

DOI: 10.26896/1028-6861-2018-84-10-20-22

КОМПЛЕКС «ЧИСТОЕ РАБОЧЕЕ МЕСТО» ДЛЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПРОБОПОДГОТОВКИ К СЛЕДОВОМУ ЭЛЕМЕНТНОМУ АНАЛИЗУ — РАЗРАБОТКА КОМПАНИИ «АНАЛИТ»*

© Дарья Александровна Коркина, Николай Николаевич Делятинчук, Илья Львович Гринштейн, Андрей Иванович Кузин

ООО «Аналит Продактс», Санкт-Петербург, Россия, e-mail: ds@analit-spb.ru

Статья поступила 9 июля 2018 г.

Большинство ошибок при определении следовых содержаний элементов связано с загрязнениями на стадиях пробоподготовки и приготовления растворов для построения градуировочной характеристики. Одним из основных источников загрязнения является воздух лаборатории, содержащий определяемые примеси в виде пыли и аэрозолей. Источниками загрязнений также могут быть используемые в ходе анализа реактивы, посуда, дозаторы и сам химик-аналитик. Фоновые содержания элементов в обычной лаборатории могут быть весьма велики и приводить к серьезным случайным и систематическим ошибкам, особенно в случае распространенных элементов: Al, Si, Ca, Mg, Na, Fe, Zn, Cu, P и др. Для решения этих проблем предназначена новая разработка компании АНАЛИТ «Чистое рабочее место» для проведения пробоподготовки при следовом спектральном анализе.

Ключевые слова: пробоподготовка; чистая рабочая зона; спектральный анализ; чистое рабочее место; система очистки кислот.

COMPLEX OF EQUIPMENT “CLEAN WORKPLACE” FOR SAMPLE PREPARATION DURING TRACE ELEMENTS ANALYSIS: A NEW DEVELOPMENT OF THE “ANALIT” COMPANY

© Daria A. Korkina, Nikolay N. Delyatinchuk, Ilya L. Grinshtein, Andrey I. Kuzin

Analit Ltd, St. Petersburg, Russia, e-mail: ds@analit-spb.ru

Submitted July 9, 2018.

Most of the errors in determining the trace contents of the elements are attributed to contamination at the stages of sample preparation and preparation of calibration solutions. One of the main sources of contamination is the laboratory air containing detectable impurities in the form of dust and aerosols. Reagents, dishes, dispensers and chemist himself may also act as sources of pollution. Background contents of the elements in a laboratory can be rather significant and lead to serious accidental and systematic errors, especially for wide-spread elements: Al, Si, Ca, Mg, Na, Fe, Zn, Cu, P, etc. A new development of the ANALIT company “Clean workplace” intended for sample preparation for trace spectral analysis is designed to solve the aforementioned problems.

Keywords: sample preparation; clean working zone; spectral analysis; clean workplace; acid purification system.

Использование современных инструментальных методов анализа позволяет определять большинство элементов на уровне нано- и пикограммов. Все производители современного аналитического оборудования постоянно стремятся к уменьшению пределов обнаружения, непрерывно совершенствуя выпускаемые приборы. Наиболее чувствительными на сегодняшний день являются методы атомно-эмиссионной спектроскопии с ин-

дуктивно-связанной плазмой, атомно-абсорбционной спектроскопии с электротермической атомизацией и масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой. Однако, обладая высокой чувствительностью, эти методы имеют и ряд ограничений. В случае работы со следовыми концентрациями основными стадиями анализа, лимитирующими правильность и воспроизводимость получаемых результатов, становятся пробоотбор, пробоподготовка и подготовка необходи-

* Статья опубликована на договорных условиях.

