

## Новое в атомно-абсорбционной спектроскопии

**М. А. КАРАБЕГОВ***Научно-производственное объединение «ЦНИИТМАШ», Москва, Россия,  
e-mail: karabegov@rambler.ru*

*Рассмотрены некоторые новые методы и измерительные устройства, применяющиеся в атомно-абсорбционной спектроскопии: пламенный атолизатор — горелка с кольцевой щелью, быстро нагреваемая графитовая печь с балластом, спектрометры высокого разрешения с источником непрерывного спектра, а также новый ГОСТ Р 8.649—2008, введенный в действие с 1 января 2010 г.*

**Ключевые слова:** *пламенный атолизатор, графитовая печь, спектрометры, быстрый нагрев, пламенная и электротермическая атомизация.*

*New methods and measuring devices, used in atomic absorption spectrometry are considered: the flame atomizer — burner with a ring slit, the fast heated graphite furnace with ballast, the «high resolution — continuum source» spectrometer, the new standard.*

**Key words:** *flame atomizer, graphite furnace, spectrometers, fast heat, flame and electrothermal atomization.*

Зарождение атомной абсорбции может быть отнесено к 1802 г., когда Волластон, воспроизведший опыт Ньютона по разложению сплошного солнечного спектра, и затем Фраунгофер при пропускании луча через щель обнаружили, что солнечный спектр пересекают несколько темных линий, впоследствии названных фраунгоферовыми. Природа этих линий была установлена Кирхгофом в 1859 г., который впервые указал на возможность определения химического состава веществ по спектрам. Дальнейшие работы Кирхгофа, Бунзена и других заложили основы спектрального анализа. В первой половине XX в. исследователи разных стран существенно развили теорию атомной абсорбции. В 1955 г. Уолш (Австралия), Алкемаде и Милатц (Голландия) впервые опубликовали работы о преимуществах атомно-абсорбционного метода, а Уолш, кроме того, предложил рациональный способ регистрации атомной абсорбции, схему установки для анализов, опубликовал результаты экспериментальных исследований метода. Поэтому 1955 г. называют годом рождения современной атомно-абсорбционной спектроскопии. Большой вклад в ее развитие внес Б. В. Львов, автор многих фундаментальных работ и классической монографии [1], удостоенный Золотой медали журнала *TALANTA*, наград, премий и званий разных стран.

Атомно-абсорбционная спектроскопия основана на явлении поглощения резонансного излучения атомным паром анализируемой пробы. Атомизация определяемого вещества с получением пара пробы, содержащего свободные атомы, в основном проводится в пламенных атолизаторах — горелках с горючими газовыми смесями разного типа и в электротермических атолизаторах — электрически нагреваемых графитовых трубках (печах). Главным назначением атомно-абсорбционных спектрометров является количественное определение концентрации определяемого элемента (аналита) в пробе. К достоинствам метода относится, прежде всего, возможность определения большинства хи-

мических элементов периодической системы, высокие чувствительность (порядка  $10^{-8}$  %,  $10^{-12}$  г), селективность, точность и скорость измерений и их автоматизация, относительные простота и низкая стоимость аппаратуры, хорошо отработанная и освоенная методология применения в различных областях экологии, атомной и тепловой энергетики (технологическая вода и др.), агрохимии (почвы, корма, растения), медицины и ветеринарии (кровь, моча, сыворотка), геологии, металлургии, пищевой промышленности, при контроле содержания микроэлементов, токсичных и тяжелых металлов и др. Метод атомной абсорбции для элементного анализа природных и технологических сред различного происхождения и состава применяется наиболее широко, атомно-абсорбционные спектрометры выпускаются ведущими производителями всех развитых стран мира (Perkin Elmer, Varian, Hitachi, Shimadzu, AnalytikJena, Unicam, JobinYvon, Кортек, Люмекс и др.). Метод особенно актуален для аналитических лабораторий, выполняющих производственные отдельные и массовые анализы. В настоящее время атомно-абсорбционная спектроскопия — развитое аналитическое информационно-измерительное направление, спектрометры этого типа широко используются в научных исследованиях и технических измерениях в самых разных областях.

