

А. А. Ганеев, С. А. Супрунович

НОВЫЕ ВОЗМОЖНОСТИ ГАЗОРАЗРЯДНОЙ АТОМИЗАЦИИ ДЛЯ АНАЛИЗА РАСТВОРОВ И ВОЗДУХА*)

Введение. В настоящее время одним из направлений развития аналитической химии является создание мобильных аналитических систем, позволяющих измерять содержание тяжелых металлов в режиме мониторинга как в жидких, так и в воздушных пробах. Подобные анализаторы должны отвечать таким требованиям, предъявляемым к аналитическому оборудованию, как высокие чувствительность и селективность, незначительное влияние матричного эффекта, низкие пределы обнаружения, а также широкий диапазон определяемых элементов. Кроме того, необходимо наличие специфических характеристик, свойственных именно мобильным и мониторинговым системам, таких, как небольшие размеры, малые потребляемые мощности, минимальная предварительная пробоподготовка и небольшой расход балластного газа.

Сейчас в элементном анализе лидирующие позиции занимают эмиссионная (ИСП ЭС) и масс-спектрометрия (ИСП МС) с индуктивно связанной плазмой, а также атомно-абсорбционная спектрометрия (ААС). Основным преимуществом методов ИСП ЭС и ИСП МС является возможность установления содержания сразу всех элементов пробы за одно элементопределение при относительно низких пределах. Однако оборудование, позволяющее реализовать эти методы, требует точной установки и юстировки, что исключает возможность использования в мобильных системах. Кроме того, при ИСП МС достаточно велик расход газа.

Метод ААС представлен анализаторами с графитовой печью и пламенным атомизатором. Они отвечают основным указанным выше требованиям, так как обладают высокой чувствительностью, позволяют определять широкий спектр элементов. Однако атомно-абсорбционные анализаторы, в которых в качестве атомизатора используется графитовая печь, требуют мощного источника питания, около 10 кВт, печь, в зависимости от температуры, рассчитана на несколько сотен импульсов атомизации и, следовательно, необходимо регулярное ее обслуживание и, наконец, они имеют расход аргона высокой чистоты до 1 л/мин. Для работы пламенного атомизатора требуется несколько баллонов со взрывоопасными газами (закись азота, ацетилен, кислород и др.), так как для атомизации пробы используются различные газовые смеси, т.е. нужен постоянный оперативный контроль. Поэтому ААС в мобильных и мониторинговых системах за исключением ртутных анализаторов практически не применяется.

Одним из возможных вариантов, позволяющих решить указанные выше проблемы, является использование атомно-абсорбционного анализатора, в котором атомизатором служит тонкостенный металлический полый катод (ТМПК), а для коррекции неселективного поглощения применяется метод зеемановской модуляционной поляризационной спектроскопии с высокочастотной модуляцией поляризации (ЗМПСВМ) [1-5]. Такая система малогабаритна, имеет низкий расход балластного газа – аргона, требует небольших мощностей для атомизации пробы и, обладая достаточно низкими пределами обнаружения, позволяет определять широкий диапазон элементов. В работах [1, 3, 4] показано, что подобная система дает возможность анализировать многие сложные

*) Работа выполнена при финансовой поддержке INTAS (грант № 01-0200).

© А. А. Ганеев, С. А. Супрунович, 2005

пробы практически без предварительной пробоподготовки и устанавливать содержание элементов в воздухе с помощью метода электростатического осаждения [2].

ТМПК был предложен в середине 1990-х годов как новый атомизатор для атомно-абсорбционного метода [1]. Исследования показали, что пределы обнаружения в ТМПК несколько хуже, чем в графитовой печи [1, 3, 4]. Это связано с тем, что в полом катоде разряд используется при пониженном давлении, в то время как в графитовой печи атомизация пробы протекает при повышенном давлении, т.е. коэффициенты диффузии внутри этих атомизаторов отличаются в десятки раз. Но на концах ТМПК существуют так называемые диффузионные ловушки [3], в которых коэффициент диффузии значительно меньше, чем внутри катода, время удержания атомов соответственно больше, а значит, выше регистрируемый аналитический сигнал. Одним из достоинств ТМПК является то, что при большой скорости распыления пробы и не очень малых временах удержания атомов в аналитической зоне он требует весьма небольших мощностей – десятки ватт, а высокие концентрация и температура электронов и ионов в разряде увеличивают эффективность диссоциации распыленных или испаренных в газовую фазу соединений, позволяя анализировать пробы сложного состава [4]. Скорость распыления пробы в ТМПК, от которой в значительной степени зависят пределы обнаружения, определяется комбинированным ионно-термическим механизмом атомизации [3, 5].

Цели данной работы – увеличение чувствительности метода ТМПК – ЗМПСВМ, разработка и исследование закрытой капиллярной системы ввода пробы в ТМПК и изучение возможностей ударного механизма осаждения аэрозолей при относительно низком давлении воздуха в разрядной ячейке при прокачке воздуха через нее. Эти работы ориентированы в конечном счете на создание мобильной аналитической системы на основе ААС с ЗМПСВМ в комбинации с ТМПК, позволяющей проводить как анализ в точке пробоотбора, так и мониторинговый анализ жидких проб и аэрозолей.