мых для анализа реактивов, устройств и материалов. Можно отметить, что чем ниже содержание определяемого элемента, тем выше вероятность определить его со значительной ошибкой, особенно для тех анализаторов, которые в больших количествах находятся в окружающей среде. Главная проблема определения «следов» — это влияние естественного и техногенного фона лаборатории на результаты анализа. Наиболее выражено этот эффект проявляется для таких элементов, как Al, Si, Ca, Mg, Fe и др. [1]. Большинство ошибок при этом связано с загрязнениями на стадиях пробоподготовки и приготовления градуировочных растворов. Один из основных источников загрязнения — воздух лаборатории, содержащий определяемые примеси в виде пыли и аэрозолей. Источниками загрязнений могут быть используемые в ходе анализа реактивы, посуда, дозаторы, а также сам химик-аналитик. Фоновые содержания элементов в обычной лаборатории весьма велики и могут приводить к серьезным случайным и систематическим ошибкам [2].

Во избежание ошибок такого рода анализ обычно рекомендуют проводить в обеспыленных «чистых помещениях», которые имеют: систему приточной вентиляции с многоступенчатой фильтрацией воздуха; стены, мебель, пол и потолок из специальных непылящих материалов; вход через воздушный тамбур-шлюз. В то же время далеко не в каждой лаборатории целесообразно создавать чистые обеспыленные помещения.

Компания «Аналит», сотрудники которой имеют большой опыт работы в области следового элементного анализа, предлагает уникальное запатентованное решение данной проблемы (патент № 100177 от 13.09.2016) — комплекс оборудования «Чистое Рабочее Место» (ЧРМ). Комплекс включает в себя непосредственно само устройство ЧРМ и несколько дополнительных блоков: систему концентрирования проб методом отгонки без кипения, систему очистки лабораторной посуды пропариванием, систему очистки кислот методом перегонки без кипения (СПК) (рисунок).

Использование этого оборудования позволяет легко организовать локальные чистые рабочие места как внутри специализированного чистого помещения или чистой зоны, так и в обычных лабораторных помещениях. Проведение всех операций пробоподготовки с применением ЧРМ позволяет легко и быстро выполнить измерения, получив при этом максимально низкие пределы обнаружения, минимальные случайные и систематические ошибки, и существенно снизить время выполнения анализа. Основной блок ЧРМ представляет собой литой пластиковый бокс, внутри которого полностью отсутствуют метал-



Общий вид комплекса «Чистое Рабочее Место» (а) и системы перегонки кислот (б)

лические детали. В верхней части устройства установлен нагнетающий вентилятор; поступающий внутрь воздух проходит двухступенчатую очистку, и внутри камеры ЧРМ создается повышенное давление очищенного воздуха. Это обеспечивает удаление оставшихся частиц из камеры ЧРМ в окружающее лабораторное пространство. В то же время образование новых металлосодержащих частиц не происходит за счет отсутствия металлических деталей внутри камеры. Таким образом, ЧРМ позволяет избавиться от случайных и систематических ошибок, возникающих во время приготовления растворов и вызванных загрязнением из воздушной среды лаборатории. Внутри рабочей камеры обеспечивается шес-

Результаты анализа (мкг/л) концентрированной азотной кислоты (68 % осч) до и после очистки

Определяемый элемент	Исходная кислота	Кислота после перегонки	Коэффициент очистки
Al	4,1	0,5	8
Cr	2,3	<0,08	>28
Cu	0,1	<0,05	>2
Ni	1,1	<0,1	>11
Zn	40	<0,2	>200
Ca	3750	1,3	2885
Fe	52,6	0,3	175
K	69,3	1,2	58
Mg	55,5	0,2	278
Mn	1,56	<0,03	>52
Na	1820	0,2	9100
Sr	8,3	0,06	138
S	180,4	<5	>36
Si	10	<0,5	>20
Sn	4,3	<0,13	>33

той-пятый класс чистоты согласно классификации по ГОСТ Р ИСО 14644-5-2005 [3]. Устройство может работать в двух режимах: «пробоподготовка» и «перегонка». Режим «пробоподготовка» предназначен для очистки лабораторной посуды, очистки, хранения и использования воды и реактивов, приготовления проб и градуировочных растворов. В режиме «перегонка» устройство функционирует как вытяжной шкаф, не содержащий внутри корродирующих элементов и идеально подходящий для получения сверхчистых кислот и для работ с пробами с высоким содержанием кислот.

