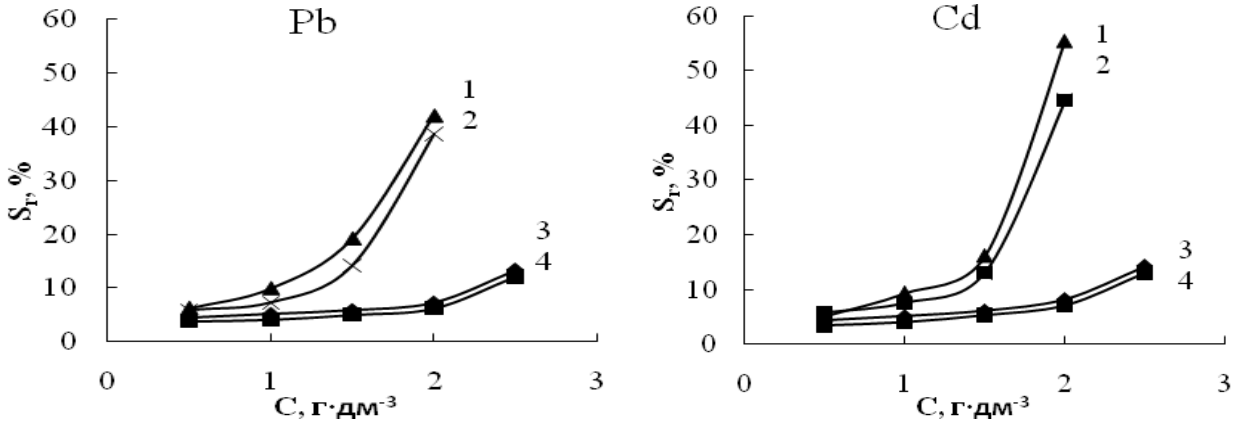

Рис.7. Зависимость величины относительного стандартного отклонения (S_r,%) результатов измерений абсорбционности (Q_o) атомов Pb и Cd от концентрации (г·дм$^{-3}$) Cl^- - (1;3) и SO_4^{-2} – ионов (2;4) при испарении элементов с платформы Львова (1;2) и графитовой «втулки-фильтра» (3;4) в присутствии ММ.

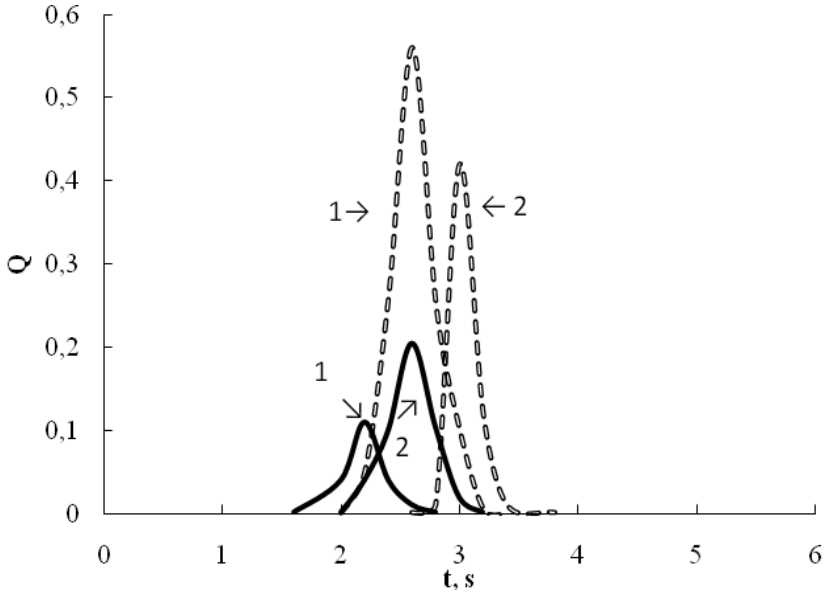

Рис.8. Профили атомного (сплошная линия) и неселективного (прерывистая линия) поглощения $2 \cdot 10^{-10}$ г Pb при его испарении из образца разбавленной (1:3) морской воды с платформы Львова (1) и графитовой «втулки-фильтра» (2) в присутствии ММ - $Pd(NO_3)_2/Mg(NO_3)_2$.

Применение графитовой «втулки-фильтра» и указанных выше ММ позволило отделить регистрируемое атомное поглощение Pb от неселективного поглощения света, вызванного присутствием в морской воде большого количества различных солей, а также уменьшить, по сравнению с техникой испарения с платформы Львова, его величину (рис.8). Для устранения систематических погрешностей, обусловленных неполным разделением профилей атомного и неселективного поглощения, учитывали т.н. «холостой сигнал», которому соответствовало регистрируемое интегральное значение абсорбционности атомов Pb при атомизации модельного раствора морской воды. Авторы работ [15-17] полагают, что эффект разделения пиков и уменьшение неселективного сигнала обусловлен различной скоростью диффузии атомных и молекулярных паров через нагретый пористый графит втулки, что, как указано в них, может быть также связано с образованием соединений включения щелочных и щелочноземельных металлов с графитом.

