

PRIMENA ATOMSKE APSORPCIONE SPEKTROMETRIJE ZA ANALIZU GVOŽDA I ČELIKA

II. Primena elektrotermičke atomske apsorpcione spektrometrije

Primljeno: 1989-11-23

Prihvaćeno: 1990-02-19

Pregledni rad

U radu je dat pregled primene bezplamene, odnosno elektrotermičke atomske apsorpcione spektrometrije za analizu gvožđa i čelika.

APPLICATION OF ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY TO THE ANALYSIS OF IRON AND STEEL. II. Application of Electrothermal Atomic Absorption Spectrometry. *The application of the electrothermal atomic absorption spectrometry in the analysis of iron and steel has been reviewed.*

Atomska apsorpciona spektrometrija koja koristi elektrotermičku atomizaciju, odnosno grafitnu peć, ima široku primenu u određivanju sadržaja elemenata zastupljenih u tragovima. Ova primena je u najvećoj meri kao rezultat značajnog povećanja osetljivosti ove tehnike u odnosu na plamenu atomsku apsorpcionu spektrometriju (AAS). Ovo se postiže time što su peći tako napravljene, da se i jednom veoma malom volumenu isparavaju uzorci i veoma brzo atomizuje ispitivani element. Time se dobija visoka koncentracija gasne faze elemenata koji se analiziraju i duže vremena zadržavaju u zraku svetlosti. Ovim se dobija daleko bolja osetljivost kao i niža granica detekcije u odnosu na plamenu AAS. Druga značajna prednost ove tehnike je veoma mala masa uzoraka koji se analizira kao i mogućnost direktne analize čvrstih uzoraka.

Međutim, pri radu sa elektrotermičkom atomskom apsorpcionom spektrometrijom (ETAAS) pojavljuju se i određeni problemi o kojima treba uvek voditi računa. To je, pre svega, smanjenje osetljivosti zbog formiranja karbida sa ugljenikom, niži stepen atomizacije, smanjenje atomizacije zbog penetracije uzorka u grafitu, relativno veća background emisija od grafita ili površine ugljenika, gubitak uzorka difuzijom preko zidova atomizera, uticaj matriksa i dr. Zbog svega ovoga, bitno je da se svi ovi mogući problemi razmotre pri svakom određivanju.

Iako su osnovni principi ETAAS dati od strane L'vova još 1961 godine [1], njena primena je otpočela tek kasnijih šezdesetih i početkom sedamdesetih godina nakon uvođenja komercijalnih instrumenata.

Primena ETAAS za analizu gvožđa i čelika je velika. Primenjuje se za određivanje velikog broja elemenata u ovim materijalima, posebno za elemente sa veoma niskim koncentracijama. Prve publikacije o primeni ETAAS za analizu gvožđa i čelika prezentirane su 1974. godine i to od strane više autora: Welcher i saradnici [2], Frech [3], Shaw i Ottaway [4] i Atsuya i Sigiura [5]. Svi ovi radovi tretiraju određivanje pojedinih elemenata u gvožđu i čeliku.

Doc. dr Trajče Stafilov, Prirodno-matematički fakultet, Univerzitet »Kiril i Metodij«, 91000 Skopje

nakon njihovog rastvaranja. Nešto kasnije, pojavljuju se i publikacije u kojima se prezentira mogućnost direktnog analiziranja čvrstih uzoraka gvožđa i čelika pomoću ETAAS [6, 7].

U svim ovim, a i kasnijim publikacijama posvećuje se pažnja, pre svega, interferenciji matriksa na određivanju pojedinih elemenata, njihovoj eliminaciji, kao i određivanju uslova za izvođenje analize (temperatura i vreme sušenja, žarenja i atomizacije, protok neutralnog gasa i drugo). U radovima koji tretiraju unošenje prethodno rastvorenih uzoraka u grafitnu peć, posebno se tretira problem rastvaranja uzoraka i eventualni postupci koncentrisanja i separacije ispitivanih elemenata (ekstrakcije i drugo).

