

УДК 543.4

ОСОБЕННОСТИ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОБАЛЬТА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ПЛАМЕННОЙ И ЭЛЕКТРОТЕРМИЧЕСКОЙ АТОМИЗАЦИИ

Маник В.С.¹, Довгий И.И.², Ляпунов А.Ю.³

¹Государственное учреждение «Севастопольская городская санитарно-эпидемиологическая станция», Севастополь, Украина

²Севастопольский национальный университет ядерной энергии и промышленности, Севастополь, Украина

³Физико-химический институт им. А.В. Богатского НАН Украины, Одесса, Украина
E-mail: dovgy@ukr.net

Изучены особенности атомно-абсорбционного определения кобальта с использованием пламенной и электротермической атомизации, а именно, особенности аппаратной настройки и метрологические аспекты анализа.

Ключевые слова: атомно-абсорбционная спектроскопия, пламенная и электротермическая атомизация, кобальт.

ВВЕДЕНИЕ

Интерес к определению микроколичеств кобальта на уровне миллионных (ppm, мг/л) и миллиардных долей (ppb, мкг/л) обусловлен широким применением кобальта и его соединений. Общеизвестно использование кобальта в качестве легирующего компонента специальных сплавов, многие соединения кобальта обладают каталитической активностью, радиоактивные изотопы широко применяются в медицине, кобальт влияет на обмен веществ и активность ферментов [1].

Поэтому актуальным является изучение условий и особенностей атомно-абсорбционного определения кобальта.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

Для приготовления всех типов растворов использовался бидистиллят полученный в стеклянном бидистилляторе (тип БС). Для приготовления стандартных растворов кобальта использовались стандартные образцы состава раствора ионов кобальта ДСЗУ 022.78-98.

Все эксперименты по атомно-абсорбционному определению кобальта проводились на атомно-абсорбционном спектрометре Сатурн-4 ЭПАВ с комплексом пламенной атомизации в пламени «ацетилен-воздух» и комплексом «ГРАФИТ-5М.02». Использовалась спектральная лампа с полым катодом на элемент кобальт тип ЛТ-2.

Использовались следующие параметры настройки оптического блока при проведении пламенной атомизации:

- номер рабочей дифракционной решетки – 1 (спектральный диапазон 190-850 нм);
- рабочая длина волны – 240,7 нм;
- ширина щели монохроматора – 0,2 мм;
- ток лампы 19 мА;

электротермической атомизации:

- номер рабочей дифракционной решетки – 2 (спектральный диапазон 190-450 нм);
- рабочая длина волны – 240,7 нм;
- ширина щели монохроматора – 0,2 мм;
- ток лампы 18 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

Основной сложностью при анализе кобальта являются спектральные помехи. Основная аналитическая линия кобальта 240,7 нм находится близко с неабсорбционной линией при 241,0 нм. Вид спектра, полученный при сканировании в диапазоне 238-243 нм, представлен на рис. 1.

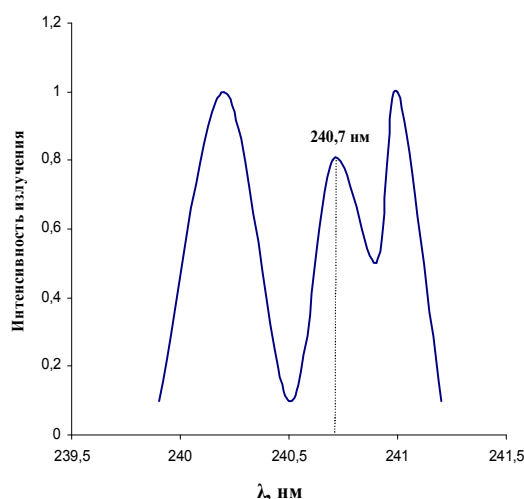


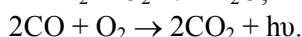
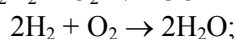
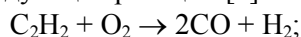
Рис. 1. Зависимость интенсивности излучения от длины волны при сканировании спектра лампы с полым катодом ЛТ-2.