Метрологическое состояние атомно-абсорбционных спектрометров и методик измерений с обеспечением прослеживаемости\* описывается совокупностью спектральных, фотометрических и аналитических характеристик [2].

\* *Прослеживаемость* — свойство эталона единицы величины или средства измерений, заключающееся в документально подтвержденном установлении их связи с государственным первичным эталоном соответствующей единицы величины путем сличения эталонов единиц величин, поверки, калибровки средства измерений.

Одна из наиболее актуальных метрологических характеристик — аналитическая — *предел обнаружения* или минимальная концентрация элемента  $C_{\min}$ , которую может зарегистрировать прибор. Значение  $C_{\min}$  специфично для данной модели прибора, зависит от характеристической концентрации (массы)  $C_{\text{хар}}$  определяемого элемента (аналита) и флуктуаций выходного сигнала, определяемых стандартным (средним квадратическим) отклонением  $\sigma$  результатов холостого опыта (опыт с пробой, концентрация аналита в которой равна нулю). Характеристическая концентрация (масса)  $C_{\text{хар}}$  определяется как концентрация (масса) элемента, необходимая для поглощения 1 % интенсивности падающего резонансного излучения, что соответствует сигналу атомной абсорбционности 0,0044 Б. Предел обнаружения можно устанавливать разными методами, например, парными измерениями или распространенным методом, требующим реализации только холостого опыта. По этому параметру оценивают характеристики приборов в предельных условиях, когда значения информативного сигнала и флуктуаций выходного сигнала соизмеримы. Для измерений на уровне или вблизи предела обнаружения требуется оптимизированная аппаратура. При решении практических задач для надежных результатов выбирают условия, отличные от предельных и приближающиеся к оптимальным. По рекомендации IUPAC предел обнаружения определяется как наименьшая концентрация  $C_{\min}$  аналита, для которой аналитический сигнал в три раза превышает относительное стандартное отклонение  $\sigma_{\text{ф.отн}}$  флуктуаций выходного сигнала  $C_{\text{ф}}$  (фона):

$$C_{\min} = 3\sigma_{\text{ф.отн}} C_{\text{ф}}$$

Для получения  $\sigma_{\text{ф.отн}}$  проводят  $n$  (обычно  $n = 10$ ) холостых измерений. Хотя фактическая концентрация аналита в холостом растворе равна нулю, получают значения информативного сигнала (результаты холостого опыта), отличные от нуля, рассеянные вокруг среднего значения результатов измерений со стандартным отклонением  $\sigma_{\text{ф.отн}}$ . «Критерий  $3\sigma$ » при нормальном законе соответствует доверительному уровню 99,7 %, при непараметрическом законе — уровню 90 %.

Для метода пламенной атомно-абсорбционной спектроскопии характерный диапазон измерения концентраций элементов составляет 0,1—100 мг/л или  $10^{-5}$ — $10^{-2}$  %. Устройства пламенной атомизации включают газораспределительный блок, систему распыления растворов и смешения газов с набором пламенных атомизаторов — щелевых горелок для горючих смесей пропан (бутан) — воздух, ацетилен — воздух, ацетилен — закись азота и др. Горелки-атомизаторы, в основном, изготовлены из титана, имеют линейные щели для выхода газов пламени длиной (оптической базой) 5—10 см. В горелках луч проходит над щелью параллельно ей и перпендикулярно направлению движения газов пламени. Пределы обнаружения, полученные в режиме пламенной атомизации на атомно-абсорбционном спектрометре AAnalyst 800 (PerkinElmer) [3], приведены в табл. 1.