Aluminijum

U 1974. godini pojavljuje se prva publikacija o određivanju aluminijuma u čelicima pomoću ETAAS uz korišćenje grafitne peći kao atomizera. To je rad Atsuya-e i Sigiura-e [5] u kojem je opisana metoda koja omogućava određivanje aluminijuma u čelicima do 0,001%. Da bi se eliminisao uticaj gvožđa, vrši se njegova ekstrakcija pomoću metilzobutil ketona (MIBK). Aluminijum se nakon toga analizira u vodenom sloju. Primenjuju se sledeći uslovi rada na grafitnoj peći: vreme sušenja 20–50 s, temperatura sušenja 95°C, vreme žarenja 90 s, temperatura žarenja 1000°C, vreme atomizacije 20 s i temperatura atomizacije 2400°C. Shao [8] vrši takode direktno određivanje aluminijuma u rastvoru čelika, s tim što koristi $Mg(NO_3)_2$ kao matriks modifikator. Temperatura žarenja je 1500°C a atomizacije 2600°C.

Shao i Ottaway [9] određuju rastvorljiv i nerastvorljiv aluminijum u čelicima i to prvi u granicama od 0,002–0,01% a drugi od 0,0005–0,005%. Nakon rastvaranja čelika azotnom kiselinom, nerastvorljivi ostatak se topi i rastvara. Prisustvo azotne kiseline i žarenje uzorka na 1600°C omogućava eliminisanje pozadinske (background) apsorpcije. Kožušnikova [10] određuje samo rastvorljivi aluminijum u čelicima. Određuje se direktno iz

rastvora čelika dobivenim rastvaranjem samo azotnom kiselinom. Na ovakav način može da se određuje sadržaj rastvorljivog aluminijuma ispod 0,002%. S druge strane, Zayukova i Parazina [11] određuju samo metalni aluminij u čelicima u granicama od 0,01–0,12%.

Za selektivno rastvaranje metalnog aluminijuma vrši se njegovo bromiranje u etil-, butil- ili amilacetatu.

Modifikujući metodu Jenkins-a i Jones-a [12] za ekstrakciono-atomsko apsorpciono određivanje aluminijuma u čelicima, Cobb i saradnici [13] je primenjuju za određivanje aluminijuma pomoću grafitne peći. Ova metoda omogućava određivanje aluminijuma u čelicima od 0,0002–0,010%.

Antimon

Sredinom sedamdesetih godina publikovano je nekoliko radova za određivanje antimona pomoću ETAAS [3, 14, 15]. Frech [3] je, koristeći grafitnu peć tipa Massman, ustvrdio da se antimon može analizirati do koncentracije od 0,7 $\mu\text{g/g}$. On je ispitivao uticaj matriksa i ustanovio je da Cu, Co, Mn, Ti i Sn ne utiču na analizu dok uticaj kiselina (HCl, HNO₃), Fe i Ni može da se eliminiše povećavanjem temperature atomizacije. Ratcliffe i saradnici [14] predlažu takođe unošenje u grafitnu peć rastvora dobivenog rastvaranjem čelika samo sa HNO₃. Pri tome se postiže granica detekcije od 1 $\mu\text{g/g}$, dok Barnett i McLaughlin [15], koristeći sličan postupak, postižu granicu detekcije od 0,3 $\mu\text{g/g}$.

Kasnije, pojavljuju se još nekoliko publikacija o direktnom određivanju antimona uz pomoć grafitne peći iz rastvora dobivenih rastvaranjem čelika samo kiselinama [16–20]. Rastvaranje se obično vrši sa HCl i HNO₃ [17,18] ili sa HNO₃ i H₂SO₄ [16, 17]. Temperatura atomizacije se kreće između 2300–2400°C a vreme atomizacije je od 3–10 s. Kožišnikova i Kolarova [16] i Gravlewska i Glenc [19] su vršili ispitivanja uticaja drugih elemenata prisutnih u rastvoru. Utvrđeno je da prisustvo gvožđa najviše utiče na apsorpciju antimona, a zatim nikel, hrom i aluminijum, ako su prisutni u rastvoru u koncentracijama većim od 5 mg dm^{-3} . S druge strane, Kobayashi i saradnici [21] rastvaraju uzorak čelika kiselinama u autoklavu i koriste zlato kao unutrašnji standard.

Aziz-Alrahman i Headridge [22] određuje antimon u gvožđu i čeliku direktnim unošenjem čvrstog uzorka u grafitnu peć. Na ovaj način se može određivati sadržaj antimona u od 0,5 do 350 $\mu\text{g/g}$. Masa uzorka koji se direktno analizira je od 1–20 mg. Granica detekcije je 0,12 $\mu\text{g/g}$. Karyakin i saradnici [23] prevode uzorak čelika u koloidni sistem i određuju antimon (pored Pb, Sn i Bi) direktno pomoću ETAAS (temperatura žarenja 500°C, atomizacije 2300°C, vreme atomizacije 4 s) unoseći u grafitnu peć masu od 1 mg.