Были установлены соответствующие аналитические характеристики прямого ЭТ ААС определения Pb и Cd с графитовой «втулкой-фильтром» в присутствии ММ (табл.3). При этом пределы обнаружения и определения элементов по предлагаемой методике оценивали согласно требованиям руководства [19] по критериям 3σ и 10σ, соответственно, при n =10.

Таблица 3.Аналитические характеристики ЭТ ААС определения Pb и Cd с графитовой «втулкой-фильтром» и платформой Львова в присутствии ММ

Аналитическая характеристика	**ЭТ (испарение с платформы Львова)**		**ЭТ (испарение с графитовой втулки-фильтра)**	
	Pb	Cd	Pb	Cd
Характеристическая концен-трация элемента*, мкг·дм$^{-3}$	0,09	0,04	0,06	0,0015
Предел обнаружения, мкг·дм$^{-3}$	1,1	0,06	0,5	0,02
Предел определения, мкг·дм$^{-3}$	3	0,15	1,5	0,05
Сходимость, %	3,4	3,1	3,6	3,0
Допустимая концентрация хлоридов, г·дм$^{-3}$ -	1,5	1,5	2,5	2,5
Допустимая концентрация сульфатов, г·дм$^{-3}$	1,5	1,5	2,5	2,5

характеристическая концентрация – концентрация элемента соответ-ствующая 0,00434 единиц асборбционности его атомов;

Таблица 4.Результаты ЭТ ААС определения Pb и Cd в различных природных водах с помощью графитовой «втулки-фильтра» (n=3; P=0.95)

Определяемый элемент	Анализируемая вода *)	Найденное содержание элемента ($C_{ср} \pm \Delta c$) мкг·дм$^{-3}$			
		ЭТ ААС с графитовой «втулкой-фильтром»	S_{r1}	ЭТ ААС с платформой Львова[20]	S_{r2}
Pb Cd	питьевая*)	1,9 ± 0,2 0,21 ± 0,03	0,05 0,06	2,2 ± 0,3 0,18 ± 0,03	0,05 0,07
Pb Cd	речная*) (р.Днестр)	2,1 ± 0,3 0,22 ± 0,04	0,06 0,07	1,8 ± 0,3 0,21 ± 0,02	0,07 0,04
Pb Cd	минеральная*) («Куяльник»)	2,0 ± 0,4 0,19 ± 0,04	0,08 0,09	1,6 ± 0,4 0,23 ± 0,05	0,09 0,10
Pb	морская*)	9,2 ± 2,3	0,10	11,8 ± 4,6	0,16

*Примечание: *) сравнивали результаты анализа вод, содержащих ≤ 0,01 мкг·дм$^{-3}$ элементов, в которые вводили 2 мкг·дм$^{-3}$ Pb и 0,2 мкг·дм$^{-3}$ Cd (для морской – 10 мкг·дм$^{-3}$ Pb); n – общее число выполняемых определений; P – уровень доверительной вероятности.*

Результаты полученных исследований использовали при анализе различных природных вод (табл.4). При этом, в отличие от морской воды, предварительно разбавленной в 3-5 раз бидистиллированной водой, воды умеренной минерализации (Σ ≤ 2 г·дм$^{-3}$) не подвергали предварительной пробоподготовке, а непосредственно вводили в атомизатор.

Необходимость разбавления вод повышенной минерализации (Σ > 2 г·дм$^{-3}$) при прямом ЭТ ААС определении Pb обусловлена значительным неселективным поглощением света, которое в данной работе не удалось устранить или существенно понизить, испаряя растворы с платформы Львова или «втулки-фильтра» в присутствии ММ.

Использование графитовой «втулки-фильтра» и ММ не позволяет выполнять прямое ЭТ ААС определение Cd в природных водах повышенной минерализации (Σ > 2 мг·дм$^{-3}$) без их разбавления, что, как и в предыдущем случае, также обусловлено невозможностью существенного понижения неселективного поглощения света.

Результаты выполненных исследований положены в основу достаточно простой, быстрой (5-7 мин) и чувствительной методики прямого ЭТ ААС определения Pb и Cd в различных природных водах, в том числе в загрязненной морской воде, а его точность проверена в соответствии с основными правилами математической статистики при обработке результатов химического анализа (Табл.4). Полученные данные использовали при оценке экологической обстановки водного бассейна и качества питьевой воды в южном регионе Украины.В приведенных выше условиях время жизни графитовой «втулки-фильтра» составляет 300-350 элементоопределений.