Экспериментальная часть. Атомно-абсорбционная часть экспериментальной системы была аналогична использованной в [1–5]. Основные изменения коснулись атомизатора, блок-схема которого представлена на рис. 1, А. Атомизатор представлял собой цилиндр из нержавеющей стали, внутри которого располагался ТМПК также цилиндрической формы, имеющий длину 12 мм, внутренний диаметр 5 мм и толщину стенок 0,25 мм. В экспериментах использовались две ориентации катода – вдоль оптической оси и поперек. В последнем случае катод представлял собой цилиндр со сферическим донышком (см. рис. 1, Б, 2). Как видно из рис. 1, А, аргон откачивается через симметрично расположенные (относительно катода) порты. Регулировка скорости потока аргона осуществлялась с помощью пьезонапекателя, а управление скоростью откачки – посредством вентиля, стоящего перед форвакуумным насосом.

В работах [1–5] ввод пробы в катод производился вручную путем разгерметизации вакуумной системы. Этот способ имеет очевидные недостатки: большое время откачки системы после ввода пробы, невозможность автоматизации ввода пробы в катод. В рассматриваемом случае проба вводилась через кварцевый капилляр (внутренний диаметр 0,23 мм), находящийся внутри изготовленного из ниобия капилляра (внутренний диаметр 0,5 мм, толщина стенок 0,25 мм), соединенного с катодом. Такой капилляр, выведенный за пределы вакуумной системы, позволяет осуществлять не только ввод пробы в катод, но и подачу напряжения на катод.

Материалы капилляра и катода выбирались, исходя из требований жаростойкости в режиме атомизации пробы. Известно [1, 3], что рабочая температура катода колеблется в пределах 1000–1500 °С, и, следовательно, материалом для капилляра и катода могут служить несколько металлов: ниобий ($T_{пл} = 2415$ °С), молибден (2622 °С), тантал (2996 °С), вольфрам (3400 °С). Хотя ресурс сборки катод-капилляр напрямую зависит от жаростойкости материала, в ходе экспериментов выбор был сделан в пользу пары ниобиевый капилляр–молибденовый катод. Вольфрам – наиболее жаростойкий, практически не поддается обработке: получить высокотехнологичные изделия из тантала также затруднительно. Напротив, молибден подвергается

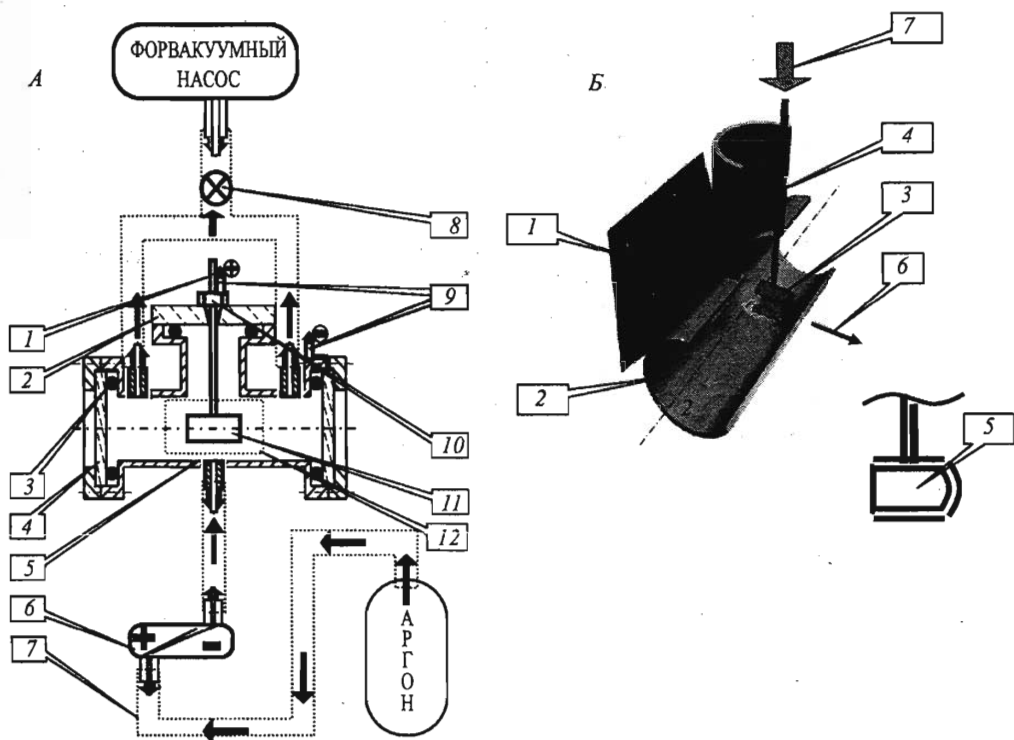


Рис. 1. Принципиальная схема атомизатора (А) и его схема после поворота катода на 90° (Б).