Пределы обнаружения (мкг/л, ppb) спектрометра AAnalyst 800 в режиме пламенной атомизации

Ag	Al	As	Au	Ba	Be	Cd	Cr	Cu	Mn	Mo	Pb	Pt	Se	Te	Tl	V
1,5	45	150	9	15	1,5	0,8	3	1,5	1,5	45	15	60	100	30	15	60

Предложены горелки-атомизаторы нового типа с кольцевой щелью и направлением просвечивающего луча параллельно (вдоль) движению газов пламени [4]. Зоны атомизации формируются в пламени цилиндрической и конической форм, в последнем случае горючие газы направляются под острым углом к оси горелки. Согласно расчетным и экспериментальным данным у атомно-абсорбционных спектрометров с горелкой с кольцевой щелью при постоянной скорости поступления поглощающих атомов в пламя чувствительность повышается в 3—5 раз благодаря увеличению поглощающей зоны (длины пламени), времени пребывания в ней атомов, концентрации атомов в зоне поглощения, уменьшению диаметра кольцевой щели и скорости газов пламени. Пределы обнаружения, полученные на экспериментальном образце спектрометра с горелкой с кольцевой щелью и коническим пламенем, приведены в табл. 2.

Таблица 2

Пределы обнаружения (мкг/л, ppb) экспериментального атомно-абсорбционного спектрометра с горелкой с кольцевой щелью

Ag	Al	Cd	Cr	Cu	Mo	Mn	Pb	Si
0,5	15	0,3	1	0,5	15	0,5	5	30

Спектрометры с горелкой-атомизатором с кольцевой щелью выполнены в виде экспериментальных образцов и не были доведены до коммерческого производства.

Для метода электротермической атомно-абсорбционной спектроскопии характерным является диапазон измерения микроконцентраций элементов менее  $10^{-6}$  %. Широкое распространение получила разработанная Б. В. Львовым концепция STPF (Stabilized Temperature Platform Furnace — температурно-стабилизированная печь с платформой). В основе STPF — графитовая печь Массманна типа HGA (Heated Graphite Atomizer), интегрирование аналитических сигналов, оптический способ стабилизации температуры печи, испарение пробы с графитовой платформы, смещение аналитических сигналов к равновесной температуре газовой фазы с использованием химических модификаторов и коррекция фонового поглощения на базе эффекта Зеемана. В концепции STPF применяются как продольно нагреваемые графитовые печи HGA, так и поперечно нагреваемые печи THGA (Transverse Heated Graphite Atomizer). Важной составляющей STPF является испарение пробы во внутренней полости трубчатой графитовой печи с графитовой платформы, имеющей минимальный тепловой контакт с внутренней стенкой печи. Равновесная температура печи стабилизируется по ее излучению. Аналитическая информация формируется по значению интеграла импульсного выходного сигнала. При STPF уменьшаются матричные помехи, в большинстве случаев обеспечивается возможность проведения анализа с помощью упрощенной калибровки по растворам, содержащим лишь определяемые элементы, и анализа твердых веществ и суспензий при соблюдении

Таблица 1

Таблица 3  
Пределы обнаружения (мкг/л, ppb) спектрометра AAnalyst 800 в режиме STPF

Ag	Al	As	Au	Ba	Be	Cd	Cr	Cu	Mn	Mo	Pb	Pt
0,005	0,1	0,05	0,15	0,35	0,008	0,002	0,004	0,014	0,005	0,03	0,05	2

процедур калибровки, аналогичных для случаев исследования растворов. В настоящее время концепция STPF наиболее широко применяется при электротермическом атомно-абсорбционном анализе с использованием спектрометров фирм PerkinElmer, Hitachi, Varian, Shimadzu, AnalytikJena и др. В то же время, в режиме STPF несколько ограничена чувствительность измерений. Пределы обнаружения, полученные в режиме электротермической атомизации STPF на атомно-абсорбционном спектрометре AAnalyst 800 (PerkinElmer) [3], приведены в табл. 3.

