

УДК 543.4

ПРИМЕНЕНИЕ ИОНИЗАЦИОННЫХ БУФЕРОВ ДЛЯ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ СТРОНЦИЯ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ПЛАМЕННОЙ АТОМИЗАЦИИ

Бежин Н.А.¹, Довгий И.И.¹, Ляпунов А.Ю.²

*¹Севастопольский национальный университет ядерной энергии и промышленности,
Севастополь, Украина*

*²Физико-химический институт им. А.В. Богатского НАН Украины, Одесса, Украина
E-mail: nickbezhin@yandex.ru*

Рассмотрены возможности атомно-абсорбционного способа определения стронция в пламени «ацетилен – воздух» и «ацетилен – закись азота», а также влияние на чувствительность обнаружения стронция различных ионизационных буферов.

Ключевые слова: атомно-абсорбционная спектроскопия, пламенная атомизация, ионизационные буферы, стронций.

ВВЕДЕНИЕ

Стронций является высокотоксичным металлом [1], в связи с этим актуальна разработка методов определения микроколичеств этого металла. Чувствительность определения стронция в пламенах «ацетилен-воздух» и «ацетилен-закись азота» мала, поэтому актуальным является поиск путей увеличения чувствительности. В специальной литературе [2] имеются указания на использование для этих целей ионизационных буферов – растворов хлоридов калия, лития, цезия и лантана, однако не обсуждаются преимущества использования того или иного соединения, а также влияния его концентрации. Решению этого вопроса посвящена данная статья.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

Для приготовления всех типов растворов использовался бидистиллят полученный в стеклянном бидистилляторе (тип БС). Для приготовления стандартных растворов стронция использовались стандартные образцы состава растворов МСО 0148:2000.

Концентрация соответствующего хлорида в градуировочном растворе создавалась путем введения рассчитанного объема более концентрированного 1%-ного раствора на стадии приготовления градуировочного раствора.

Все эксперименты по атомно-абсорбционному определению стронция проводились на атомно-абсорбционном спектрометре Сатурн-4 ЭПАВ с комплексом пламенной атомизации в пламенах «ацетилен – воздух» и «ацетилен –

закись азота». Использовалась спектральная лампа с полым катодом на элемент стронций тип ЛТ-6.

Использовались следующие параметры настройки оптического блока:

– номер рабочей дифракционной решетки – 1 (спектральный диапазон 0–850 нм);

– рабочая длина волны – 460,7 нм;

– ширина щели монохроматора – 0,5 мм;

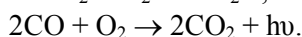
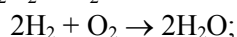
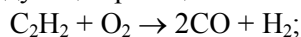
– ток лампы 10 мА.

Значение оптической плотности нулевого раствора автоматически вычитается из результата измерения. Математическая обработка проводилась с использованием программного обеспечения Сатурн-4 ЭПАВ, а также Microsoft Office Excel 2003.

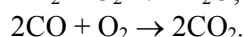
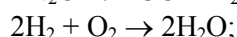
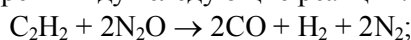
РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

В пламенах различного типа атомизация достигается нагреванием пробы до 2000–3000 °С. В этом температурном интервале более 90% атомов находятся в невозбужденном состоянии. В атомной спектроскопии используют пламена горючих газов в смеси с окислителями. В отличие от метода эмиссионной фотометрии пламени горелка имеет длину 5–10 см для увеличения длины поглощающего слоя. В этом случае получают ламинарное пламя. Устройство горелки и распылительной камеры предотвращает блокировку щели горелки солями при их высокой концентрации. Как и в эмиссионной пламенной фотометрии, проба распыляется с помощью пневматического распылителя в камеру, смешивается с горючим газом и окислителем, и это гомогенная смесь подается в горелку. Скорость засасывания раствора пробы обычно составляет 3–5 мл/мин [2].