А: 1 – ниобиевый капилляр, 2 – основа катодной сборки, 3 – вакуумное уплотнение, 4 – кварцевое стекло, 5 – атомизатор, 6 – пьезонапекатель, 7 – вакуумный тракт, 8 – вентиль, 9 – контакты высокого напряжения, 10 – уплотнение капилляра, 11 – молибденовый катод, 12 – полюсники магнитов; Б: 1 – магнит, 2 – атомизационный блок, 3 – катод измененной конструкции, 4 – ниобиевый капилляр, 5 – разрез катода измененной конструкции, 6 – вектор электромагнитной индукции, 7 – вход для прокачиваемого через атомизатор воздуха и подачи гелия.

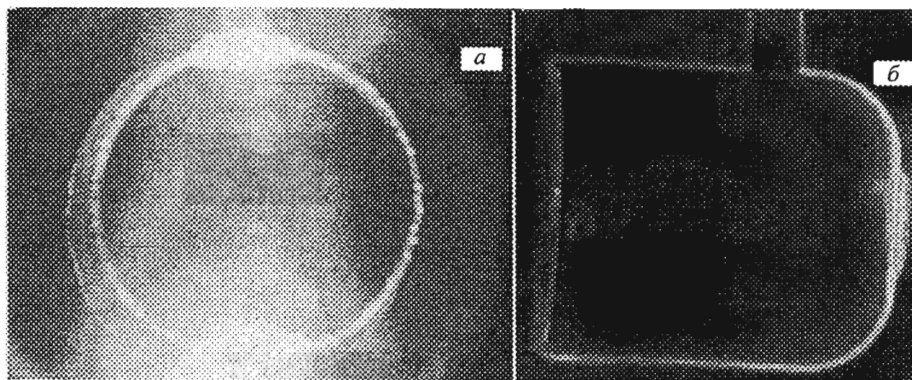


Рис. 2. Геометрия разряда.

а – ось катода совпадает с оптической осью; б – ось катода перпендикулярна оптической оси.

обработке, а из более пластичного ниобия возможно создание капилляров с заданными параметрами. Стоит отметить, что катод в режиме атомизации нагревается значительно больше (на 150–200 °С) капилляра, и молибден в качестве материала катода предпочтительнее ниобия.

Соединение капилляра с катодом представляло некоторую трудность. Действительно, подобное соединение должно отвечать целому набору требований: быть достаточно прочным, обеспечивать хороший электрический контакт, быть герметичным, оно не должно осуществляться через промежуточный менее тугоплавкий металл.

Поскольку ни контактная сварка в вакууме, ни лазерная сварка себя не оправдали, был предложен и опробован следующий способ соединения капилляра с катодом. На механическую сборку катод–капилляр из раствора с помощью электролиза осаждался слой платины. Затем сборка, катод и часть капилляра которой покрыты мелкодисперсным слоем платины, подвергалась отжигу в разряде. В результате катод и капилляр покрывались однородным слоем платины толщиной в десятки микрон, а место соединения капилляра с катодом оказывалось герметически зарощенным. Отметим, что платиновое покрытие также увеличивало долговечность катода.

Чувствительность данной системы возрастает при повышении давления в атомизаторе [1], однако в работах [1–5] рабочее давление не превышало 15–20 Тор (1 Тор = 1 мм рт. ст.). При больших давлениях могли возникнуть микродуги, которые были обязаны своему появлению принципиальной неоднородности разряда в магнитном поле, когда ось катода перпендикулярна силовым линиям магнитного поля (см. рис. 2, а). В этом случае поток ионов на катод и, следовательно, температура поверхности катода весьма неоднородны – разряд сосредотачивается вверху и внизу катода, там же максимальна температура. При случайном росте температуры на этих локальных участках резко усиливается термоэлектронная эмиссия, что приводит к появлению микродуги. При этом температура на других участках катода падала, а сам катод достаточно быстро разрушался в местах перегрева.

Для повышения однородности разряда ось катода была развернута на 90°, т.е. теперь его ось совпадала с вектором электромагнитной индукции, катод был смещен с оптической оси в сторону одной из стенок атомизатора, а его конструкция была изменена (см. рис. 1, Б). В результате неоднородности как по плотности ионного тока, так и по температуре стенки катода исчезли, что позволило повысить давление аргона в атомизационном блоке до 110 Тор и соответственно увеличить чувствительность.

