

УДК 543.25.257.1

АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЕ И АТОМНО-ЭМИССИОННОЕ С ИНДУКТИВНО-СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАДМИЯ В НЕФТЕПРОДУКТАХ

© 2008 Юрченко О. И., Шкумат А. А., Титова Н. П., Овчаренко Н. В.

Разработана наиболее эффективная процедура пробоподготовки образцов нефтепродуктов с применением поверхностно-активных веществ для экстракции кадмия с последующей обработкой проб ультразвуком. Для градуировки атомно-абсорбционного и атомно-эмиссионного с индуктивно-связанной плазмой определения кадмия предложен ацетилацетонат кадмия, позволяющий максимально приблизить по химическому составу градуировочные растворы к анализируемым образцам и повысить воспроизводимость и правильность определений. Проведено сопоставление результатов, полученных двумя методами. Показано, что расхождение средних не значимо и оправдано случайным разбросом.

Введение. Повышение требований к качеству топлив, смазочных материалов и улучшению их важнейших эксплуатационных свойств обусловлено развитием новой техники – долговечной и безотказной в работе, а также с усилением требований к защите окружающей среды [1-3].

Таблица 1. Применяемые смеси для пробоподготовки нефтепродуктов и градуировочные растворы.

№ способа	Органические растворители и их смеси, (соотношения в %)	Приготовление эталонов
1	метилгексилкетон : этанол : соляная кислота : вода (85 : 13.5 : 1 : 0.5) об. %	растворы FeCl ₃ и CuCl ₂ в смеси
2	метилизобутилкетон : этанол : соляная кислота (85 : 13 : 2) об. %	хлориды металлов, этанол, пропионовая кислота, орг. смесь
3	азотная и соляная кислота, изопропиловый спирт, Tergitol type 15-S-3	многоэлементный водный стандарт
4	циклогексан : бутанол : метанол (5 : 3 : 2) о-ксилол : изопропанол (3 : 1)	металлорганические стандарты
5	азотная кислота + смесь : метилизо-бутилкетон и изопропиловый спирт	многоэлементный водный стандарт

Определение металлов в топливах и смазочных материалах позволяет контролировать качество современных нефтепродуктов, техническое состояние механизмов – топливной аппаратуры, цилиндра-поршневой группы в поршневых двигателях, лопаток в газовых турбинах и т.п. предотвращая аварийный износ механизма и выброс токсичных элементов в окружающую среду [4-10]. Наибольшее распространение при анализе нефти и нефтепродуктов получили атомно-абсорбционная и атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой [11-15]. Однако, при этом возникают трудности, связанные с полнотой извлечения определяемых металлов, и со стандартными образцами состава [1, 16-18]. В настоящее время пробоподготовку нефтепродуктов проводят путем растворения в органических растворителях; озолением в муфельной печи; применение микроволнового излучателя и ультразвука [19-21].

Применяя озоление, возможны потери некоторых примесей вследствие испарения, механического уноса или адсорбции, в основном при определении легколетучих примесей, таких как кадмий, мышьяк, свинец, фосфор, ртуть и сера [11]. Кроме озоления применяют растворение в органических растворителях. Применение одного растворителя часто не приводит к ожидаемым результатам, поэтому используют смешанные растворители. При их использовании отдельные компоненты смеси растворяют разные составляющие образца нефтепродукта с образованием гомогенных растворов. Следует отметить, что правильный выбор растворителя позволяет повысить чувствительность определения до 10 раз. Так, например, используя метилизобутилкетон (МИБК) для растворения пробы, можно увеличить чувствительность определения в 2.8 раз или диэтиловый эфир – в 6-8 раз [22]. Однако, используемые органические растворители высоко токсичны (табл. 1). Кроме этого, возникают проблемы с использованием градуировочных растворов при атомно-абсорбционном определении кадмия. В этом случае, для градуи-

ровки применяют растворы неорганических солей в органических растворителях или металлоорганические стандартные образцы (табл. 1). Но они дороги и малодоступны [1].

В последнее время общепризнанные водные и водно-органические среды заменяют новыми – растворами поверхностно-активных веществ (ПАВ). Они получили широкое распространение в атомно-абсорбционном и других методах анализа [23-28].

Поэтому целью данной работы являлась разработка оптимального способа пробоподготовки нефтепродуктов с использованием ПАВ для достижения наиболее полного извлечения кадмия из анализируемых образцов и применение стандартного образца состава на основе ацетилацетоната кадмия (CdA_2), растворенного в том же ПАВ, позволяющего максимально приблизить по химическому составу анализируемые и градуировочные растворы.