В ООО «КОРТЭК» (Москва) разработана новая методика высокочувствительных электротермических атомно-абсорбционных измерений, основанная на концепции быстрого нагрева печи (БНП) [5, 6]. Уже при скоростях нагрева печи порядка  $10 \text{ K} \cdot \text{мс}^{-1}$  процессы атомизации и диссипации атомного пара разделяются во времени. Благодаря последовательному протеканию этих процессов атомный пар анализируемой пробы в течение конечного промежутка времени локализуется в аналитическом объеме печи. При этом амплитуда аналитического сигнала не зависит от кинетики испарения и времени пребывания атомов в аналитическом объеме печи, а определяется общим числом атомов аналита в печи, спектральными характеристиками поглощающего и излучающего слоев и геометрией аналитической зоны. При быстром нагреве печи независимость амплитуды сигнала от параметров испарения и диссипации минимизирует матричные влияния на амплитуду сигнала. В небольших и легких продольно нагреваемых графитовых печах длиной около 2 см скорость  $10 \text{ K} \cdot \text{мс}^{-1}$  легко достигается с помощью омического нагрева. При диаметре поперечного сечения аналитической зоны 4 мм значения амплитудных характеристик концентраций элементов на два порядка меньше аналогичных значений, полученных на современных зарубежных и отечественных электротермических атомно-абсорбционных спектрометрах.

Принципиально в качестве аналитической информации, по которой рассчитывается концентрация  $C_a$  определяемого элемента (аналита) в анализируемой пробе, могут быть использованы либо амплитуда  $A_p$  импульсного сигнала  $A(t)$  атомной абсорбционности, либо его интегральное значение  $Q$ . Сигнал  $A(t)$  однозначно связан с текущим значением  $N(t)$  числа атомов аналита в аналитической ячейке. Функция  $N(t)$  является входным сигналом прибора. Преобразование информации можно представить в виде

$$N(t) \rightarrow A(t) \rightarrow A_p \text{ (или } Q) \rightarrow C_a.$$

Функция  $N(t)$  может быть выражена интегральной сверткой функций источника  $S(t)$  и переноса  $R(t)$ . Функция источника, или скорость поступления атомов аналита в газовую фазу, описывает процесс атомизации. Функция переноса — нормированный отклик системы при мгновенном испарении аналита — описывает процесс диссипации атомного пара. Исходными па-

раметрами процессов атомизации и диссипации являются времена атомизации  $\tau_s$  и пребывания  $\tau_R$  свободных атомов в аналитическом объеме.

Аналитические характеристики и возможности прибора при определении концентрации аналита в пробе могут быть оценены на основе главного аналитического свойства быстро нагреваемой графитовой печи, определяемого соотношением  $N_p = N_0$ , означающего, что амплитуда входного сигнала равна общему числу атомов аналита. При линейном преобразовании  $N(t) \rightarrow A(t)$  амплитуда  $A_p$  сигнала абсорбционности не зависит от  $\tau_s, \tau_R$ , а определяется только общим числом аналита. Значения  $\tau_s, \tau_R$  существенно зависят от базового состава (матрицы) анализируемой пробы. В обычных условиях при проведении электротермических атомно-абсорбционных измерений коэффициент пропорциональности в соотношении  $A_p \leftrightarrow N_0$  зависит только от спектральных параметров излучающего и поглощающего слоев, которые остаются постоянными для данного измерения. На амплитуду сигнала абсорбционности не влияет матрица анализируемой пробы, соответственно возможны калибровка по неадекватным эталонам или безэталонный метод измерений.

Использование амплитуды сигнала абсорбционности в качестве аналитической информации снизило характеристические массы по сравнению со значениями, полученными на известных приборах, в которых регистрируется интеграл сигнала абсорбционности. Поскольку интеграл  $Q \leftrightarrow N_0 \tau_R$ , в графитовых печах длиной около 2 см  $\tau_R \approx 0,1 \text{ с}$ , соответственно значения характеристических масс в среднем уменьшатся в 10 раз.