© А.Н. Захария, Р.Н. Колпак, А.А. Полищук, А.Н.Чеботарев

ВЫВОДЫ

Исследованы основные особенности ЭТ ААС определения Pb и Cd в природных водах различной минерализации с помощью атомизатора графитовая «втулка-фильтр» в присутствии в качестве ММ смеси (2:1) $Pd(NO_3)_2/Mg(NO_3)_2$ и $NH_4H_2PO_4$.

Показано, что указанные ММ и испарение растворов с графитовой «втулки-фильтра» позволяют поднять температуру печи на стадии озоления до 550°С для Cd и 1000°С - Pb, а также ~ в 1,5-2,5 раза, по сравнению с техникой испарения с платформы Львова, повысить чувствительность их ЭТ ААС определения. Различия в скорости диффузии микроколичеств Pb и Cd и макрокомпонентов анализируемых вод через графитовую втулку способствует существенному понижению неселективного света, а также практически полностью устраняет депрессирующий эффект до 2,0 г·дм$^{-3}$ Cl^- и SO_4^{-2} – ионов на величину атомного поглощения Pb и Cd.

Установлено, что графитовая «втулка-фильтр» обладает лучшими, по сравнению с платформой Львова, аналитическими и метрологическими характеристиками при ЭТ ААС определения Pb и Cd, а простота изготовления и эксплуатации дают основание надеяться на ее внедрение в широкую аналитическую практику химических лабораторий. При этом следует отметить, что отсутствие должного объяснения процессов, происходящих в атомизаторах некоммерческих типов сдерживает развитие последних.

Разработана методика прямого ЭТ ААС определения ≥ 0,002 мг·дм$^{-3}$ Pb и 0,0001 мг·дм$^{-3}$ Cd в водах умеренной минерализации (Σ≤ 1,5 г·дм$^{-3}$), а также ≥ 0,01 мг·дм$^{-3}$ Pb в загрязненной морской воде с помощью графитовой «втулки-фильтра» в присутствии $NH_4H_2PO_4$ и смеси $Pd(NO_3)_2$ и $Mg(NO_3)_2$ в качестве ММ. В любом случае величина относительного стандартного отклонения (S_r) не превышает 10% отн.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Золотов Ю.А., Кузьмин И.М*. Концентрирование микроэлементов. - М.:Химия,1982-288с.

2. *Мицуике А.* Методы концентрирования микроэлементов в неорганическом анализе. - М.: Химия, 1986. - 152 с.

3. *Ediger R.D.* //At. Absorpt. Newslett.,14. – 1975. - P.127.

4. *Tsalev D., Slaveykova V.I., Mandjukov P.B.* // Spectrochim. Acta Rev. - 13. - 1990. - P. 225-274.

5. *Schlemmer G. and B. Welz.* //Spectrochim. Acta, Part B. – 41. – 1986. - P. 1157.

6. *De Loos-Vollebregt M. T .C., De Galan L.* // Spectrochim Acta.-Vol.43B.– 1988. - P. 1147-1156.

7. *Львов Б.В., Пелиева Л.А., Шарнопольский А.И.* // Журнал прикладной спектроскопии. – 27. – 1977. – С. 395.

8. *Slavin W., Manning D.C., Carnrick G.R.* // At.Spectrosc. – 2. – 1981. - P. 137.

9. *Slavin W., Carnrick G.R., Manning D.C., Pruszkowska E.* // At. Spectrosc. – 4. – 1983. - P. 69-86.

10. EPA Method 200.9 Determination of Trace Elements by Stabilized Temperature Graphite Furnace AtomicAbsorption.

11. *Кацков Д.А., Кругликова Л.П., Львов Б.В., Ползик Л.К*. // Журнал прикладной спектроскопии. – 20. – 1974. – С.739.

12. *Кацков Д.А., Кругликова Л.П., Львов Б.В.* // ЖАХ. – 30. – 1975. – С.238.

13. *Кацков Д.А., Бурцева И.Г., Гринштейн И.Л.*// Журнал прикладной спектроскопии. – 31. – 1979. – С.573.

14. *Watling, R.J.* //Analytica Chimica Acta. – 94. – 1977. – 181.

15. *Katskov D.A., McGrindle R.I., Shwarzer R., Marais P.J.J.G.* // Spectrochimica Acta. - Part B 50. – 1995. - P. 1543-1555.

16. *Katskov D.A., Shwarzer R., Marais P.J.J.G., McGrindle R.I.* // Spectrochimica Acta. - Part B 50. – 1995. - P. 763-780.

17. *Katskov D.A., Schwarzer R., Marais J.J.G.P., McGrindle I.R.* // Journ. of Analyt. At. Spectrometry. - vol. 9. – 1994. - P. 431-436.

18. CITAC/EURACHEM Guide. Guide to Quality in Analytical Chemistry: An Aid to Accreditation. Edition 2002.

19. *L'vov B. V.* // Spectrochimica Acta. - Part B 33. – 1978. – P. 153.

20. *ISO 15586 - Water quality* – Determination of trace elements using atomic absorption spectrometry with graphite furnace.