

УДК 542

**ЧИСТОТА ЛАБОРАТОРНОЙ ПОСУДЫ – ЗАЛОГ  
ДОСТОВЕРНЫХ И ТОЧНЫХ ИЗМЕРЕНИЙ****Т.П. Столбоушкина, А.А. Стахеев**

*ФГУ «ВНИИФТРИ», Менделеево, Московская обл.  
stolboushkina@vniiftri.ru*

*Измерение следовых количеств с каждым годом становится все более и более актуальной проблемой. В данной работе проведен обзор возможных источников загрязнений проб и способы их минимизации. Подобрана и опробована технология очистки лабораторных пробирок из полипропилена, используемых для измерений неорганических компонентов на уровне следовых количеств.*

*Measurements of trace quantities each year is becoming an increasingly important problem. This work shows a review of possible sources of sample contamination and ways of its minimization. Technology of laboratory test tubes cleaning made of polypropylene used for measurements of nonorganic components at the level of trace quantity was chosen and tested.*

*Ключевые слова: следовые количества, технологии очистки.*

*Key words: nonorganic components, technology of test tubes cleaning.*

Проблема измерения следовых количеств актуальна для многих областей науки и техники, поскольку даже малейшие концентрации примесей элементов могут повлиять на широкий круг разнообразных физических свойств материалов и химических процессов и, зачастую, определяют качество этих материалов. Так, например, незначительные изменения в составе примесей варьируют свойства базового полупроводникового материала до такой степени, что могут изменить тип его проводимости прямо на противоположный (р- и n-полупроводники). Следовые количества примесей влияют на качество продуктов питания и питьевой воды. Процессы жизнедеятельности живой клетки также обусловлены содержанием в ней микроэлементов, что предполагает необходимость контроля их перемещения в биосистемах, особенно от почв к растениям и животным и, следовательно, к человеку. Определение следов веществ играет важную роль при проведении криминалистической экспертизы, при исследовании археологических и искусствоведческих объектов.

С каждым годом все чаще возникает необходимость в определении примесей в веществах и материалах на уровне  $10^{-7}$ – $10^{-8}$  %. Очевидно, что традиционные химические методы анализа здесь малоэффективны, а в некоторых случаях их использование и вовсе нецелесообразно. При выборе подходящего метода для анализа следовых элементов в различных материалах и веществах определяющими являются такие критерии, как чувствительность, точность, воспроизводимость и избирательность метода.

Разработка и применение физико-химических методов анализа позволили снизить пределы обнаружения элементов до уровня  $10^{-9}$  %. Наиболее широкое распространение получили спектрометрические методы: атомно-абсорбционная спектрометрия (ААС), оптико-эмиссионная спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-ОЭС) и масс-спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-МС), особенно при анализе объектов неорганической природы. Ввиду неоспоримых преимуществ данных методов, таких как высокая чувствительность, экспрессность, возможность многоэлементного анализа в широком диапазоне концентраций, с каждым годом на территории Российской Федерации существенно увеличивается количество аналитических лабораторий, оснащенных спектрометрами [1].

При выполнении элементного анализа в диапазоне малых концентраций ( $10^{-6}$  –  $10^{-9}$  %) возникает ряд проблем, одной из которых является риск возникновения различных систематических и случайных ошибок, связанных с загрязнением проб. И если при измерении относительно высоких концентраций такие источники считаются незначительными, то при измерении следовых количеств они же становятся определяющими. Так, загрязнение пробы нецелевыми элементами, может привести к появлению интерференций, к дальнейшему завышению или занижению аналитического сигнала и, следовательно, к искаженным результатам измерений. Загрязнение пробы целевым элементом приводит к более высокому пределу обнаружения метода, что в свою очередь снижает аналитические возможности.

Рассмотрим основные источники загрязнений проб при проведении измерений столь низких концентраций веществ, а также возможные способы их предотвращения. Одним из наиболее серьезных источников загрязнений являются реактивы. Применяемые в процессе пробоподготовки к измерениям реактивы, зачастую используют в гораздо больших количествах по сравнению с количеством исследуемого образца. В воде и растворителях содержатся различные примеси, некоторые – на уровне не более  $10^{-6}$  %, однако даже такие примеси будут концентрироваться в исследуемой пробе в процессе пробоподготовки. В связи с этим, все вспомогательные реактивы должны быть подвергнуты анализу на предмет содержания примесей и, при необходимости, пройти предварительную очистку. Так, для проведения измерений методом атомно-абсорбционной спектроскопии, оптико-эмиссионной спектрометрии, масс-спектрометрии и другими чувствительными методами анализа применяют специальные установки для получения сверхчистой воды I типа, свободной от следов неорганических компонентов, и специальные системы очистки минеральных кислот от следов металлов методом некипящей перегонки.

Само лабораторное помещение также является источником загрязнения проб. Воздух лаборатории содержит частицы, которые могут быть источником самых различных элементов. Для того, чтобы избежать загрязнения проб из окружающей среды, анализ на содержание следовых количеств веществ должен проводиться в отдельном специальном чистом помещении с усиленной вентиляцией; продолжительность контакта пробы с воздухом на стадиях пробоподготовки и непосредственно при проведении измерений необходимо максимально сократить; на всех стадиях процесса подковки применять специальную аппаратуру для выпаривания и высушивания, которое минимизирует перенос частиц в воздух помещения.