Для получения правильных результатов анализа и уменьшения матричных влияний в состав анализируемой пробы добавляют химические модификаторы. Значительными источниками химических помех являются хлор- и сульфат-ионы. Для проверки их влияния в качестве синтетических матриц используют растворы хлоридов натрия и сульфата магния. В хлоридных матрицах фоновое поглощение уменьшается при введении в пробу азотной кислоты. Универсальным химическим модификатором является палладий, который широко применяется в процессах определения легко- и среднелетучих элементов. Палладий в сочетании с магнием снижает фоновое поглощение хлоридных и сульфатных матриц. Например, при определении Pb методом БНП влияние хлоридов до концентраций 100 г/л и сульфатов до 10 г/л практически отсутствует, что свидетельствует об эффективности данной технологии при анализе проб со сложным матричным составом.

Использование в атомно-абсорбционных спектрометрах с БНП в качестве аналитической информации амплитудных значений сигналов и специальных алгоритмов обработки на основе метода параллельного во времени накопления информации обеспечило пределы обнаружения концентраций

Таблица 4  
Пределы обнаружения (мкг/л, ppb) спектрометра КВАНТ-Z.ЭТА в режиме быстрого нагрева печи

Ag	Al	As	Au	Ba	Be	Cd	Cr	Cu	Mn	Mo	Pb	Pt
0,0005	0,01	0,06	0,007	0,1	0,001	0,0008	0,001	0,006	0,002	0,025	0,01	0,2

до 0,5—1 нг/л, т. е. *наноконцентраций*. Применение метода усреднения текущих значений сигналов позволяет не только обнаружить статистически, но и визуализировать аналитические сигналы, соответствующие столь низким концентрациям.

В ООО «Кортэк» (Москва) разработан и производится электротермический атомно-абсорбционный спектрометр КВАНТ-Z.ЭТА, реализующий режим БНП. Спектрометр включен в государственный реестр средств измерений. Его пределы обнаружения, полученные в режиме электротермической атомизации БНП [7], приведены в табл. 4.

В спектрометре КВАНТ-Z.ЭТА коррекция фонового поглощения осуществляется на основе избирательной модуляции коэффициента атомного поглощения в переменном магнитном поле (обратный эффект Зеемана). Оптическая схема упрощена благодаря использованию продольного магнитного поля с индукцией 0,7 Тл, поскольку в расщепленном мультиплете отсутствуют компоненты, положение которых совпадает с невозмущенной спектральной линией. При наложении продольного переменного поля на графитовую печь в однолучевой оптической схеме спектрометра реализуется формат двухлучевых двухканальных измерений с коррекцией фонового поглощения, низкочастотных флуктуаций интенсивности излучения и др. Основными функциями программного обеспечения являются управление спектрометром, обработка и регистрация сигналов, в том числе атомной и фоновой абсорбционности, текущей температуры внутренней стенки печи, кинетических и диссипационных параметров, а также интегральных и амплитудных сигналов атомной абсорбционности, включая усреднение по специальным алгоритмам.

Для электротермических атомно-абсорбционных спектрометров в режиме STPF при измерении минимальных концентраций характерным диапазоном является 0,1—1 мкг/л. Однако для решения многих важных аналитических задач эти пределы велики и требуется более высокая чувствительность. Это вынуждает применять предварительное концентрирование определяемого элемента или альтернативные методы анализа, например, масс-спектрометрические с атомизацией в индуктивно-связанной плазме. Нижняя граница чувствительности этого метода согласно пределам обнаружения, полученным на комплексе ELAN 6100 (PerkinElmer), составляет 0,001 мкг/л = 1 нг/л. В то же время высокая стоимость и сложность комплекса ограничивают возможности его приобретения и эксплуатации. Для КВАНТ-Z.ЭТА минимально измеряемые концентрации лежат в диапазоне 0,001 — 0,1 мкг/л или 1 — 100 нг/л. Например, предельно допустимая концентрация таллия в питьевой воде 0,1 мкг/л, что делает принципиально невозмож-

ным прямое определение этого токсичного элемента на современном электротермическом атомно-абсорбционном оборудовании, и возможным — на спектрометре КВАНТ-Z.ЭТА.