При использовании пламени «ацетилен – воздух» ацетилен является горючим газом, а кислород воздуха – окислителем. Температура такого пламени достигает 2300 °С. В зоне горения идут следующие реакции:



При использовании пламени «ацетилен – закись азота» ацетилен является горючим газом, а закись азота – окислителем. Температура такого пламени достигает 2950 °С. В зоне горения идут следующие реакции:



В результате экспериментов были получены следующие данные, приведенные в Табл. 1 и на Рис. 1. Также на рисунках приведены аппроксимирующие линейные зависимости со свободным членом ($A = k \cdot c + b$) и без него ($A = k \cdot c$).

Из приведенных результатов видно, что наибольшая чувствительность достигается в пламени «ацетилен – закись азота».

Для достижения максимальной чувствительности и правильности анализа необходимо, чтобы степень ионизации определяемого элемента была минимальна и

постоянна как в анализируемых пробах, так и в стандартных растворах. Ионизацию можно подавить добавлением в анализируемые и стандартные растворы ионизационного буфера. Для этой цели используют хлориды калия, цезия, лития и лантана.

Таблица 1
Значения оптической плотности стронция в различных видах пламени

Вид пламени	Тип раствора	Концентрация, мг/л	Оптическая плотность, Б
ацетилен – воздух	Нулевой	0	0,003
	Градуировочный 1	0,5	0,014
	Градуировочный 2	1	0,033
	Градуировочный 3	1,5	0,05
ацетилен – закись азота	Нулевой	0	0,002
	Градуировочный 1	0,5	0,019
	Градуировочный 2	1	0,041
	Градуировочный 3	1,5	0,061

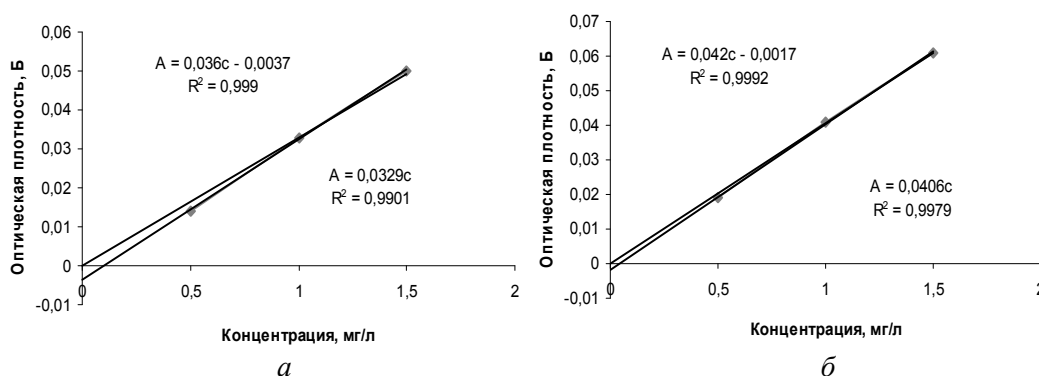


Рис. 1. График зависимости оптической плотности от концентрации стронция в пламени: *a* – «ацетилен – воздух»; *б* – «ацетилен – закись азота»

Верхний порог концентрации ионизационных буферов определяется требованиями руководства по эксплуатации комплекса Сатурн-4ЭПАВ п. 1.1.1.5. пп. б): массовая доля солей в жидкой пробе при пламенной атомизации не более 1 г/л (0,1%).

Результаты эксперимента по использованию в качестве ионизационного буфера хлорида калия с различной концентрацией (0,01–0,1%) для повышения чувствительности пламени «ацетилен – закись азота» приведены в табл. 2 и на рис. 2.

Из приведенных результатов видно, что наибольшая чувствительность достигается при использовании хлорида калия с максимальной допустимой концентрацией 0,1%.

