

С. Силаев

Руководитель отдела систем очистки воды Московского представительства компании "Миллипор"
117198, Москва, Ленинский проспект, 113/1, офис E-718
info@millipore.ru

Введение

С появлением новых инструментальных средств предел обнаружения следовых количеств элементов становится всё ниже и ниже. Современные регистраторы, при соблюдении определённых требований, позволяют выделять в исследуемом образце элементы на уровне нг/л и пг/л. Новое оборудование предъявляет более высокие требования к качеству реагентов, используемых при приготовлении стандартных растворов и образцов для базовых экспериментов. Выбор инструментальных средств зависит от исследуемых элементов и условий проведения измерений. Наиболее известными являются плазменная FAAS или электротермическая атомно-абсорбционная спектрометрия ETAAS и оптико-эмиссионная ICP-OES или масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой ICP-MS.

Материалы и методики измерения

Инструментальные средства

Масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой

Не смотря на то, что новые технические разработки повышают чувствительность анализаторов и расширяют предел выделения элементов, основной проблемой остаются ограничения, накладываемые инструментальными средствами, например, трудности, возникающие при одновременной регистрации нескольких элементов. По этой причине предпочтение для многоэлементного анализа на следовом уровне отводится масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой ICP-MS. Методика позволяет выполнять быстрый анализ неизвестных образцов на качественном уровне и количественный многоэлементный анализ на уровне регистрации ppt (нг/л) и даже ppq (пг/л). ICP-MS анализаторы применяются в медицине для обнаружения тяжёлых металлов, в экологическом мониторинге при выделении следовых количеств металлов, в ядерной физике для разделения изотопов и в микроэлектронной промышленности для анализа элементов на сверхнизком уровне в реагентах и в воде сверх высокой степени очистки. Хотя основное программное обеспечение поставляется вместе с ICP-MS анализатором, метод требует определённых навыков в получении и обработки данных. Предел определения зависит от исследуемого элемента, матрицы, условий подготовки образцов и условий эксплуатации анализатора.

Влияние загрязнений

При выполнении измерений особое внимание отводится снижению уровня загрязнения.

Новые пределы регистрации на уровне ppt выдвигают повышенные требования к чистоте образцов. От их качества зависит расположение базовой линии и результаты последующих измерений. Существовавшие до недавнего времени методы очистки воды уже не удовлетворяют новым аналитическим возможностям. ICP-MS анализатор позволяет проводить элементный анализ на уровне ниже ppt только при высокой степени очистки образцов.

Система очистки воды

На расположение базовой линии элемента влияют такие факторы, как чистота растворов, применяемых для подготовки образцов, чистота контейнера и условия проведения измерения. Для подготовки образцов используется сверхчистая вода. Измерения часто сопровождаются с фоновыми измерениями воздуха, чистой кислоты или сверхчистой воды. Сверхчистая вода, произведённая системой Milli-Q, вызывает меньшую спектральную интерференцию, чем азотная кислота. Хотя в процессе очистки кислота проходит термическую обработку, следовые концентрации элементов в кислоте превышают их содержание в сверхчистой воде. Доказано, что удельное сопротивление 18,2 Мом/см больше не является «сертификатом качества» сверхчистой воды. Исследования показывают, что оптимальное расположение базовой линии можно получить, если содержание примесей в сверхчистой воде измеряется на уровне ppt и ниже. При хранении сверхчистой воды возрастает риск её повторного загрязнения. Проведённые исследования показали снижение качества сверхчистой воды в зависимости от продолжительности её хранения. Кроме чистого воздуха в лаборатории нужна и сверхчистая вода. Инструментальные средства, по крайней мере, место подготовки образцов, должны быть расположены рядом с системой очистки воды.