Da bi se smanjila granica detekcije određivanja antimona u čelicima, Plotnikova i saradnici [24] predlažu njegovu ekstrakciju zajedno sa Bi, Cd i Pb. Ekstrakcija se vrši sa MIBK iz rastvora koji sadrži NH₄I i H₂SO₄. Nakon ekstrakcije, ekstrakt se uparava a suvi ostatak rastvara sa HNO₃. Temperatura atomizacije primenjena u ovom radu je 2400°C a temperatura žarenja 550°C.

Arsen

Ratcliffe i saradnici [14] su publicirali podatke za određivanje arsena u čelicima pomoću ETAAS. Određuje se direktno iz rastvora dobivenih rastvaranjem uzoraka čelika sa HNO₃. Kasnije, i drugi autori primenjuju određivanje arsena direktno iz rastvora, pri čemu su dobivene slične vrednosti osetljivosti i granica detekcije [15, 19, 21, 25]. Optimalni uslovi za određivanje arsena pomoću grafitne peći iz rada Normana i saradnika [17] dati su u tabeli 1.

Tabela 1. Optimalni uslovi određivanja As pomoću grafitne peći prema [15]

Temperatura sušenja	100°C
Temperatura žarenja	900°C
Vreme žarenja	20s
Temperatura atomizacije	2500°C
Vreme atomizacije	10s

Bakar

Izučavajući efekte uticaja prisustva kiselina i gvožđa na određivanje bakra pomoću ETAAS, Atsuya i saradnici [26] su utvrdili granice do kojih prisustvo ovih komponenta ne utiče na analizu bakra. I Hara [27] predlaže direktno određivanje bakra iz rastvora čelika dobivenog rastvaranjem u autoklavu sa HCl i HF.

Takada i Hirokawa [28] predlažu metodu za direktno određivanje bakra (zajedno sa Mn, Ag i Pb) u čelicima direktnim unošenjem čvrstih uzoraka u grafitnu peć. Optimalna temperatura atomizacije je 2080°C, dok je detekciona granica 0,1 ng Cu.

Barijum

Zhukova u dva svoja rada [29, 30] prezentira postupak za određivanje barijuma pomoću ETAAS. Utvrđeno je da prisustvo gvožđa utiče na tačnost analize. Zato se Fe ekstrahira pomoću MIBK ili amilacetatom. Barijum se dalje koncentrira iz vodene faze pomoću jonskog izmenjivača KI-2×8, u amonijačnom obliku iz rastvora koji sadrže dimetiltriamin pentaacetat. Granica detekcije barijuma ovom metodom iznosi 5 $\mu\text{g/g}$. Utvrđeni su i optimalni instrumentalni uslovi pri radu sa grafitnom peći, temperatura sušenja je 100°C, žarenja 1600°C a atomizacije je 2700°C. Vreme za svaki stepen iznosi 15 s.

S druge strane, Fu i saradnici [31] i Kožušnikova [32] predlažu direktno određivanje barijuma u rastvorima čelika dobivenih rastvaranjem sa HNO₃. Utvrđeno je [32] da prisustvo aluminijuma (<2%) i kalcijuma (<0,1%) ne utiče na određivanje i da je optimalna temperatura žarenja 430°C a atomizacije 2820°C sa vremenom atomizacije 6 s.

Bizmut

Postoji veliki broj publikacija o određivanju bizmuta u gvožđu i čelicima primenom ETAAS. U jednim se predlaže određivanje nakon rastvaranja uzoraka [2, 18, 20, 24, 33] a u drugima se određivanje vrši direktnim unošenjem čvrstih uzoraka u grafitnu peć [6, 22, 23, 34–37]. Rastvaranje uzoraka se vrši različitim smešama kiselina: sa HNO₃ i HF [2], HCl i HNO₃ [20, 24, 33] ili sa HCl

i vinskom kiselinom [18]. Zbog povećavanje osetljivosti i eliminisanje matriks efekata, Plotnikova i saradnici [24] predlažu ekstrakciju Bi zajedno sa Sb, Pb i Cd sa MIBK, zatim uparivanje ekstrakta i rastvaranje suvog ostatka sa HCl. Frech [33] je detaljno ispitivao uticaj prisutnih elemenata u rastvoru i utvrdio je njihov uticaj na povećanje (Cr, Ni) ili na smanjenje apsorpcije bizmuta (Fe, Mn). Zbog toga on predlaže dodavanje određenih masa ovih elemenata u standardne rastvore.