Таблица 2
Значения оптической плотности стронция при использовании хлорида калия с различной концентрацией

Концентрация хлорида калия, %	Тип раствора	Концентрация, мг/л	Оптическая плотность, Б
0,01	Нулевой	0	0,004
	Градуировочный 1	0,5	0,043
	Градуировочный 2	1	0,075
	Градуировочный 3	1,5	0,112
0,05	Нулевой	0	0,004
	Градуировочный 1	0,5	0,047
Концентрация хлорида калия, %	Тип раствора	Концентрация, мг/л	Оптическая плотность, Б
0,05	Градуировочный 2	1	0,094
	Градуировочный 3	1,5	0,134
0,1	Нулевой	0	0,001
	Градуировочный 1	0,5	0,047
	Градуировочный 2	1	0,1
	Градуировочный 3	1,5	0,143

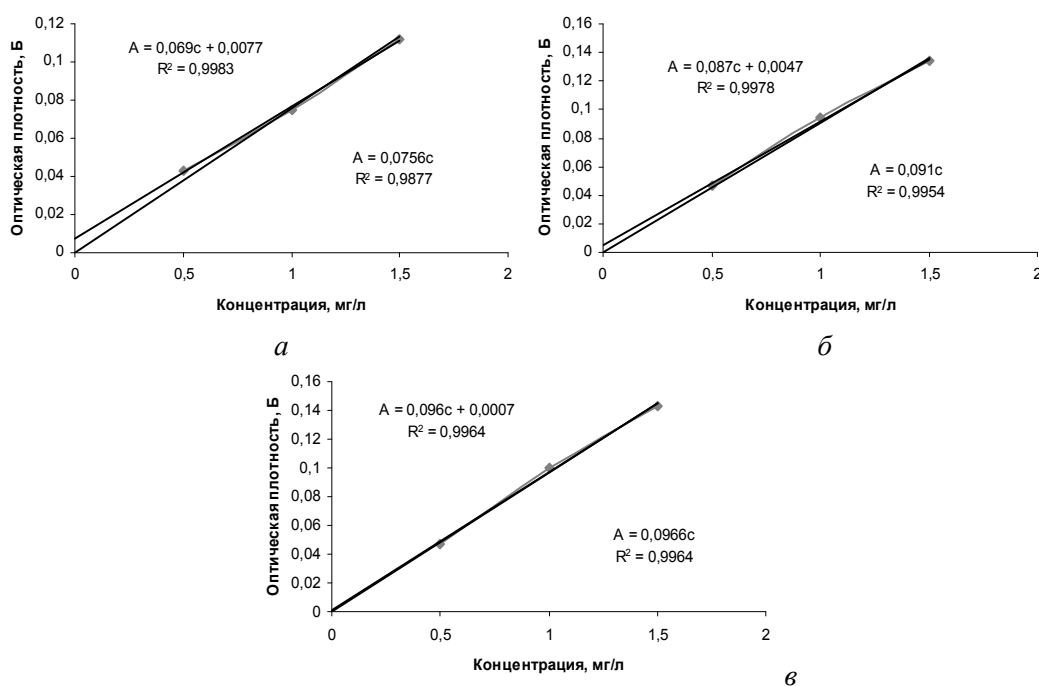


Рис. 2. График зависимости оптической плотности от концентрации стронция в пламене «ацетилен – закись азота» при использовании хлорида калия с концентрацией: а – 0,01%, б – 0,05%; в – 0,1%.

Таблица 3

Значения оптической плотности стронция при использовании различных ионизационных буферов

Ионизационный буфер	Тип раствора	Концентрация, мг/л	Оптическая плотность, Б
Хлорид лития	Нулевой	0	0,003
	Градуировочный 1	0,5	0,041
	Градуировочный 2	1	0,08
	Градуировочный 3	1,5	0,129
Хлорид цезия	Нулевой	0	0,005
	Градуировочный 1	0,5	0,027
	Градуировочный 2	1	0,053
	Градуировочный 3	1,5	0,083
Хлорид лантана	Нулевой	0	0,006
	Градуировочный 1	0,5	0,026
	Градуировочный 2	1	0,05
	Градуировочный 3	1,5	0,079