Если близко к аналитической линии определяемого элемента расположены линии или полосы излучения сопутствующих элементов, то результаты анализа будут занижаться в зависимости от концентрации сопутствующих элементов [2]. Такой эффект наблюдается при регистрации аналитического сигнала кобальта по линии 240,7 нм с широкой щелью, так как при этом не отделяется излучение нерезонансной

линии кобальта 241,0 нм. Расширение щели повышает воспроизводимость аналитического сигнала, но одновременно снижается коэффициент чувствительности. Поэтому для устранения этой спектральной помехи рекомендуется использовать узкую щель монохроматора для выделения резонансной линии кобальта 240,7 нм.

В окислительном воздушно-ацетиленовом пламени кобальт отличается хорошей селективностью [3]. 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 составляет 3–5 мл/мин.

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 [2]:



В методике [4] указан оптимальный диапазон концентраций кобальта при прямом определении в пламя – 0,5–5 мг/л. Нами был выбран более широкий диапазон концентраций кобальта согласно [5]. В результате экспериментов были получены следующие данные, приведенные в Табл. 1 и на Рис. 2.

Таблица 1
Значения оптической плотности кобальта в пламени «ацетилен-воздух»

Тип раствора	Концентрация, мг/л	Оптическая плотность, Б
Нулевой	0	0,005
Градуировочный 1	1,0	0,019
Градуировочный 2	2,0	0,034
Градуировочный 3	5,0	0,076
Градуировочный 4	10,0	0,135

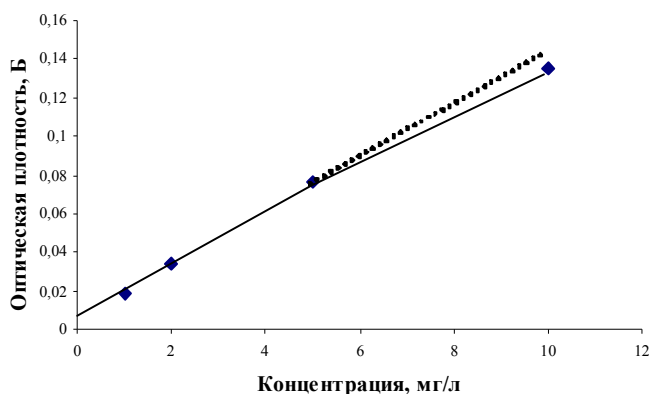


Рис. 2. График зависимости оптической плотности от концентрации кобальта в пламени «ацетилен–воздух».

Статистическая обработка данных в интервале до 10 мг/л дает следующие уравнения градуировочной зависимости:

$$A = 0,0128c + 0,0082 \text{ с величиной достоверности аппроксимации } R^2 = 0,9976;$$

$$A = 0,014c, R^2 = 0,9849;$$

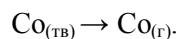
в интервале до 5 мг/л:

$$A = 0,0142c + 0,0052, R^2 = 0,9998;$$

$$A = 0,0156c, R^2 = 0,9666.$$

Отсюда видно, что градуировочная зависимость лучше описывается уравнением со свободным членом, а также, что с увеличением концентрации наблюдается отклонение от линейной зависимости в сторону уменьшения оптической плотности.

Электротермическая атомизация, значительно уменьшает физические и химические ограничения, связанные с процессом пламенной атомизации. В отличие от атомизации в пламени весь дозируемый в графитовый атомизатор объем раствора образца участвует в формировании аналитического сигнала и, следовательно, потери фактически исключаются. Общий эффект от приведенных выше факторов состоит в значительном увеличении чувствительности при использовании электротермической атомизации. Кобальт относится к группе испаряющихся металлов. Атомизация кобальта протекает по следующей реакции [2]:



Температура процесса атомизации является важнейшим параметром при выполнении атомно-абсорбционного анализа. Данный параметр выбирается индивидуально для каждой графитовой печи и различных типов приборов. Для кобальта она составляет 2600 °С [3], при этом значении была получена достаточно высокая чувствительность и значение оптической плотности нулевого раствора не превысило рекомендуемое 0,02 Б [5].

Температурно-временная программа нагрева атомизатора представлена в табл. 2.

Таблица 2

Температурные режимы атомизатора

Температура, °С	Стадия	Вид нагрева	Время нагрева, с	Газ, л/ч
80	Сушка	Быстрый	15	20
100	Сушка	Пропорциональный	25	20
750	Озоление	Пропорциональный	10	20
750	Озоление	Быстрый	3	0
2600	Атомизация	Быстрый	5	0
40	Охлаждение	Быстрый	5	20

В Табл. 3 представлены значения оптической плотности кобальта при 2600 °С. На Рис. 3 приведена аппроксимирующая линейная зависимость со свободным членом и без него ($A = 0,0103c, R^2 = 0,9908; A = 0,0095c + 0,023, R^2 = 0,9992$).