Prednosti koji se postižu direktnim analiziranjem čvrstih uzoraka pomoću grafitne peći osim sa eliminisanjem postupka rastvaranja uzorka, sastoje se i u sniženju granice detekcije kao i upotreba veoma malih masa uzoraka. Pri određivanju bizmuta u gvožđu i čelicima direktno iz čvrstih uzoraka obično se uzima masa od 1–20 mg. Za eliminisanje uticaja prisutnih elemenata u uzorcima predlaže se dodavanje određenih masa čvrstih metala [36] ili izrada kalibracionih dijagrama sa referentnim standardima čelika [6].

Optimalni uslovi za rad sa grafitnom peći u različitim radovima su različiti kako zbog posebnog načina pripreme uzoraka tako i od tipa instrumenata. Deo ovih parametara pri određivanju bizmuta prema različitim autorima, za određivanje iz rastvora i iz čvrstih uzoraka, dati su u tabeli 2.

Cink

Cink je određivan elektrotermičkom AAS u čelicima samo direktnim analiziranjem čvrstih uzoraka u grafitnoj peći [34, 37]. Primenjena je temperatura atomizacije od 2400°C za vreme od 7 s uz prethodno žarenje uzorka na 600°C u trajanju od 20 s. Detekciona granica koju su postigli Lundberg i Frech [34] iznosi 10 µg/g. Takada i Hirokawa [37] konstatovali su da se prilikom određivanja cinka u čelicima dobijaju 2 pika od kojih se prvi javlja kao rezultat prisustva cinka u graničnim zrnima i na površini uzoraka čelika, dok se drugi javlja kao rezultat zastupljenosti cinka u kristalnoj rešetki čelika.

Fosfor

Prve publikacije o primeni ETAAS za određivanje fosfora u čelicima pojavljuju se tek zadnjih godina [38, 39]. Welz i saradnici [38] interferencije od strane prisutnog gvožđa eliminišu korišćenjem Zeeman-ovog korektora i dodavanjem lantana (0,2%). Ovim postupkom može se određivati sadržaj fosfora do 0,002%. McCarty i saradnici

[39] umesto grafitne, koriste ZrC-cevi za peć dok modifikaciju matriksa takođe vrše dodavanjem lantana.

Galijum

Sauer i Hitsche [40] određuju galijum u čelicima pomoću ETAAS u granicama od 0,0002–0,005%. Rastvaranje se vrši sa H₂SO₄. Relativna standardna devijacija za ovo koncentraciono područje kreće se od 1,8–7,1%.

Hrom

Za određivanje hroma u čelicima predlaže se rastvaranje uzorka u autoklavu i dodavanje zlata kao unutrašnji standard [20]. Detekciona granica iznosi 0,3 µg Cr/g.

Iterbijum

Chen i saradnici [41] direktno određuju iterbijum iz rastvora gvožđa dobiveni rastvaranjem sa HCl i HNO₃. Kalibracioni dijagram je linearan u granicama od 1,0–18 ng Yb. Donja detekciona granica iznosi 0,2 µg/g. Sušenje uzorka se vrši na temperaturi od 120°C, vreme sušenja 20 s, temperatura žarenja 1000°C, vreme žarenja 20 s, temperatura atomizacije 2770°C za vreme od 12 s.

Itrijum

1978. godine L'vov i Pelieva [42] primenjujući grafitnu peć sa tantalovom folijom povećavaju osetljivost određivanja elemenata pomoću ETAAS za 10–100 puta u poređenju sa običnim grafitnim pećima. Ovom tehnikom je bilo omogućeno vršenje određivanja i elemenata sa manjom osetljivošću. Sledeće godine isti autori publiciraju rad o određivanju itrijuma pomoću ove tehnike [43]. Određivanje se vrši na rezonantnoj liniji Y od 420,2 nm. Uzorak se rastvara sa HCl i HNO₃. Ispitivan je zticaj prisustva Fe, Ni i Cr na apsorpciju Y. Eliminacija ovih uticaja se vrši stepenastim zagrevanjem peći: predgrevanje na 1000°C (10 s), žarenje na 2000°C (15 s) i atomizacija na 2500°C (10 s).