В ходе исследования системы ТМПК–капилляр выявилась еще одна проблема: в широком диапазоне давлений аргона в атомизаторе (0,5–110 Тор) в ниобиевом капилляре возникал микрополостной разряд, при этом резко падал ток на катоде, уменьшались температура катода и соответственно скорость распыления. Кроме срыва процесса атомизации это вызывало также разрушение капилляра. Попытки уменьшения внутреннего диаметра ощутимого эффекта не дали. Проблему удалось решить с помощью ввода в капилляр гелия, причем парциальное его давление в разрядной ячейке должно превышать 2–3 Тора. Коэффициент диффузии электронов в гелии значительно больше, чем в аргоне, – в результате концентрация электронов в капилляре в атмосфере гелия существенно меньше последней в атмосфере аргона, что и приводит к срыву микрополостного разряда. В используемом диапазоне давлений аргона микрополостной разряд не возникал.

Ввод жидкой пробы в систему, работающую при пониженном давлении, является серьезной проблемой. Транспортировка пробы должна проводиться с соблюдением ряда условий: проба объемом 10–20 мкл должна вводиться в катод из внешней среды без разгерметизации системы, к минимуму должен быть сведен эффект памяти, следует ограничить скорость ввода пробы в катод, дабы не допустить разбрызгивания пробы из катода, полнота ввода пробы в катод должна быть максимальной, необходимо также одновременно осуществлять подачу по капилляру гелия и напряжения на катод. Для выполнения всех этих условий была создана система ввода пробы в катод, представленная на рис. 3.

Рассмотрим работу системы ввода пробы. С помощью ручного дозатора проба объемом 5–30 мкл вводится в полипропиленовый наконечник. Из него при отпирании вакуумного зажима

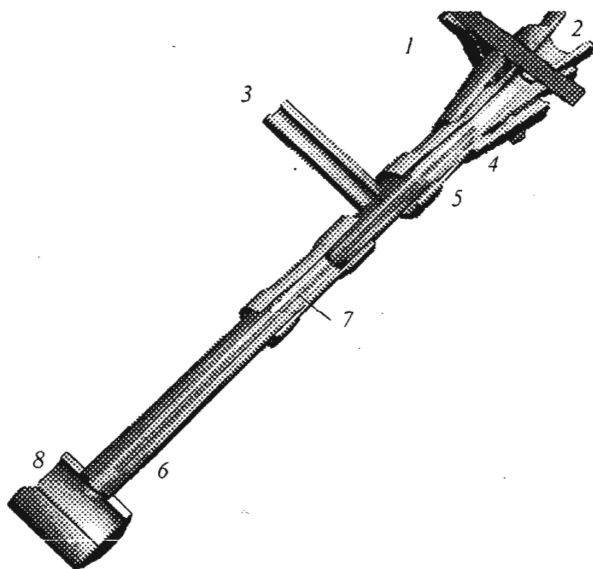


Рис. 3. Система ввода пробы в катод.

1 - вакуумный зажим; 2 - конус ввода пробы; 3 - тройник подачи гелия; 4 - уплотнительный конус; 5 - силиконовый капилляр; 6 - ниобиевый капилляр; 7 - кварцевый капилляр; 8 - катод.

проба втекает в кварцевый капилляр (внутренним диаметром около 100 мкм) через короткий отрезок силиконового капилляра, уплотненного, с одной стороны, по внутреннему диаметру конусом ввода пробы и, с другой - по внешнему диаметру уплотнительным конусом. Ввод гелия в ниобиевый капилляр осуществлялся через пространство между силиконовым и кварцевым капиллярами. Кварцевый капилляр, проходя через всю систему, не доходил до края катода 5-6 мм (поскольку более близкое расположение приводит к его оплавлению). Капилляр уплотнялся на входе в блок атомизации стандартным медным конусом, а к его внешнему выступающему концу подавалось разрядное напряжение. Для осаждения воздушных аэрозолей от аналитической системы отсоединялась система ввода пробы в катод, и воздух поступал в катод через ниобиевый капилляр.

Сушка пробы объемом 15-20 мкл в катоде при пониженном давлении (20-100 Тор) занимает довольно значительное время - около 6 мин. Для его сокращения до 2-3 мин стенки атомизатора нагревались до температуры 75 °С. Соответствующие времена для всей аналитической процедуры для трех элементов (Cd, Pb и As) представлены в табл. 1.

Результаты и их обсуждение. Анализ растворов. Анализировались 1%-ные подкисленные растворы различной концентрации, приготовляемые из стандартов ГСО соответствующих элементов. Для этого использовали ГСО состава водных растворов с содержанием ионов 1,0 г/л.

Наличие слоя платины на внутренней поверхности катода привело к принципиальному изменению условий смачивания пробой катода. Опыт, проведенный на катоде с имеющейся задней стенкой (для лучшей визуализации процесса), показал, что проба распределяется по стенкам платинированного катода более равномерно (рис. 4). Это объясняется тем, что угол смачивания переосажденной платины ($\theta = 10 \div 1^\circ$) меньше, чем у молибдена ($\theta = 16 \div 1^\circ$) [6].