Устройство максимально мобильно, благодаря полной автономности работы его можно легко перемещать по лаборатории и устанавливать в непосредственной близости от прибора для выполнения анализа.

Кроме приготовления растворов, в камере ЧРМ удобно хранить посуду, используемую для дальнейшей работы, реактивы (очищенные кислоты, деионизированную воду), дозаторы и накопники к ним, а также другое оборудование, применяемое при подготовке проб (пинцеты, шпатели, пипетки и т.д.). При этом посуда и оборудование остаются чистыми в течение долгого времени. Комплекс можно оснастить простым и удобным в применении дополнительным устройством — системой очистки посуды пропариванием. Именно обработка посуды парами слегка подкисленной воды является самым эффективным методом очистки. Устройство оснащено различными насадками для пропаривания, выполненными из инертных материалов, на 13 мест (или на 5 в компактном исполнении).

Наиболее опасной операцией с точки зрения вероятности загрязнений является концентрирование пробы. Для решения этой проблемы комплекс может комплектоваться еще одним дополнительным устройством — системой концентрирования методом отгонки без кипения. На фторопластовую подставку помещают сосуды конической формы, сверху устанавливают ИК нагреватель, мощность которого можно плавно регулировать. Такая система позволяет найти оптимальные условия и сконцентрировать любую пробу до нужного объема, сведя опасность загрязнений к минимуму. Коническая форма концентрационных чаш обеспечивает упарива-

ние пробы до объема мкл с последующим количественным отбором концентрата.

Еще одна важная дополнительная опция — система для получения сверхчистых кислот СПК (см. рисунок, б). Корпус устройства состоит из политетрафторэтилена, что полностью исключает возможность загрязнения очищаемого реактива. Данную систему можно применять для минеральных кислот, получая сверхчистые реактивы, при этом одно устройство по своей производительности позволяет полностью удовлетворить потребности небольшой лаборатории. СПК абсолютно безопасна и в зависимости от модели оснащена либо таймером отключения, либо электронно-механической системой автоматического отключения в зависимости от уровня кислоты. Нужно отметить, что аналогичных решений пока на рынке не представлено, система защищена патентом.

В таблице приведен пример результатов анализа концентрированной азотной кислоты до и после перегонки. Видно, что для многих распространенных элементов коэффициент очистки исчисляется двумя-тремя порядками величины и более.

ЛИТЕРАТУРА

1. Гринштейн И. Л., Копейкин В. А., Васильева Л. А. и др. Оптимизация условий атомно-абсорбционного анализа с графитовыми электротермическими атомизаторами / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 1997. Т. 63. № 4. С. 14 – 25.
2. Dkhar E. N., Dkhar P. S., Anal J. M. H. Trace Elements Analysis in Drinking Water of Meghalaya by Using Graphite Furnace-Atomic Absorption Spectroscopy and in relation to Environmental and Health Issues / J. Chem. Vol. 2014. Article ID 975810.
3. ГОСТ Р ИСО 14644-5-2005. Чистые помещения и связанные с ними контролируемые среды. Ч. 5. Эксплуатация. — М.: Стандартинформ, 2005. — 31 с.

REFERENCES

1. Grinshtein I. L., Kopeikin V. A., Vasil'eva L. A., et al. Optimization of Conditions of Atomic Absorption Analysis with Graphite Electrothermal Atomizers / Zavod. Lab. Diagn. Mater. 1997. Vol. 63. N 4. P. 14 – 25 [in Russian].
2. Dkhar E. N., Dkhar P. S., Anal J. M. H. Trace Elements Analysis in Drinking Water of Meghalaya by Using Graphite Furnace-Atomic Absorption Spectroscopy and in relation to Environmental and Health Issues / J. Chem. Vol. 2014. Article ID 975810.
3. ISO 14644-5:2004. Cleanrooms and associated controlled environments. Part 5: Operations (IDT).