Kadmijum

Postoje nekoliko publikacija o određivanju kadmijuma nakon rastvaranja uzoraka čelika kiselinama [18, 20, 24, 34]. Plotnikova i saradnici [24] predviđaju i ekstrakciju kadmijuma sa MIBK zajedno sa Sb, Pb i Bi. S druge strane, Langmyhr i saradnici [44] i Lundberg i Frech [34]

Tabela 2. Optimalni instrumentalni parametri za određivanje bizmuta pomoću grafitne peći prema različitim publikacijama

Parametar	Publikacije									
	Za rastvore						Za čvrste uzorke			
	[20]	[20]	[2]	[18]	[24]	[33]	[6]	[34]	[36]	[23]
Temperatura sušenja, °C	100	100	150	–	100	100	–	–	100	100
Vreme sušenja, s	60	60	20	–	60	20	–	–	25	40
Temperatura žarenja, °C	700	810	800	–	350	800	–	600	560	400
Vreme žarenja, s	30	30	45	–	30	40	–	20	30	40
Temperatura atomizacije, °C	2400	2150	2200	2100	2590	1400	2200	2400	2000	2300
Vreme atomizacije, s	10	10	5	2	10			6	1	4
Granice detekcije, µg/g	0,05	0,15	0,1	1	0,01	0,5	0,04	0,02	–	–

predviđaju direktnu atomizaciju čvrstih uzoraka čelika. Optimalni uslovi za primenu grafitne peći za određivanje kadmijuma prema navedenim publikacijama dati su u tabeli 3.

Tabela 3. Optimalni parametri za rad sa grafitnom peći za određivanje kadmijuma

Parametar	[20]	[24]	[18]	[34]
Temperatura sušenja, °C	100	100	–	–
Vreme sušenja, s	60	60	–	–
Temperatura žarenja, °C	350	550	–	600
Vreme žarenja, s	30	30	–	20
Temperatura atomizacije, °C	2040	2040	2100	1700
Vreme atomizacije, s	8	10	1	6

Kalaj

U svim radovima o primeni ETAAS za određivanje kalaja predlaže se analiza iz rastvora dobiven rastvaranjem sa HCl i HNO₃ [14, 17, 18, 21, 45], osim u radu Karyakin-a i saradnika [23] koji predlažu prevodenje uzorka čelika u koloidni sistem i kao takav unositi u grafitnu peć. Interferencije od strane prisutnog Fe kompenziraju se time što se kalibracija vrši dodavanjem Fe u standardnim rastvorima [45] ili sa samim referentnim standardima [14]. Primenjivane su visoke temperature atomizacije od 2500°C [18], 2600°C [17, 21] ili 3000°C [14]. U svim radovima određivanje se vrši na rezonantnoj liniji Sn od 224,6 nm.

Kalcijum

Fu i saradnici [31] i Alvaro i saradnici [46] predlažu direktno određivanje kalcijuma u rastvorima dobiveni rastvaranjem uzoraka čelika sa HNO₃ [31] ili sa HNO₃, HCl i HF [46]. Na ovaj način moguće je određivanje kalcijuma u granicama od 1–40 µg/g.

Kobalt

Kobayashi i saradnici [21] rastvaranje uzoraka čelika za određivanje kobalta vrše kiselinama u autoklavu. Prilikom određivanja dodaje se zlato kao unutrašnji standard. Detekciona granica je 0,3 µg/g.

Mangan

Takada i Hirokawa [28] primenjujući direktnu atomizaciju čvrstih uzoraka čelika u grafitnoj peći, vrše određivanje mikrokoličina mangana (zajedno sa Cu, Ag i Pb).

Utvrđeno je da je potrebna temperatura atomizacije od 2080°C. Granica detekcije određivanja mangana ovom metodom je 0,4 ng Mn.

Molibden

Tominaga i Umezaki [47] su istraživali uticaj većih koncentracija gvožđa na apsorpciju molibdena pri njegovom određivanju pomoću ETAAS. Prisustvo gvožđa dovodi do velikog smanjenja apsorbance Mo. Ponovo povećanje apsorbance postiže se dodavanjem askorbinske kiseline u rastvor.

Nikal

Opisanom metodom rastvaranja uzoraka čelika i legura, Vinogradov i saradnici [18] vrše određivanje i nikla iz istog rastvora pomoću ETAAS. Temperatura atomizacije je 2500°C a vreme iznosi 3 s. Kobayashi i saradnici [21] rastvaraju uzorak u autoklavu i postižu granicu detekcije nikla od 0,3 µg/g.