Экспериментальная часть

Анализируемые объекты: автомобильные масла различных производителей: ВМП «Standard M-8B», ВМП «Diesel Turbo» (Украина); ТНК «Мотор 20w-50», Лукойл «Мото 2Т» (Россия); Окко «Exol 20w-50 economic», Окко «Exol diesel city 15w-40» (Германия); отработанное масло и бензины марок А-76, А-80, А-95.

Атомно-абсорбционные измерения проводили на спектрометре С-115 М-1 в пламени ацетилен-воздух, при оптимальных параметрах определения кадмия: длина волны – $\lambda=228.8$ нм; ФЭУ=1 кВ; ток лампы – $I=5$ мА; ширина щели монохроматора – 0.1 нм.

Для определения кадмия использован сканирующий атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно-связанной плазмой TRACE SCAN Advantage (Thermo Jarrell Ach, USA). Спектрометр имеет аксиально расположенную горелку с рабочей мощностью аргоновой плазмы 750-1350 Вт; скорость несущего потока аргона – 14 л/мин., вспомогательного потока – 0-1.5 л/мин.; скорость подачи анализируемого раствора составляет 0-2.5 мл/мин. Термостатированная оптическая система включает монохроматор Эберта с двумя дифракционными решетками – 2400 и 1200 штр/мм; оптический диапазон 160-850 нм; спектральное разрешение 0.036 нм. Содержание кадмия определяли при длине волны $\lambda=228.83$ нм, мощность плазмы – 1500 Вт, давление несущего потока аргона – 30 psi, скорость подачи анализируемого раствора составила 1.85 л/мин.

Таблица 2. Используемые программы микроволнового разложения.

Стадия	Программа	«Gasoline»			«Oil»					«H ₂ O ₂ »
		1	2	3	1	2	3	4	5	1
Мощность, Вт		60	60	60	30	30	30	30	40	100
Давление, psi*		40	80	100	20	40	85	90	90	80
Время достижения, мин. **		15	10	10	15	15	15	5	5	10
Время экспозиции, мин. ***		5	5	5	5	5	5	5	5	10

*1 psi=6.8948·10⁻³ МПа

**Время достижения (мин.) – это время, затрачиваемое на достижение заданного давления на определенном этапе программы.

***Время экспозиции (мин.) – это время выдерживания пробы при достигнутом давлении.

Для пробоподготовки нефтепродуктов использовали пропан-2-ол и смеси – ацетон : оксилон : этанол в соотношении 1 : 1 : 8 и метилизобутилкетон : этанол : соляная кислота в соотношении 85 : 13 : 2. Градуировочные растворы готовили последовательным разбавлением нитрата кадмия в органическом растворителе (для ААС – 0.05; 0.1; 0.25; 0.5 и 0.75 мг/л, а для АЭС-ИСП – 0.02; 0.05; 0.10; 0.25 и 0.5 мг/л). При применении смесей градуировочные растворы готовили выпариванием исходного раствора кадмия $C(Cd)=0.1$ г/л с последующим растворением в смешанном растворителе. Применяя пропан-2-ол для пробоподготовки, растворы сравнения готовили следующим образом: аликвоту промежуточного раствора соли кадмия переносили в мерную колбу вместимостью 10 мл и доводили до метки водным пропан-2-олом (оптимальное отношение пропан-2-ол : вода – 85 : 15). Холостые растворы содержали все реактивы согласно методики, кроме кадмия.

Пробоподготовку образцов микроволновым разложением осуществляли при помощи системы MDS-2000 производства SEM Corporation, USA. Разложение проб проводили по предварительно заданным программам (табл. 2). Время пробоподготовки – 1.5-2 ч.

Использованы ПАВ: Тритон X-100, Твин-20, Бридж-35. В исходном растворе массовая доля ПАВ (ω) составляла 4 %. Градуировочные растворы из ацетилацетоната кадмия готовили последовательным разбавлением исходного раствора с концентрацией кадмия 1 г/л водным раствором соответствующего ПАВ.

Для ультразвуковой обработки образцов нефтепродуктов использован ультразвуковой диспергатор УЗДН-А: рабочая мощность – 50-70 Вт, частота – 22 кГц.

Результаты и их обсуждение

Пробоподготовка образцов нефтепродуктов растворением в органических растворителях и их смесях. Разбавление является одним из самых простых и широко применяемых способов пробоподготовки. Этот способ снижает влияние основы пробы и содержащихся в ней мешающих элементов, позволяет повысить эффективность распыления образцов нефтепродуктов, упрощает градуировку и повышает точность анализа. Среди ряда требований к растворителю неоспоримым является хорошая растворяющая способность. При использовании для пробоподготовки доступного и нетоксичного пропан-2-ола возможна работа с большой навеской пробы. Однако, данный растворитель не обеспечивает полное растворение пробы, а, следовательно, не способствует полному извлечению определяемого элемента из образца. Ввиду неоднородности анализируемой пробы при атомно-абсорбционных определениях наблюдали нестабильность аналитического сигнала растворов проб и градуировочных растворов. Это явление наблюдалось также при использовании наиболее применяемых смешанных растворителей. Результаты определения представлены в табл. 3.