Система предварительной очистки воды

Водопроводная вода проходит несколько ступеней очистки в системе Elix, прежде чем становится пригодной для последующей обработки в системе сверхвысокой очистки. Для очистки воды в системе Elix применяются технологии обратного осмоса и непрерывной электродеионизации. Последняя позволяет получать воду, свободную от ионных примесей. При высоком удельном сопротивлении воды на выходе модуля



электродеионизации качество воды сохраняется неизменным и не зависит от флуктуаций ионных примесей на его входе. Ионообменные смолы модуля не заменяются и непрерывно регенерируются постоянным током. Очищенная системой Elix вода накапливается в промежуточном резервуаре и затем проходит «полировку» в системе Milli-Q. Запас воды в резервуаре позволяет

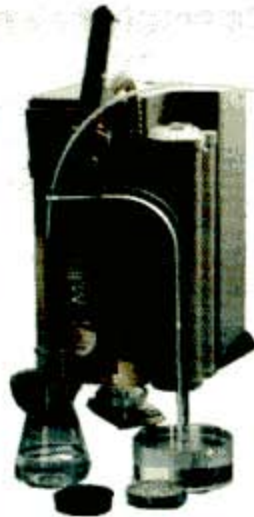
поддерживать систему Milli-Q в заданных условиях эксплуатации. Многочисленные эксперименты по хранению очищенной воды позволили разработать оптимальную его конструкцию и выбрать соответствующие материалы, экстрагирующие минимальное количество примесей. В результате были созданы полиэтиленовые резервуары с гладкими стенками, цилиндрической формы и коническим основанием. Вентиляционные отверстия резервуаров защищены многослойными фильтрами, задерживающими частицы, бактерии, летучие органические соединения и углекислый газ.

Система сверхвысокой очистки воды Milli-Q Element

В системе сверхвысокой очистки Milli-Q Element используются смешанные ионообменные смолы. Смолы распределены между двумя картриджами. Корпуса картриджей выполнены из чистого полипропилена, с низкой экстрагирующей способностью. Перед картриджами установлена ультрафиолетовая лампа с комбинированным излучением на длинах волн 185 и 254 нм. Продукты фотоокисления и пропущенные первым картриджем элементы задерживаются во втором картридже. Ультрафио-

летовая обработка воды позволяет получать бланковые растворы и стандарты высокой степени очистки. Следы бора удаляются ионообменными смолами первого картриджа.

Контроль параметров воды выполняется по удельному сопротивлению. Сверхточный датчик сопротивления коаксиального типа, установленный между двумя картриджами, позволяет выявлять снижение сопротивления воды на ранних стадиях без изменения параметров воды на выходе системы. В точке отбора сверхчистой воды установлен 0,1 мкм мембранный фильтр, разработанный специально для критических применений на сверхнизком следовом уровне. Заряженная мембрана фильтра выполнена из полиэтилена сверхвысокой плотности и позволяет удалять следы коллоидных примесей. Фильтр устанавливается непосредственно в ламинарном шкафу. Расстояние от системы очистки до фильтра не должно превышать трёх метров. Подача воды включается автоматически педальным переключателем.



Данная линия получения сверхчистой воды позволяет получить воду со следующим содержанием ионов (ppt):

⁷ Li	²³ Na	²⁴ Mg	²⁷ Al	⁴⁰ Ca	⁵² Cr	⁵⁵ Mn
0.034	0.32	0.34	0.18	6.8	<0.082	0.4
⁵⁶ Fe	⁵⁹ Co	⁵⁸ Ni	⁶³ Cu	⁶⁴ Zn	²⁰⁸ Pb	
0.46	0.5	0.5	0.067	4.4	0.94	

Вода с данными характеристиками идеально подойдет для лаборатории тонкого инструментального анализа.

MILLIPORE

Московское представительство MILLIPORE
117198 Москва, Ленинский проспект, 113/1, офис E-718
Тел./Факс: (095) 931 91 91,
931 91 87,
956 78 30
E-mail: info@millipore.ru www.millipore.ru

Корпорация МИЛЛИПОР предлагает:

- системы для получения чистой и сверхчистой воды
- фильтрационное оборудование и материалы для лабораторной пробоподготовки
- ультрафильтрационные концентрирующие системы лабораторного и промышленного масштабов