Olovo

Postoji veliki broj radova o određivanju olova u gvožđu i čeliku pomoću ETAAS, i to kako iz rastvora [4, 18, 20, 24, 45, 48–52] tako i analiziranjem čvrstih uzoraka [7, 23, 28, 36, 37, 53, 54]. Pri određivanju olova iz rastvora, interferencija matriksa se kompenzira na različite načine: dodavanjem gvožđa u rastvoru standarda [4], dodavanjem Ca [52], vršenjem kalibracija sa referentnim standardima [45, 53, 54] ili ekstrakcijom sa MIBK [24]. Ove interferencije pri određivanju olova direktno iz čvrstih uzoraka uglavnom se kompenziraju kalibracijom sa referentnim uzorcima čelika. Temperaturni i drugi uslovi koji se primenjuju pri određivanju olova pomoću grafitne peći u različitim publikacijama su ili različiti ili slični. u Tabeli 4 dati su ovi parametri primenjeni kod različitih autora.

Selen

Welcher i saradnici [2] još 1974. godine publiciraju rad o određivanju selena u visokotemperaturnim legurama direktno iz rastvora. Temperatura žarenja je 1000°C, dok se atomizacija vrši na 2400°C za vreme od 5 s.

Sheybal i Glenc [55] određuju selen u transformatorskim čelicima pomoću ETAAS sa sadržajem selena od 0,0008–0,02%. Prisustvo nikla u rastvoru sa koncentracijom od 0,2 mg·cm⁻³ eliminiše gubitak selena za vreme žarenja uzorka u grafitnoj peći.

Tabela 4. Optimalni instrumentalni parametri pri određivanju olova pomoću grafitne peći prema različitim autorima

Parametar	Publikacije									
	Za rastvore					Za čvrste uzorke				
	[13]	[20]	[24]	[48]	[49]	[23]	[36]	[54]	[55]	
Temperatura sušenja, °C	–	100	100	80	70	110	100	110	110	
Vreme sušenja, s	–	60	60	15	20	40	25	35	25	
Temperatura žarenja, °C	–	600	550	625	670	500	560	660	560	
Vreme žarenja, s	–	30	30	50	50	40	30	50	20	
Temperatura atomizacije, °C	2100	2150	2040	1150	2050	2100	2100	1600	1800	
Vreme atomizacije, s	2	8	10		5	4	6	6	7	

Silicijum

McCarty i saradnici [39] vrše određivanje silicijuma u čelicima primenjujući ZrC cev u pećima za atomizaciju uzoraka. Modifikacija matriksa vrši se dodavanjem lantana u rastvoru. Kalibracija se vrši referentnim standardima čelika sa sadržajem silicijuma od 0,1–1%.

Srebro

Radovi o određivanju srebra u gvožđu u čelicima pomoću ETAAS odnose se samo na primenu direktnog atomiziranja uzoraka [28, 34, 37]. Ovom metodom moguće je određivanje srebra do 0,05 µg/g. Interferencije koje se javljaju kao rezultat prisustva gvožđa i drugih elemenata kompenziraju se time što se kalibracija vrši sa referentnim standardima čelika. S druge strane, Lundberg i Frech [34] kalibraciju vrše rastvorima standardnih čelika kojima dodaju poznate količine srebra. Primenjena temperatura atomizacije je 2400°C a vreme atomizacije iznosi 3 s.

Talijum

Welcher i saradnici [2] prvi primenjuju grafitnu peć za određivanje talijuma u čelicima. Utvrdili su da je optimalna temperatura žarenja uzorka 500°C a atomizacije 2000°C. Ispitali su i uticaj matriksa i konstatovali da matriks smanjuje apsorpciju talijuma za oko 20%. Zato predlažu da se kalibracija vrši standardima sličnog sastava kao i sami uzorci.

I Vinogradov i saradnici [18] analiziraju talijum u metalurškim legurama. Uzorak se prvo rastvara sa HCl, a

zatim unosi u grafitnu peć. Temperatura atomizacije koju su primenili je 2100°C.

Telur

Određivanje telura primenom ETAAS prezentirano je u istim radovima u kojima je određivan i talijum [2, 18]. Welcher i saradnici [2] su odredili da je temperatura atomizacije 2200°C a Vinogradov i saradnici [18] 2100°C.