Метод электротермической атомно-абсорбционной спектрометрии в режиме БНП с амплитудной регистрацией и параллельным усреднением результатов позволил повысить чувствительность приборов и снизить уровень определения минимальных концентраций элементов примерно на два порядка по сравнению с современными электротермическими атомно-абсорбционными спектрометрами, находящимися на мировом рынке.

В современной атомно-абсорбционной спектрометрии базовым является метод, заключающийся в непосредственном измерении коэффициента поглощения в центре контура спектральной линии, излучаемой источником — лампой с полым катодом, селективной по отношению к определяемому элементу. В этом направлении атомно-абсорбционное приборостроение развивалось от первого прибора Уолша и до настоящего времени. Параллельно проводились исследования схемы измерения с одним широкодиапазонным источником непрерывного спектра, дающим возможность получить атомный спектр поглощения всех элементов, определяемых атомно-абсорбционным методом. Исследователи и конструкторы разных стран преодолели множество трудностей методического и инструментального характера. Для получения пределов обнаружения и других характеристик, сопоставимых с характеристиками классических спектрометров, в схемах с источником непрерывного спектра принципиально было обеспечить высокие интенсивности излучения по всему спектру (из-за значительных оптических потерь) и, особенно, в интервале менее 220 нм, высокие спектральное разрешение и чувствительность фоторегистрации.

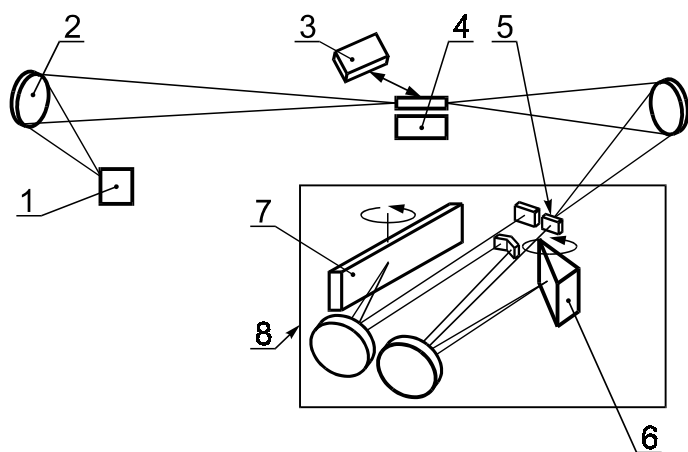
Фирма AnalytikJena AG (Германия), история которой началась с работ Аббе, Пульфриха и Цейсса, в 2004 г. представила первый коммерческий спектрометр contrAA 300 с пламенной атомизацией, реализующий новую технологию измерений с источником непрерывного спектра и оптикой высокого разрешения (High Resolution — Continuum Source) [8], назвав это «революцией» в атомно-абсорбционной спектрометрии. В 2006 г. был представлен первый спектрометр contrAA 700 с комбинацией пламенной и электротермической атомизации. В России спектрометры contrAA включены в государственный реестр средств измерений.

В спектрометрах contrAA для всех элементов и спектров служит один источник непрерывного излучения — ксеноновая дуговая лампа. Специальная геометрия электрода лампы создает активное пятно дуги — «горячее пятно», обес-

Таблица 5

Характеристики оптической схемы спектрометров contrAA

Входящие в схему устройства	Описание устройства
Монохроматор:  спектральный диапазон спектральная ширина щели разрешение Решетка Детектор Лампа	Оптимизированный двойной монохроматор Эшелле высокого разрешения. Предварительный монохроматор с кварцевой призмой. Высокая точность установки и автоматическая коррекция длины волны 190 — 900 нм 2 пм при 200 нм 1:145000 Решетка Эшелле CCD-детектор для малочумящих сигналов Ксеноновая дуговая лампа



Оптическая схема спектрометров contrAA:

1 — дуговая лампа; 2 — зеркала; 3 — печь; 4 — пламенный атомизатор; 5 — CCD-фотодетектор; 6 — призма; 7 — Эшелле-решетка; 8 — монохроматор высокого разрешения

печивающее высокую плотность излучения и непрерывную эмиссию по всему диапазону 190 — 900 нм с  $\lambda_{\text{max}} \approx 500$  нм. Мощность лампы 300 Вт, поджиг выполняется импульсом 30 кВ, лампа расположена в водоохлаждаемом корпусе.