Получение особо чистых реагентов и оборудование чистого помещения – процессы дорогие, требующие большого количества времени и трудозатрат. Однако все эти немалые вложения могут пройти впустую, если не учесть не самый очевидный, но весомый источник загрязнений – лабораторную посуду. Отбор проб, хранение образцов, транспортировка, пробоподготовка и многие другие операции, выполняемые в процессе проведения аналитических измерений, – все эти операции выполняются с применением значительного количества лабораторной посуды. В настоящее время существует множество материалов, из которых изготавливается посуда для лабораторных нужд. При выборе посуды для проведения измерений на столь низких уровнях концентраций необходимо руководствоваться возможными загрязнениями, вносимыми с поверхности сосудов, а также возможными загрязнениями, присутствующими в материале, которые могут выщелачиваться в пробу. Как только раствор контактирует с контейнером, каждый элемент, присутствующий в материале этого контейнера, будет присутствовать на более или менее высоком уровне в растворе. С точки зрения выщелачивания наихудшим вариантом использования является посуда из борсиликатного стекла, которое содержит ряд элементов в качестве основных или второстепенных компонентов, а также множество других элементов на очень высоком уровне следов. Кроме того, высока вероятность потерь элементов вследствие адсорбции на стенках посуды из стекла [2].

Кварц – самый чистый материал, который коммерчески доступен на рынке лабораторной посуды. Как натуральный, так и синтетический, кварц является наиболее предпочтительным материалом посуды, применяемой в анализе следовых элементов (кроме измерений Si), но в то же время является и самым дорогим материалом в данном сегменте. Оптимальным вариантом по соотношению «цена-качество» является лабораторная посуда, изготовленная из полимерных материалов: фторированных полимеров (PTFE,

PFA, FEP), полиэтилена (PE) и полипропилена (PP). Наибольшее применение в лабораториях нашли одноразовые полипропиленовые пробирки. В большинстве случаев все необходимые полуфабрикаты и пластиковые изделия производятся не в чистых условиях. Как правило, производство расположено в довольно запыленных заводских помещениях. В процессе производства, пробирки могут контактировать с различными металлами и материалами. Поэтому крайне важна технология очистки поверхности применяемых в анализе пробирок. В ходе работы была подобрана наиболее эффективная технология очистки, с учетом затрачиваемого времени и усилий, а также количества используемой высокочистой азотной кислоты.

Очистка полипропиленовых пробирок представляет собой пятиступенчатый процесс, схема которого приведена на рисунке 1. В процессе промывки используется особо чистая 2 % азотная кислота, предварительно подвергнутая двукратной перегонке без кипения и сверхчистая вода I типа.

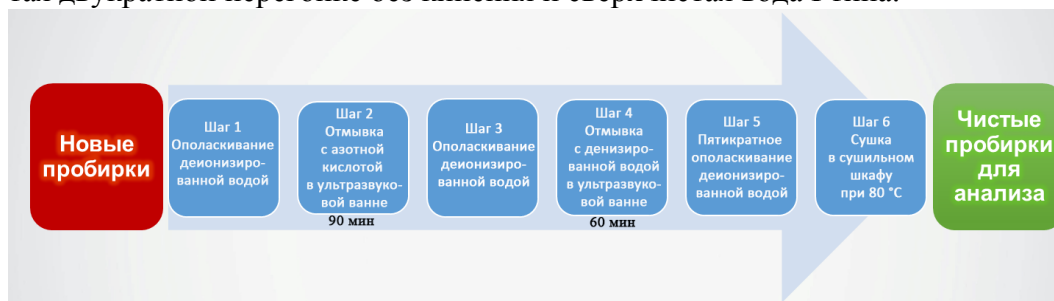


Рис. 1. Блок-схема процесса очистки полипропиленовых пробирок для анализа на следовые элементы

Результаты смывов с новой пробирки и с пробирки, прошедшей процесс очистки, приведены в таблице 1. Измерения проводились методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой.

Таблица 1

Элемент	Смыв с новой пробирки (мкг/дм <sup>3</sup> )	Смыв с пробирки после очистки (мкг/дм <sup>3</sup> )
Al	6,43	< 0,05
Ca	31,8	< 0,20
Fe	4,60	< 0,20
Mg	3,70	< 0,01
Zn	10,10	< 0,02

Таким образом, из полученных результатов можно сделать вывод, что данная технология позволяет максимально снизить концентрации загрязняющих элементов практически до уровня пределов обнаружения метода ИСП-МС. Посуду, изготовленную из полипропилена и подготовленную по вышеописанной технологии, можно использовать для измерений на следовые элементы методами ИСП-ОЭС, ИСП-МС и ААС. Процесс очистки высокоэффективен и сведен к минимуму по трудоемкости, по затратам времени и количеству используемых высокочистых дорогостоящих реагентов.

#### Литература

1. Стахеев А.А., Добровольский В.И., Гусев Л.Ю. О разработке государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) концентрации неорганических компонентов в водных растворах на основе гравиметрического и спектральных методов / Тезисы докладов Всероссийской научно-технической конференции «Метрология физико-химических измерений», 2015, с. 50–52.
2. Сендел Е. Колориметрические методы определения следов металлов – М.-Л.: Госхимиздат, 1949. – 560 с.