Vanadijum

Del Monte i Luperi [25] publiciraju metodu za određivanje vanadijuma u čelicima i u livenom gvožđu primenom ETAAS. Ispitivani su uticaju mineralnih kiselina, gvožđa i drugih elemenata na apsorpciju vanadijuma. Granica detekcije je 4 µg/g.

ZAKLJUČAK

Elektrotermička atomska apsorpciona spektrometrija ima primenu za određivanje velikog broja elemenata u gvožđu i čeliku, posebno kada su oni zastupljeni u veoma niskim koncentracijama. Glavni problemi prilikom ovih određivanja su interferencije matriksa koje se odstranjuju na različite načine: dodavanjem matriks modifikatora, ekstrakcijom elemenata koje se određuju i druge. Elektrotermička atomska apsorpciona spektrometrija se takođe primenjuje i za direktno određivanje pojedinih elemenata iz čvrstih uzoraka gvožđa i čelika.

LITERATURA

1. B. V. Lvov, *Spectrochim. Acta*, 17 (1961) 761.
2. G. G. Welcher, O. H. Kriege, J. Y. Marks, *Anal. Chim. Acta*, 46 (1974) 1227.
3. W. Frech, *Talanta*, 21 (1974) 565.
4. F. Shaw, J. M. Ottaway, *Analyst*, 99 (1974) 184.
5. I. Atsuya, N. Sugiura, *Bunseki Kagaku*, 23 (1974) 1170; *Chem. Abstr.*, 82 (1975) 67762 m.
6. D. G. Andrews, J. B. Headridge, *Analyst*, 102 (1977) 436.
7. D. G. Andrews, A. M. Aziz-Alrahman, T. G. Headridge, *Analyst*, 103 (1978) 909.
8. Q. Shao, *Guangpuxue Yu Guangpu Fenxi*, 7 (1987) 53; *Chem. Abstr.*, 108 (1988) 179211 t.
9. F. Shaw, J. M. Ottaway, *Analyst*, 100 (1975) 217.
10. J. Kožušnikova, *Hutn. Listy*, 35 (1980) 440.
11. N. D. Zayukova, N. A. Panazina, *Zavod. Lab.*, 52(2) (1986) 36.
12. R. H. Jenkins, C. P. Jones, *Prac. Soc. Analyt. Chem.*, 9 (1972) 266.
13. W. D. Cobb, W. W. Foster, T. S. Harison, *Lab. Pract.*, 24 (1975) 143.
14. D. B. Ratcliffe, S. Byford, P. B. Osman, *Anal. Chim. Acta*, 75 (1975) 457.
15. W. B. Barnett, E. A. McLaughlin, Jr., *Anal. Chim. Acta*, 80 (1975) 285.
16. J. Kožušnikova, A. Kolarova, *Hutn. Listy*, 32 (1977) 810.
17. E. A. Norman, E. S. Orlova, A. I. Shestakov, *Zavod. Lab.*, 46 (1980) 1108.
18. L. N. Vinogradov, B. A. Skomorokhov, A. V. Petrov, *Zavod. Lab.*, 46 (1980) 716.
19. K. Gralewski, T. Glenc, *Pr. Inst. Met. Żeleza in Stanisława Staszica*, 33 (1981) 151.
20. I. P. Kharlamov, V. I. Lebedev, V. Yu. Persits, G. V. Eremina, *Zh. Anal. Khim.*, 41 (1986) 1004.
21. T. Kobayashi, K. Ide, H. Okochi, *Nippon Kinzoku Gakkaishi*, 50 (1986) 921; *Chem. Abstr.*, 105 (1986) 237616 e.
22. A. M. Aziz-Alrahman, J. B. Headridge, *Analyst*, 104 (1979) 944.
23. V. Yu. Karyakin, I. P. Kharlamov, A. I. Pchelkin, *Zavod. Lab.*, 54(4) (1988) 36.
24. T. S. Plotnikova, N. P. Krivenkov, B. Ya. Spivakov, *Zavod. Lab.*, 45 (1979) 881.
25. M. G. del Monte Tamba, N. Luperi, *Metall. Ital.*, 72 (1980) 243.
26. I. Atsuya, K. Ito, M. Otomo, *Anal. Chim. Acta*, 147 (1983) 185.
27. K. Hara, *Jpn. Kakai Tokkyo Koho Jp.* 347 J 07 Jul 1986; *Chem. Abstr.*, 106 (1987) 112825 m.
28. K. Takada, K. Hirokawa, *Z. Anal. Chem.*, 312 (1982) 109.
29. M. P. Zhukova, N. A. Zueva, *Zavod. Lab.*, 48 (1982) 30.
30. M. P. Zhukova, *Zh. Anal. Khim.*, 37 (1982) 1629.
31. B. Fu, J. M. Ottaway, J. Marshall, D. Littlejohn, *Anal. Chim. Acta*, 161 (1984) 265.
32. J. Kožušnikova, *Chem. Listy*, 78 (1984) 1209.
33. W. Frech, *Z. Anal. Chem.*, 257 (1975) 353.
34. E. Lundberg, W. Frech, *Anal. Chim. Acta*, 108 (1979) 75.
35. A. Goda, K. Moriyama, S. Harimaya, *Trans. Iron Steel Inst. Jpn.*, 20 (1980) B 405.
36. W. Frech, E. Lundberg, M. M. Barbooti, *Anal. Chim. Acta*, 131 (1981) 45.
37. K. Takada, K. Hirokawa, *Talanta*, 29 (1982) 849.
38. B. Weiz, U. Voellkopf, Z. Grobowski, *Anal. Chim. Acta*, 136 (1982) 201.
39. J. P. McCarthy, E. B. Nunn, C. Kinard, *Anal. Chem. Symp. Ser.*, 19 (1984) 201.
40. K. H. Sauer, M. Hitsche, *Arch. Eisenhüttenwes.*, 47 (1976) 153.
41. D. Chen, Y. Zhong, S. Liang, *Fenxi Huaxue*, 14 (1986) 8; *Chem. Abstr.*, 107 (1987) 108422 f.