В спектрометрах применена оригинальная оптическая система (табл. 5) по схеме Литтрова с фокусным расстоянием  $f = 400$  мм (рисунок). Двойной Эшелле-монохроматор с призмой и решеткой, двигающимися синхронно, при компактности конструкции позволяет получить разрешение 2 нм в диапазоне 190 — 900 нм. В любой момент времени в спектрометрах доступны все спектральные линии: резонансные анализируемых элементов и вторичные, что позволяет за секунды перейти от одного элемента к другому. Стабилизация монохроматора по длине волны осуществляется с помощью встроенного источника излучения (неоновой лампы). Точность установки длин волн достигается калибровкой и регулировкой на определенных спектральных линиях неона.

Фотоприемник — CCD-детектор (ПЗС-матрица) — сборка миниатюрных полупроводниковых (кремниевых) детекторов-пикселей (200 независимых пикселей), представляющих собой МОП-конденсаторы (МОП — металл-оксид-полупроводник). Пиксел формирует заряд, пропорциональный интенсивности падающего излучения и времени экспонирования. Малошумящий фотоприемник обеспечивает высокие чувствительность и пространственное разрешение, дает возможность определять интенсивность резонансной спектральной линии и ее спектральное окружение порядка 1 нм. Размеры пикселя позволяют регистрировать интенсивность

(абсорбцию) разрешаемой спектральной линии в несколько пикселей, что обеспечивает разрешение 2 пм/пиксел и необходимую чувствительность.

Для достижения требуемых точности и стабильности измерений в спектрометрах реализован формат двухлучевой измерительной системы. Одновременно с измерением аналитического сигнала выполняется коррекция фона, кроме того, из спектра автоматически удаляются дрейф лампы, помехи пламени, молекулярные помехи от компонентов проб, спектральные помехи на спектральной линии определяемого элемента и др. Упрощена процедура измерений, в том числе при смене анализируемых элементов, встроена библиотека методик анализа. Предусмотрен последовательный мультиэлементный анализ, особенно эффективный в режиме пламенной атомизации. Пределы обнаружения, полученные на атомно-абсорбционных спектрометрах contrAA в режимах пламенной и электротермической атомизации [8], приведены в табл. 6.

Методические особенности, характеристики, условия и результаты применения атомно-абсорбционного метода и спектрометров с источником непрерывного спектра и спектрометров contrAA в режимах пламенной и электротермической атомизации рассмотрены в [9, 10] и др.

1 января 2010 г. в России введен в действие стандарт [11], разработанный во ВНИИОФИ. Стандарт распространяется на государственную поверочную схему для средств атомных спектральных измерений содержания компонентов в твердых и жидких средах и устанавливает порядок передачи размеров единиц массовой доли (процент, %) и массовой концентрации (грамм на кубический дециметр, г/дм<sup>3</sup>) от государственного эталона единиц массовой доли и массовой концентрации компонентов в твердых и жидких средах, воспроизводимых методами атомных спектральных измерений в спектральном диапазоне 0,19—1,0 мкм с помощью рабочих эталонов, рабочим средствам измерений с указанием погрешностей и основных методов поверки.

Стандарт [11] содержит три раздела (Государственный эталон. Рабочие эталоны. Рабочие средства измерений) и Приложение А (обязательное).

Государственный эталон (специальный) включает спектрометрические комплексы: атомно-абсорбционный, атомно-флуоресцентный, интерферометрический и спектрометрический с системой источников атомно-эмиссионных излучений, атомно-эмиссионный тлеющего разряда, с индуктивно-связанной плазмой и чистые вещества с установленными значениями величин, характеризующих содержание компонента, или вещества, аттестованные на содержание примесей с минимальной на настоящий момент неопределенностью.