Таблица 3

Значения оптической плотности кобальта при 2600 °С

Тип раствора	Концентрация, мкг/л	Оптическая плотность, Б
Нулевой	0	0,017
Градуировочный 1	10,0	0,115
Градуировочный 2	20,0	0,218
Градуировочный 3	40,0	0,402

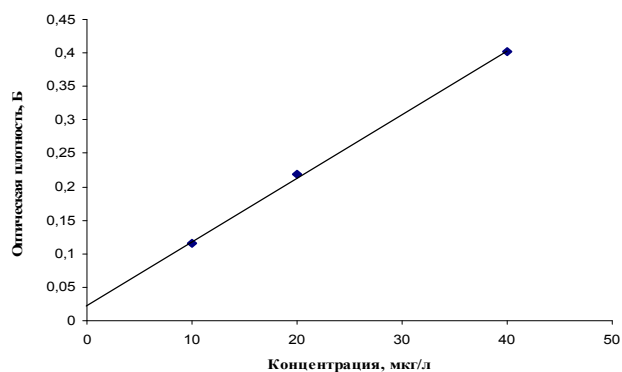


Рис. 3. График зависимости оптической плотности от концентрации кобальта.

ВЫВОД

В работе определены оптимальные параметры аппаратной настройки для определения концентрации кобальта атомно-абсорбционным методом с использованием пламенной и электротермической атомизации.

Установлено, что основными источниками помех при атомно-абсорбционном определении кобальта являются спектральные помехи, для устранения которых рекомендуется использовать узкую щель монохроматора.

Показана линейность градуировочного графика в пламени «ацетилен-воздух» для кобальта до 10 мг/л.

Составлена температурно-временная программа нагрева атомизатора для определения кобальта с электротермической атомизацией и построен градуировочный график в диапазоне оптимальных концентраций кобальта.

Полученные результаты позволяют избежать ошибок при атомно-абсорбционном определении кобальта.

Список литературы

1. Пятницкий И.В. Аналитическая химия кобальта / Пятницкий И.В. – М.: Наука, 1965. – 261 с.
2. Алемасова А.С. Аналитическая атомно-абсорбционная спектроскопия: уч. пособие / Алемасова А.С., Рокун А.Н., Шевчук И.А. – Донецк: ДНУ, 2003. – 327 с.
3. Хавезов И. Атомно-абсорбционный анализ / И. Хавезов, Д. Цалев – Ленинград: Химия, 1983. – 85 с.

4. Унифицированные методы исследования качества вод. – 4-е изд. – М.: 1983. – Т. 2. Методы атомно-абсорбционной спектрофотометрии. – 127 с.
5. Комплекс Сатурн-4. Руководство по эксплуатации. 5Г1.370.013РЭ. – Северодонецк: НПП «Антекс-автоматика». – 109 с.

Манік В.С. Особливості атомно-абсорбційного визначення кобальту з використанням полум'яної і електротермічної атомізації / В.С. Манік, І.І. Довгий, О.Ю. Ляпунов // Вчені записки Таврійського національного університету ім. В.І. Вернадського. Серія „Біологія, хімія”. – 2012. – Т. 25(64), № 1. – С. 294-299.

Вивчено особливості атомно-абсорбційного визначення кобальту з використанням полум'яної та електротермічної атомізації, а саме, особливості апаратурної настройки і метрологічні аспекти аналізу.

Ключові слова: атомно-абсорбційна спектроскопія, полум'яна і електротермічна атомізація, кобальт.

Manik V.S Features of atomic-absorbing determination of cobalt with the use of flaming and electro-thermal atomization / V.S. Manik, I.I. Dovguy, A.Y. Lyapunov // Scientific Notes of Taurida V.Vernadsky National University. – Series: Biology, chemistry. – 2012. – Vol. 25 (64), No. 1. – P. 294-299.

The features of atomic-absorbing determination of cobalt with the use of flaming and electro-thermal atomization are studied, namely, features of the hardware tuning and metrology aspects of analysis.

Keywords: atomic-absorbing spectroscopy, flaming and electro-thermal atomization, cobalt.

Поступила в редакцію 24.01.2012 г.