Для проверки эффекта памяти системы ввода пробы, после ввода последней и проведения аналитической процедуры, вводился тот же объем бидистиллята, с которым

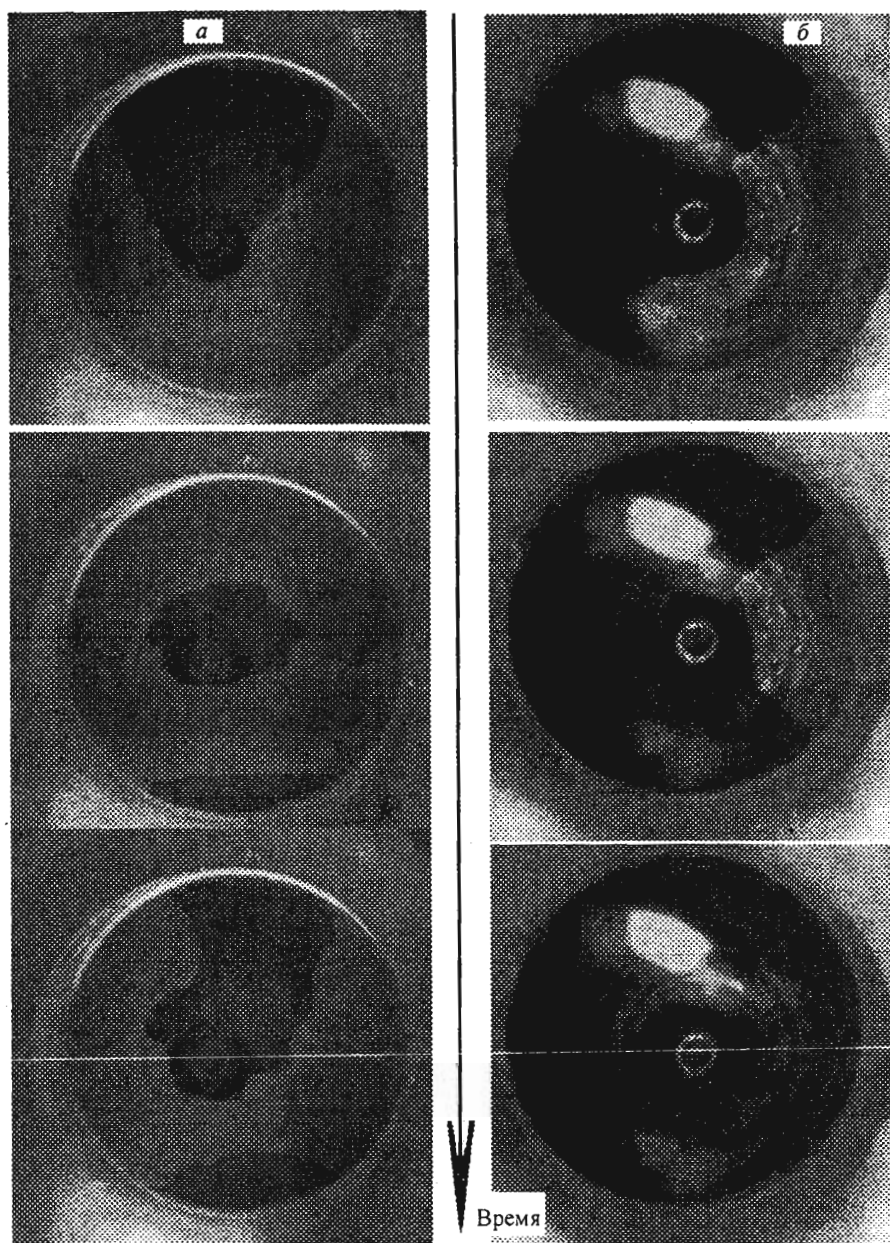


Рис. 4. Распределение пробы в неплатинированном (а) и платинированном (б) катодах.

производилась та же аналитическая процедура. Для определения величины возможных потерь в системе ввода сравнивались аналитические сигналы при прямом введении пробы в катод (атомизатор в этом случае открывался, вынимался катодный блок и проба заливалась прямо в катод) и при использовании системы ввода. Из табл. 2 видно, что в данной системе эффект памяти и потери системы ввода пробы невелики и находятся в районе 2%.

Таблица 1. Временной протокол аналитической процедуры для трех элементов (объем пробы 15 мкл)

Процесс	Операция				
	Ввод пробы	Сушка с открытым вакуумным зажимом	Сушка с продувкой системы газами	Атомизация пробы	Остывание катода
Элемент Cd					
Продолжительность, с	15	90	90	4	100
Атомизация пробы	Давление в атомизаторе (Ar + He) 85 + 3 Тор, напряжение на катоде 1600 В, длительность импульса 250 мкс, частота следования импульсов 1000 Гц				
Элемент Pb					
Продолжительность, с	15	90	90	5	110
Атомизация пробы	Давление в атомизаторе (Ar + He) 80 + 3 Тор, напряжение на катоде 1700 В, длительность импульса 300 мкс, частота следования импульсов 1000 Гц				
Элемент As					
Продолжительность, с	15	90	90	6	120
Атомизация пробы	Давление в атомизаторе (Ar + He) 90 + 3 Тор, напряжение на катоде 1800 В, длительность импульса 350 мкс, частота следования импульсов 1000 Гц				

