

## ЭФФЕКТИВНОСТЬ МОДИФИКАТОРА ПРИ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОМ АНАЛИЗЕ С ДВУХСТАДИЙНОЙ ЗОНДОВОЙ АТОМИЗАЦИЕЙ В ГРАФИТОВОЙ ПЕЧИ

Захаров Ю.А., Ирисов Д.С., Мусин Р.Х., Хайбуллин Р.Р.  
Казанский (Приволжский) федеральный университет, Казань, Россия  
*zaha1964@yandex.ru*

**DOI: 10.26902/ASFE-11\_105**

При одностадийной атомизации некоторых проб мощности модификаторов не всегда хватает для устранения матричных помех. К таким трудным объектам относится человеческая моча, часто анализируемая на As, Se, Cd и другие микроэлементы. Матрица мочи подавляет аналитический сигнал и порождает тонко структурированный молекулярный фон PO, NaCl и NO, который не компенсируется дейтериевыми и зеемановскими корректорами обычных спектрометров [1]. Спектрометр высокого разрешения с источником сплошного просвечивающего излучения типа ContraAA 700 (Analytik Jena) требует для компенсации составлять модельный спектр, последовательно атомизируя компоненты матрицы в виде чистых химических реагентов. Помеха ухудшает пределы обнаружения элементов.

В докладе представлены результаты разработки методики прямого анализа указанных элементов в моче с помощью двухстадийной зондовой атомизации на спектрометре ContraAA 700, оснащенный приставкой АТЗОНД. Показано, что применение палладиевого модификатора устраняет на второй стадии атомизации мешающий структурированный фон от NaCl в районе линии As 193,696 нм и от NO вокруг Se 196,026 нм, а главное, отделяет импульсы атомной абсорбции от сохраняющегося спектра PO, задерживая появление атомов в газовой фазе печи почти на секунду. Это эффект обеспечивает 2,5 мкг Pd на 5 мкл цельной мочи, дозируемых совместно в печь. Специфика состоит в том, что после высушивания этой смеси пиролиз не нужен, и сухой остаток пробы сразу атомизируют с внутренним потоком аргона. Образующийся пар выносится из дозирочного отверстия печи и фракционно конденсируется на подставленном вольфрамовом зонде. Существенная доля азота, кислорода и хлора улетучивается и не мешает взаимодействию палладия с аналитами в конденсате при последующей атомизации с поверхности зонда, опускаемого в нагретую печь. В докладе обсуждаются механизм этого процесса с привлечением данных электронной микроскопии конденсата, а также перспективы создания методики одновременного многоэлементного анализа мочи на приборе типа [2], учитывая одинаковость программы атомизатора для интересующих элементов при использовании зонда.

### *Список литературы*

1. Becker-Ross H., Florek S., and Heitmann U. Observation, identification and correction of structured molecular background by means of continuum source AAS - determination of selenium and arsenic in human urine // J. Anal. At. Spectrom. 2000. V. 15. P. 137-141.
2. Labusov V.A., Boldova S.S., Selunin D.O., Semenov Z.V., Vashchenko P.V. and Babin S.A. High-resolution continuum-source electrothermal atomic absorption spectrometer for simultaneous multi-element determination in the spectral range of 190–780 nm // J. Anal. At. Spectrom. 2019. V. 34. P. 1005-1010.