42. B. V. L'vov, L. A. Pelieva, *Zavod. Lab.*, 44 (1978) 173.
43. B. V. L'vov, L. A. Pelieva, *Zavod. Lab.*, 45 (1979) 1010.
44. F. J. Langmyhr, Y. Thomassen, A. massoumi, *Anal. Chim. Acta*, 67 (1973) 460.
45. T. Glenc, J. Jurczyk, *Chem. Anal. (Warsaw)*, 25 (1980) 25.
46. J. Alvaro, F. Campos, J. M. Ottaway, *Talanta*, 33 (1986) 61.
47. M. Tominaga, Y. Umezaki, *Anal. Chim. Acta*, 139 (1982) 279.
48. W. Frech, *Anal. Chim. Acta*, 77 (1975) 43.
49. W. Frech, G. Lundgren, S.-E. Lunner, *At. Absorpt. Newsl.*, 15 (1976) 57.
50. W. B. Barnett, E. A. McLaughlin, Jr., *Anal. Chim. Acta*, 80 (1975) 285.
51. J. Kožušnikova, A. Kolarova, *Chem. Listy*, 71 (1977) 1287.
52. D. Luo, *Fenxi Xuaxue*, 15 (1987) 285; *Chem. Abstr.*, 107 (1987) 126149 b.
53. E. Lundberg, W. Frech, *Anal. Chim. Acta*, 104 (1979) 67.
54. E. Lundberg, W. Frech, *Anal. Chim. Acta*, 104 (1979) 75.
55. I. Sheybal, T. Glenc, *Pr. Inst. Metal. Zeleza in Stanislawa Staszica*, 33 (1981) 147.



DP »VATROSTALNA SISAK« p.o.

44103 SISAK, KRAJIŠKA bb • PO BOX: 3 • TELEFON: 044 / 31-801, 32-355, 32-476, 35-448, 35-657
• TELEX: 23643 VATSI YU • TELEFAX: 044 32-589 • TEKUĆI RAČUN: 34100-601-1307 SDK SISAK

PODUZEĆE ZA IZGRADNJU, ODRŽAVANJE I REKONSTRUKCIJU INDUSTRIJSKIH PEĆI I DRUGIH TOPLOTEHNIČKIH AGREGATA, INDUSTRIJSKIH DIMNJAKA, UKLJUČUJUĆI I KISELOOTPORNE RADOVE TE INŽENJERING POSLOVE, INVESTICIONE RADOVE U INOZEMSTVU, VANJSKOTRGOVINSKI PROMET U OKVIRU DJELATNOSTI I TRGOVINA NA VELIKO MJEŠOVITOM ROBOM.