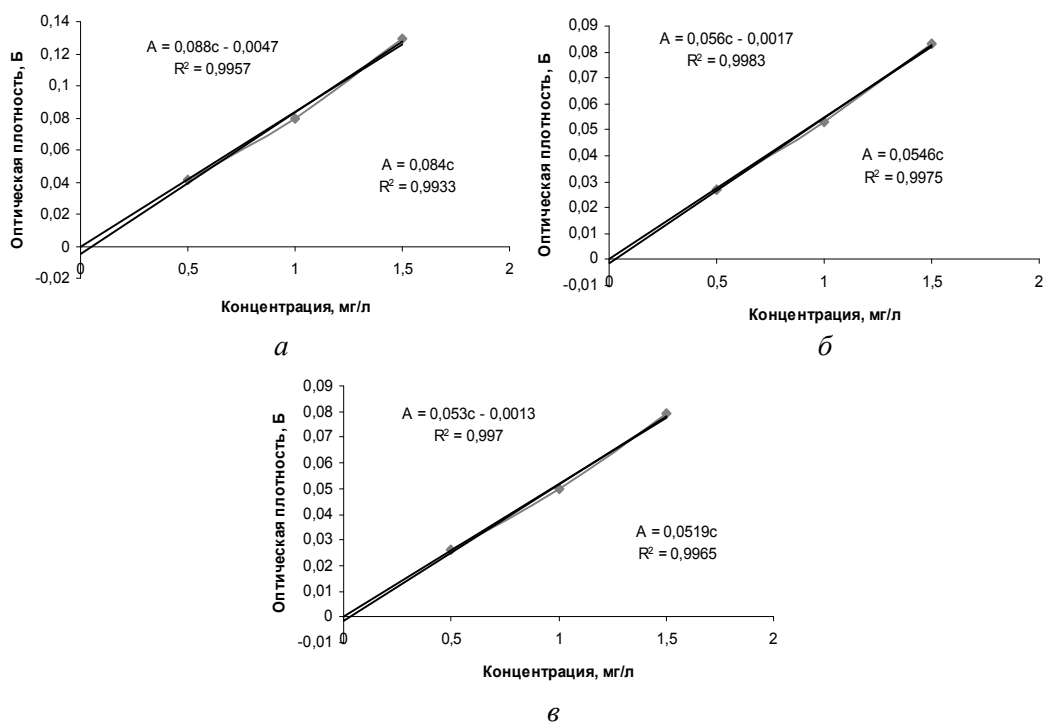


Рис. 3. График зависимости оптической плотности от концентрации стронция в пламене «ацетилен – закись азота» при использовании: а – 0,1% хлорида лития; б – 0,1% хлорида цезия; в – 0,1% хлорида лантана.

В работе была исследована возможность использования в качестве ионизационных буферов хлорида лития, хлорида цезия и хлорида лантана с концентрацией 0,1% каждый. Результаты эксперимента представлены в Табл. 3 и на Рис. 3.

Использование в качестве ионизационного буфера хлорида лития повышает чувствительность определения стронция в меньшей мере, чем использования хлорида калия. Поэтому хлорид калия является лучшим ионизационным буфером при определении стронция.

Также была рассмотрена возможность использования ионизационного буфера в пламене «ацетилен – воздух». В качестве буфера применялся хлорид калия, т.к. в пламене «ацетилен – закись азота» он показал лучшие результаты. Полученные данные приведены в Табл. 4 и на Рис. 4.

Таблица 4

Значения оптической плотности стронция при использовании хлорида калия с различной концентрацией

Концентрация хлорида калия, %	Тип раствора	Концентрация, мг/л	Оптическая плотность, Б
0,01	Нулевой	0	0,002
	Градуировочный 1	0,5	0,019
	Градуировочный 2	1	0,037
	Градуировочный 3	1,5	0,056
0,1	Нулевой	0	0,003
	Градуировочный 1	0,5	0,017
	Градуировочный 2	1	0,036
	Градуировочный 3	1,5	0,048

