

ОПТИМИЗАЦИЯ УСЛОВИЙ МНОГОЭЛЕМЕНТНОГО АНАЛИЗА ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ МЕТОДАМИ АТОМНО- ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

С.П.Гисматуллина, Е.Р.Иванова, Ю.В.Рыдванский
Казанский государственный университет
420008, Казань, Кремлевская, 18

Гисматуллина Светлана Павловна - заведующая сектором лаборатории аналитического и экологического контроля Казанского государственного университета, кандидат технических наук.

Область научных интересов: прикладная экология, анализ объектов окружающей среды, спектральный анализ.

Автор 36 печатных работ.

Рыдванский Юрий Викторович - директор центра повышения квалификации "Табигать", кандидат химических наук.

Область научных интересов: управление охраной окружающей среды, экологическое образование, аппаратное обеспечение экоаналитического контроля.

Автор 34 печатных работ.

Иванова Елена Раисовна - инженер лаборатории аналитического и экологического контроля Казанского государственного университета.

Область научных интересов: геоэкология, анализ природных сред, эмиссионный спектральный анализ.

Автор 3 публикаций.

На основе опыта использования многоканальных анализаторов спектра и прикладных программ рассматриваются способы повышения экспрессности и точности количественного спектрального анализа, что позволяет использовать его в унифицированных аттестованных методиках количественного химического анализа при экологическом контроле и мониторинге.

Достоверность отображения реальной экологической ситуации напрямую зависит от степени унификации и точности методов контроля, среди которых методы эмиссионного спектрального анализа наиболее полно отвечают этим требованиям. При неоспоримых преимуществах эмиссионного спектрального анализа, таких как многоэлементность, экспрессность и высокая чувствительность, досадные промахи при оценке точности анализа возникают главным образом из-за несоответствия основы (матрицы) многоэлементных объектов и стандартных образцов (образцов сравнения). В рекомендуемых отраслевых методиках при анализе почв и горных пород для снижения таких ошибок предусматривается разбавление или буферирование исходного образца нейтральными компонентами (кремнезем, угольный порошок и др.) на стадии пробоподготовки [1,2], что существенно усложняет анализ и приводит к понижению его чувствительности. С разработкой и внедрением в практику фото-

электрических многоканальных анализаторов эмиссионных спектров и фотоэлектронных каскадов [3, 4] становится решаемой проблема "привязки" анализируемого спектра к спектру стандартного образца или образца сравнения на основе прикладных компьютерных программ. Для этого можно использовать систему экспертных оценок по двум-трем основообразующим элементам или создать библиотеку экспертиз большого разнообразия спектров образцов сравнения. В последнем случае можно исключить также промахи на стадии возбуждения спектра, вызванные выбросом пробы или нестабильностью дуги.

Оба варианта разрабатывались и апробировались нами на эмиссионном дифракционном спектрографе ДФС-458С с фотоэлектронной каскадой, выполненной на основе 16 многоэлементных фотоприемников типа ФППЗ-7Л (500 элементов) размером 26 x 500мкм с общим фоточувствительным полем 13 x 0.5 мм. Устройство, совмещенное с ПЭВМ, позволяет управлять пара-

метрами источника возбуждения спектра, регистрировать спектр в диапазоне 230-380 нм, обрабатывать его, сохранять и выводить на печать в абсолютных единицах. Программное обеспечение и атлас спектров позволяют контролировать качество "привязки" анализируемого спектра к опорному спектру железа по длинам волн и по типу образцов сравнения, составляющих библиотеку экспертиз, и выполнять качественный и количественный анализы (рис. 1, 2).

Чувствительность обнаружения традиционно "трудных" для эмиссионного анализа элементов может быть улучшена за счет регулирования времени накопления сигнала на фотоприемнике и многократной экспозицией одной пробы. Метрологические характеристики прибора могут быть