Таблица 6

Пределы обнаружения (мкг/л, ppb) спектрометров contrAA

Режим атомизации	Al	Ag	Ba	Cr	Si	Sn	Sr	Mo	Ni	Pb	Tl	Cu	Fe
Пламенный	22	1	10	5	80	80	1	15	1,2	5	20	1	1
Электротермический	0,01	0,02	0,3	0,01	0,1	0,2	0,2	0,08	0,04	0,03	0,2	0,02	0,01

*Рабочие эталоны:* 0-го разряда содержат комплексы аналитических и измерительных установок, стандартные образцы состава жидкостей, металлов и сплавов, эталонные комплексы средств измерений атомно-эмиссионных спектров, источники атомно-эмиссионного излучения; 1-го разряда включают стандартные образцы состава жидкостей, металлов и сплавов, источники атомно-эмиссионного излучения.

*Рабочие средства измерений.* К ним относятся спектрофотометрические анализаторы жидкостей, масс-спектрометры, атомно-абсорбционные спектрометры, оптико-эмиссионные спектрометры, рентгенофлуоресцентные спектрометры, спектрометры с индуктивно связанной плазмой, люминесцентные анализаторы и другие средства спектральных измерений различных типов, применяемые для определения массовой доли и концентрации компонентов в твердых и жидких средах.

Стандарт [11] устанавливает требование к рабочим средствам атомно-спектральных измерений: пределы допускаемых относительных погрешностей рабочих средств измерений единиц массовой доли и концентрации компонентов в твердых и жидких средах должны быть не более 10 %.

*Приложение А (обязательное):* государственная поверочная схема для средств атомных спектральных измерений содержания компонентов в твердых и жидких средах в диапазоне длин волн 0,19 — 1,0 мкм.

#### Л и т е р а т у р а

1. **Львов Б. В.** Атомно-абсорбционный спектральный анализ. М.: Наука, 1966.
2. **Карабегов М. А.** О методологических основах метрологии атомно-абсорбционных спектрометров // Журнал прикладной спектроскопии. 1984. Т. 4. № 2. С. 190—195.

3. **Спектрометрическое** оборудование фирмы Perkin Elmer [официальный сайт]. [http://: www. Soctrade-lab.ru/catalog/perkin/](http://www.Soctrade-lab.ru/catalog/perkin/) (дата обращения: 10.04.2010).

4. **Rcheulishvili A. N. e. a.** Absorption signal in a new «Pulse Evaporator — Cylindric Flame» atomizer in atomic — absorption spectrometry // Georgian engineering news. 1999. № 4. P. 32—38.

5. **Пат. 2105288 РФ.** Способ атомно-абсорбционного анализа жидких проб и атомно-абсорбционный спектрометр для осуществления способа (варианты) / Ю. М. Садагов // Изобретения. 1998. № 5.

6. **Садагов Ю. М. и др.** Электротермическая атомно-абсорбционная спектрометрия: от кюветы к быстро нагреваемым печам с балластом // Метрология. 2007. № 9. С. 25—44.

7. **ООО «КОРТЭК»** [официальный сайт]. [http://: www. cortec.ru](http://www.cortec.ru) (дата обращения: 10.04.2010).

8. **Фирма AnalytikJena AG** [официальный сайт]. [http://: www. analytikjena.com](http://www.analytikjena.com) (дата обращения: 10.04.2010).

9. **Welz B. e. a.** High — resolution continuum source AAS. The better way to do atomic — absorption spectrometry. Berlin: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2005.

10. **Пупышев А. А.** Атомно-абсорбционные спектрометры высокого разрешения с непрерывным источником спектра // Аналитика и контроль. 2008. Т. 12. № 3—4. С. 64—92.

11. **ГОСТ Р 8.649—2008.** ГСИ. Государственная поверочная схема для средств атомных спектральных измерений содержания компонентов в твердых и жидких средах в диапазоне длин волн от 0,19 до 1,0 мкм.

*Дата принятия 13.05.2010 г.*