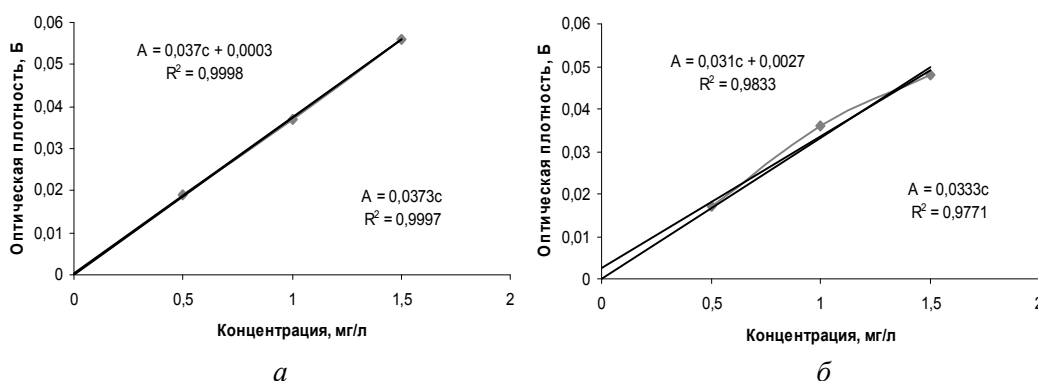


Рис. 4. График зависимости оптической плотности от концентрации стронция в пламене «ацетилен – воздух» при использовании хлорида калия с концентрацией: *a* – 0,01%, *б* – 0,1%.

Сравнивая результаты представленные на Рис. 4 и на Рис. 1а видно, что добавка ионизационного буфера при использовании пламени «ацетилен – воздух» не повышает чувствительность определения стронция.

ВЫВОД

В работе разработана методика определения стронция атомно-адсорбционным методом с использованием пламенного атомизатора. Показано, что оптимальным пламенем для проведения процесса атомизации является пламя «ацетилен – закись азота» с температурой атомизации 2950 °С. Также, рекомендуется определять стронций с использованием 0,1% раствора хлорида калия в качестве ионизационного буфера для увеличения чувствительности.

Полученные результаты позволяет облегчить работу химика-аналитика и не тратить время на установление оптимальных параметров режима измерений атомно-адсорбционного спектрофотометра с целью получения лучших результатов измерений.

Список литературы

1. Полуэктов Н.С. Аналитическая химия стронция / Н.С. Полуэктов [и др.]. – М.: Наука, 1978. – 223 с.
2. Алемасова А.С. Аналитическая атомно-адсорбционная спектроскопия: уч. пособие / Алемасова А.С., Рокун А.Н., Шевчук И.А. – Донецк: ДНУ, 2003. – 327 с.
3. Комплекс Сатурн-4. Руководство по эксплуатации. 5Г1.370.013РЭ. – Северодонецк: НПП «Антекс-автоматика». – 109 с.

Бежин М.О. Застосування іонізаційних буферів для визначення атомної абсорбції стронцію з використанням полум'яної атомізації / М.О. Бежин, І.І. Довгий, О.Ю. Ляпунов // Вчені записки Таврійського національного університету ім. В.І. Вернадського. Серія „Біологія, хімія”. – 2012. – Т. 25 (64), № 1. – С. 277-283.

Розглянуті можливості способу атомно-адсорбційного визначення стронцію в полум'ї «ацетилен – повітря» і «ацетилен – закис азоту» з дослідженням впливу на чутливість виявлення стронцію різних іонізаційних буферів.

Ключові слова: спектроскопія атомної абсорбції, полум'яна атомізація, іонізаційні буфери, стронцій.

Bezhin N.A. Application of ionization buffers for atomic-absorbing determination of strontium with the use of flaming atomization / N.A. Bezhin, I.I. Dovguy, A.Y. Lyapunov // Scientific Notes of Taurida V.Vernadsky National University. – Series: Biology, chemistry. – 2012. – Vol. 25 (64), No. 1. – P. 277-283.

The possibilities of atomic-absorption method for determining of strontium in flames «acetylene – air» and «acetylene – nitrous oxide» with the study of the influence on the sensitivity of finding out strontium of different ionization buffers.

Keywords: atomic-absorbing spectroscopy, flaming atomization, ionization buffers, strontium.

Поступила в редакцію 22.01.2012 г.