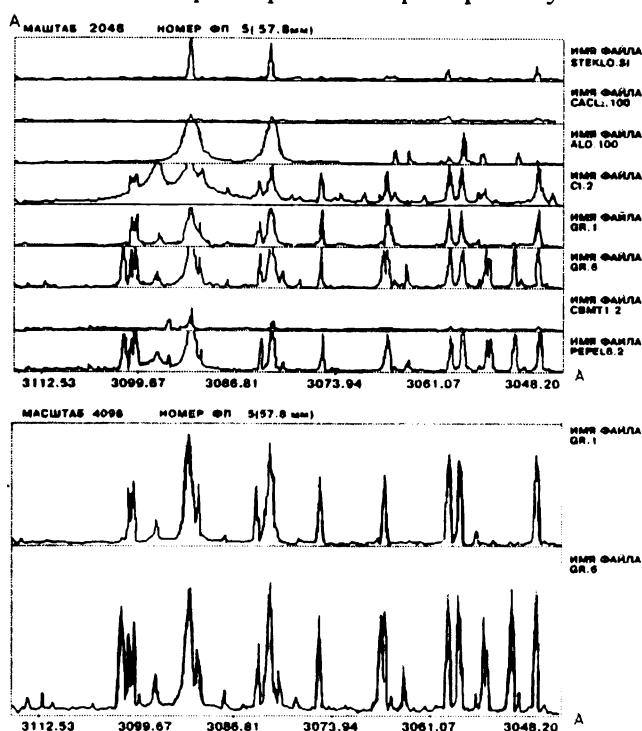


Рис.1. Регистрограммы стандартных образцов различного состава (А) и двух стандартных образцов щелочного гранита (В)

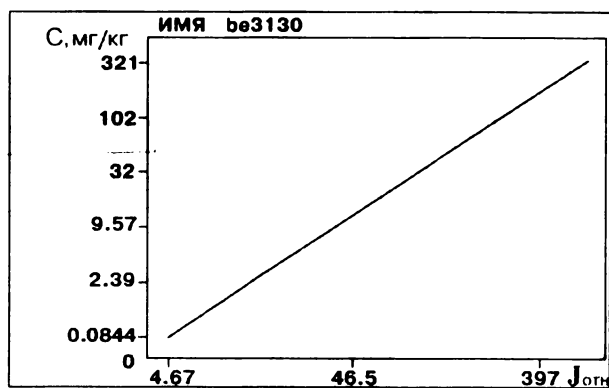


Рис.2. Вид градуировочного графика

значительно улучшены путем усреднения многократно экспонируемого спектра.

Такой вариант измерительного комплекса, являющегося по сути спектрометром, аттестуется по основным метрологическим характеристикам и может быть включен в систему аккредитации эколого-аналитической лаборатории. Разработанные нами для этих целей методики выполнения измерений (МВИ) являются унифицированными и позволяют контролировать до 40 элементов в интервале концентраций 0,1 - 100000 мг/кг в воде, почве и растительности, воздухе и других объектах при суммарной погрешности измерений не более 30% [5].

Дальнейшее совершенствование спектральных комплексов такого типа может осуществляться в следующих направлениях:

- внедрение более совершенных и компактных многоэлементных фотоприемников с целью улучшения разрешения, расширения спектрального диапазона и упрощения конструкции регистраторов на их основе;

- совершенствование программного обеспечения;

- разработка методик выполнения измерений с целью расширения объектов анализа и улучшения метрологических характеристик;

- разработка фотоэлектрических регистраторов для массового потенциального потребителя, располагающего спектрографами ДФС-8.ИСП-30 и других моделей;

- создание многофункциональных аналитических комплексов на базе эмиссионных спектрометров и современных источников возбуждения спектра;

- метрологическая аттестация спектрометров и методик анализа с целью включения их в государственный реестр методик количественного химического анализа, допускаемых для экологического контроля и мониторинга.

ЛИТЕРАТУРА

1. Русанов А.К. Основы количественного спектрального анализа руд и минералов. М.: Недра, 1978. С.324-349.
2. Иванов Д.Н. Спектральный анализ почв. М.: Колос, 1974. С.133-157.
3. Павлычева Н.К., Гисматуллина С.П., Рахимов З.В. Мониторинг. Казань, 1997. №1. С.42-45.
4. Шелпакова И.Р., Гаранин В.Г., Чанышева Т.А.//Аналитика и контроль. 1998. № 1(3). С.33-40.
5. Гисматуллина С.П., Демин А.П., Иванова Е.Р.//Актуальные экологические проблемы Республики Татарстан: Тезисы докладов III республиканской научной конференции. Казань, 1997. С.287.