Таблица 2. Проверка величин эффекта памяти и потерь пробы в системе ввода пробы в катод на примере анализа на элемент Cd

Память системы ввода пробы (содержание Cd в бидистилляте ниже предела обнаружения)			
№ опыта	Зарегистрированная масса кадмия, пг		Эффект памяти, %
	от пробы массой 300 пг (объем 15 мкл, концентрация 20 мкг/л)	после промывки бидистиллятом с объемом 15 мкл	
1	290 ± 20	4 ± 0,4	1,4
2	290 ± 20	5 ± 0,4	1,7
3	300 ± 20	4 ± 0,4	1,3
4	290 ± 20	6 ± 0,4	2,1
5	300 ± 20	5 ± 0,4	1,7
6	300 ± 20	7 ± 0,4	2,3
Потери пробы в системе ввода (число опытов 36)			
Усредненный аналитический сигнал, мкг/л			Количество потерь, %
от пробы, вводимой через систему ввода	от пробы, вводимой напрямую		
	295 ± 21	304 ± 21	3,0

Для оптимизации аналитического сигнала исследовалась зависимость аналитического сигнала от давления в атомизационном блоке, а также от объемной скорости прокачки аргона (рис. 5). Давление в атомизационном блоке изменяли с помощью пьезонатекателя, а применяя вентиль (флоуметр) – меняли сечение вакуумного тракта форвакуумного насоса, т.е. объемную скорость прокачки. Из рис. 5, а видно, что разница максимальных аналитических сигналов, наблюдаемых у трех элементов при разных давлениях, не очень велика. Это объясняется различием коэффициентов диффузии у исследуемых элементов. При большем коэффициенте диффузии для уменьшения концентрации атомов в аналитической зоне требуется большая скорость прокачки. Очевидно, что увеличение массы атомов элемента (Cd – 112, As – 75) должно приводить к снижению коэффициента диффузии и сдвигу максимума аналитического сигнала в сторону меньших давлений. Как видно из рис. 5, а, это действительно так: максимум для более тяжелого элемента – Cd наблюдается при 80 Тор, а для As – 90 Тор. Как и следовало ожидать, при малых давлениях скорость прокачки аргона не влияет на величину аналитического сигнала. На основании данных, представленных на рис. 5, а, выбирались оптимальные значения давления в атомизаторе для каждого из элементов. На рис. 5, б видно, что аналитический сигнал не зависит от скорости прокачки вплоть до скорости 90 мл/мин. В этом случае концентрация атомов в газовой фазе определяется балансом между распылением пробы с поверхности и диффузией атомов на стенки атомизатора. При скоростях прокачки больше 90 мл/мин аналитический сигнал падает, что объясняется появлением конкурирующего процесса – уноса атомов из детектируемой области вследствие высокой скорости прокачки аргона.

При оптимальных параметрах давления в атомизаторе и объемной скорости прокачки были определены следующие пределы обнаружения:

	As	Mn	Pb	Cd
Абсолютные пределы обнаружения, пг	140	9	11	1,1
Концентрационные пределы обнаружения (объем пробы 30 мкл), мкг/л	5	0,3	0,35	0,04

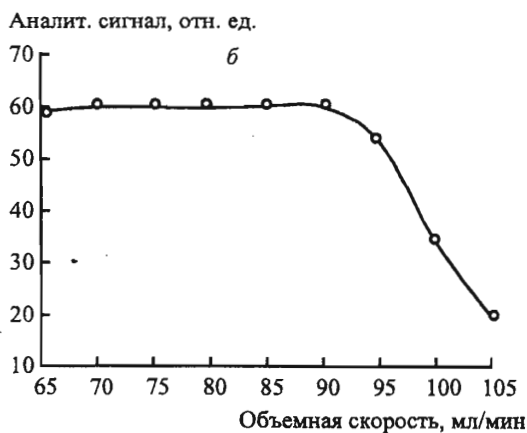
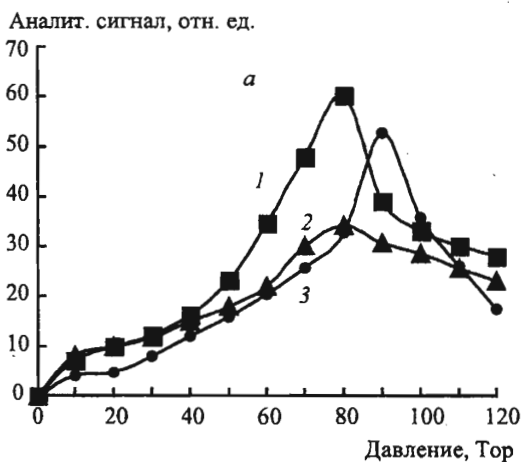


Рис. 5. Зависимость аналитического сигнала от давления аргона в атомизаторе (а) и от объемной скорости прокачки аргона (б) на примере определения разных элементов.

а: Cd, объемная скорость 84 (1) и 128 мл/мин (2) и As, объемная скорость 84 мл/мин (3); б: As, давление аргона 90 Тор.

Таблица 3. Сравнение эффективности осаждения аэрозолей ударным способом в ТМПК и электростатическим на графитовую кювету (анализатор МГА-915)

№ опыта	Элемент	МГА-915		ТМПК			Эффективность, %
		Скорость прокачки, л/мин	Время прокачки, мин	Содержание, нг/м ³	Скорость прокачки, л/мин	Время прокачки, мин	
1	Кадмий	0,6 ± 0,05	7,5	0,23 ± 0,02	0,80 ± 0,05	70	78 ± 9
2		0,5 ± 0,05	4	0,31 ± 0,03	0,80 ± 0,05	120	74 ± 9
3	Свинец	0,5 ± 0,05	10	7,8 ± 0,8	0,80 ± 0,05	60	76 ± 9
4		0,5 ± 0,05	20	4,7 ± 0,5	0,80 ± 0,05	23	72 ± 9
5		0,5 ± 0,05	10	5,0 ± 0,5	0,80 ± 0,05	30	73 ± 9
6		0,5 ± 0,05	10	5,1 ± 0,5	0,80 ± 0,05	40	75 ± 9
7		0,5 ± 0,05	22	2,8 ± 0,3	0,80 ± 0,05	12	69 ± 9

Как и следовало ожидать, пределы обнаружения несколько хуже, чем для атомно-абсорбционных спектрометров с электротермической атомизацией. Это связано с меньшими временами удержания при используемых в ТМПК давлениях – 80–100 Тор по сравнению с атмосферным давлением в графитовой кювете. Однако такие пределы достаточны для мобильных систем, а при применении рассматриваемой аналитической системы для мониторинговых исследований они могут быть существенно снижены (в 5–10 раз) при помощи режима многократной сушки пробы.

Анализ воздуха. При осаждении аэрозолей в атомизаторе до сих пор использовались два метода отбора – электростатический [2, 7–10] и ударный [2, 11]. Метод электростатического осаждения на графитовую поверхность давно применяется при анализе воздуха, его высокая эффективность показана в ряде работ Торси [7, 8], однако объемные скорости потока воздуха для этого варианта невелики; кроме того, для мобильной системы он достаточно неудобен. Ударный механизм осаждения значительно удобнее при его аппаратурной реализации, но его эффективность низка – не более 20–25% [2, 9], что в значительной степени обуславливается распределением частиц по размерам, которое, в свою очередь, зависит от анализируемого объекта [12]. Следовательно, в данном случае практически невозможно реализовать корректную аналитическую процедуру. Однако низкая эффективность осаждения аэрозолей наблюдалась для конструкции атомизатора, при которой давление воздуха в атомизаторе в момент прокачки составляло порядка 650 Тор [2]. В предложенном в настоящей работе варианте атомизатора (см. рис. 1, А) осаждение аэрозолей в катод через ниобиевый капилляр можно осуществлять при существенно более низком давлении в атомизаторе – 100–120 Тор. Тогда можно ожидать увеличение эффективности ударного осаждения.

Для оценки последней было проведено параллельное определение содержания ряда элементов в аэрозолях с помощью зеemanовского спектрометра МГА-915, оборудованного системой электростатического осаждения аэрозолей и с помощью исследуемой системы. Измерения проводились параллельно – в одном помещении в одно и то же время. Эффективность осаждения аэрозолей с помощью анализатора МГА-915, найденная путем

сравнения со стандартной процедурой осаждения аэрозолей на фильтре, равна 100% [13], что позволило использовать этот спектрометр в качестве опорного измерительного средства. Как видно из данных табл. 3, в исследуемом варианте ударного осаждения эффективность оказалась весьма высокой – $73 \pm 9\%$, причем ее значение эффективности достаточно стабильно. Такая эффективность дает возможность проводить анализ аэрозолей с помощью поправочного коэффициента 1,3. Ниже представлены пределы обнаружения и диапазон определяемых концентраций для ряда элементов, определенные методом ударного осаждения аэрозолей в ТМПК:

	Mn	Pb	Cd	Cu	Se	Fe	Cr
Концентрация в лабораторном воздухе, нг/м^3	2-12	0,5-6	0,3-6	20-120	< 0,5	20-50	2-5
Пределы обнаружения для времени накопления 20 мин	0,2	0,3	0,15	0,4	2	0,3	0,3
Диапазон концентраций, нг/м^3	0,2-2000	0,3-3000	0,15-1000	0,4-4000	2-15 000	0,3-4000	0,3-3000

Как видно, пределы обнаружения рассматриваемой аналитической системы позволяют даже при сравнительно небольших временах накопления аэрозолей (порядка 20 мин) устанавливать фоновые содержания элементов в воздухе. Такая система, очевидно, даст возможность определять концентрации элементов в различных дымовых выбросах. Создаваемый в настоящее время вариант подобной аналитической системы предназначен для решения задачи определения содержания элементов в дымовых выбросах в реальном времени. Для иллюстрации вышесказанного на рис. 6 приведем вид аналитического сигнала для Cd, полученного при анализе сигаретного дыма при прокачке последнего через систему в течение 3 мин.

Заключение. В этой работе разработан и исследован газоразрядный атомизатор с осью катода, расположенной под углом 90° к оптической оси. Подобный вариант

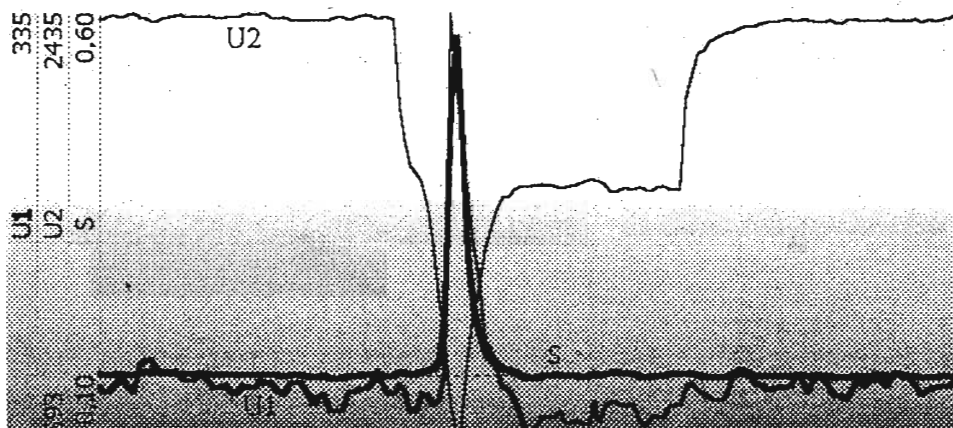


Рис. 6. Вид аналитического сигнала для Cd, полученного при анализе сигаретного дыма.

повысил рабочее давление в разрядной ячейке с 20 до 80–90 тор, что, в свою очередь, способствовало увеличению в несколько раз чувствительности для системы ТМПК – ЗМПСВМ. Создана новая закрытая система ввода растворов в ТМПК, обладающая малым эффектом памяти. Предложен и изучен новый высокоэффективный вариант ударного осаждения аэрозолей в ТМПК, который позволяет проводить мониторинговые измерения содержания элементов и измерения *in situ* как для растворов, так и для воздуха.

Summary

Ganeev A. A., Suprunovich S. A. New possibilities of glow discharge atomization for liquid and air analysis.

A new glow discharge atomizer with orthogonal position of cathode relatively optical axis was design. Sputtered atoms were detected with aid of Zeeman atomic absorption spectrometry with high frequency modulation. The new system allows to increase sensitivity of technique and to decrease Detection Limits. Modified system with new glow discharge atomizer was used for air analysis. This case aerosols precipitated on cathode surface with aid of high effective impact precipitation technique. Detection Limits and range of some elements concentration in air are presented in the paper.

Литература

1. Ганеев А. А., Сляднев М. Н., Шолупов С. Е. // Журн. аналит. химии. 1998. Т. 53. С. 387–393.
2. Ганеев А. А., Сляднев М. Н., Шолупов С. Е. // Там же. С. 1045–1050.
3. *Ganeev A. A., Sholupov S. E.* // Spectrochim. Acta. 1998. Vol. B53. P. 471–486.
4. Ганеев А. А., Погарев С. Е., Рыжов В. В., Шолупов С. Е. // Зав. лаборатория. 1999. Т. 4. С. 14–23.
5. Ганеев А. А., Сляднев М. Н., Шолупов С. Е. // Журнал аналитической химии. 1998. Т. 53. С. 1261–1266.
6. Физические величины: Справочник / Под ред. И. С. Григорьевой, Е. З. Мейлихова и др. М., 1991.
7. *Torsi G., Palmisano F., Cosmai G., Kabil M. A.* // Annali di Chimica. 1987. Vol. 77. P. 917–923.
8. *Torsi G., Bergamini G.* // Annali di Chimica. 1989. Vol. 79. P. 45–57.
9. *Sneddon J.* // Anal. Chem. 1984. Vol. 56. P. 1982–1986.
10. Дробышев А. И. // Проблемы современной аналитической химии / Под ред. Л. Н. Москвина Л., 1989. № 6.
11. *Lee Y.-I., Smith M. V., Indurthy S., Deval A., Sneddon J.* // Spectrochim. Acta, 1996, Vol. 51B. P. 109–116.
12. П. Райст. Аэрозоли / Пер. сангл.; Под ред. Л. И. Иванова, М., 1987.
13. Ганеев А. А., Иваненко Н. Б., Иваненко А. А. и др. // Журн. аналит. химии. 2005 (в печати).

Статья поступила в редакцию 7 сентября 2004 г.