Таблица 3. Результаты атомно-абсорбционного определения кадмия в нефтепродуктах, с предварительным растворением в смеси органических веществ ($n=5$, $P=0.95$).

Образец	Содержание кадмия, мг/кг	
	пропан-2-ол	метилизобутилкетон : этанол : соляная кислота
ВАМП “Standart M-8B”	1.25 ± 0.50	3.94 ± 2.00
ВАМП “Diesel Turbo”	1.68 ± 0.74	3.43 ± 3.30
ТНК “Мотор 20w-50”	2.14 ± 1.09	3.70 ± 2.10
Лукойл “Мото 2Т”	2.21 ± 1.36	3.90 ± 3.80
Окко “Exol 20w-50 economic”	2.32 ± 1.03	3.51 ± 3.00
Окко “Exol diesel city 15w-40”	2.07 ± 0.77	3.95 ± 2.40
Отработанное масло	2.45 ± 1.15	3.52 ± 1.90

Таблица 4. Результаты ААС и АЭС-ИСП определения кадмия в нефтепродуктах, с их предварительным микроволновым разложением ($n=5$, $P=0.95$).

Образец	Содержание кадмия, мг/кг	
	ААС	АЭС-ИСП
ВАМП “Standart M-8B”	1.65 ± 0.09	1.60 ± 0.08
ВАМП “Diesel Turbo”	2.07 ± 0.08	2.00 ± 0.09
ТНК “Мотор 20w-50”	2.35 ± 0.09	2.30 ± 0.06
Лукойл “Мото 2Т”	6.05 ± 0.05	6.10 ± 0.07
Окко “Exol 20w-50 economic”	2.35 ± 0.08	2.40 ± 0.07
Окко “Exol diesel city 15w-40”	1.35 ± 0.09	1.35 ± 0.08
Отработанное масло	9.65 ± 0.09	9.68 ± 0.05
Бензин А-76	4.33 ± 0.07	4.28 ± 0.08
Бензин А-80	4.45 ± 0.05	4.40 ± 0.06
Бензин А-95	4.17 ± 0.09	4.20 ± 0.07

Недостатком применяемых смешанных растворителей является наличие токсичных и дорогостоящих компонентов, длительность приготовления градуировочных растворов. Во время анализа образцов нефтепродуктов наблюдалось нарушение стехиометричности пламени и, как следствие, нестабильность аналитического сигнала для градуировочных и анализируемых растворов, отсутствие воспроизводимости результатов. Применение метода атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой при такой пробоподготовке оказалось невозможным из-за большого содержания органических веществ в растворах, гасящих плазму.

Микроволновое разложение образцов нефтепродуктов. Данный способ пробоподготовки позволяет минимизировать содержание органических веществ, использовать водные растворы металл-ионов для градуировки, но по применяемым программам для данного микроволнового излучателя, полнота извлечения кадмия не достигается. Результаты исследований представлены в табл. 4.

С применением микроволнового разложения проб нефтепродуктов существует возможность взрыва, в связи с образованием при высоком давлении взрывоопасных соединений.

Пробоподготовка образцов нефтепродуктов растворением в ПАВ. Предварительное исследование Тритон Х-100, Бридж-35 и Твин-20 для пробоподготовки нефтепродуктов показало, что наиболее полная экстракция кадмия происходит при применении Тритона Х-100. Результаты исследований представлены в табл. 5.

При использовании Тритона Х-100 получены однородные эмульсии, которые стабильны 2-3 мин. В случае Твин-20 эмульсии нестабильны и после окончания перемешивания сразу расслаиваются без восстановления, а при использовании Бридж-35 после нескольких минут на поверхности появлялись капли масла. Поэтому измерения содержания кадмия проводили в водной фазе после расслаивания.

Проверку правильности определения и полноты извлечения проводили методом «введено-найдено» методами ААС и АЭС-ИСП. Установлено, что ни в одном случае не наблюдается полного извлечения определяемого элемента (табл. 6).

Как видно из табл. 6 полнота извлечения кадмия из образцов не достигается.

Таблица 7. Результаты определения кадмия ААС и АЭС-ИСП в эмульсиях нефтепродуктов с Тритон Х-100, стабилизированных УЗ (n=5, P=0.95)

Образец	Методы анализа			
	ААС		АЭС-ИСП	
	$\bar{C} \pm \frac{t_{p,f} S}{\sqrt{n}}$, мг/кг	S _r	$\bar{C} \pm \frac{t_{p,f} S}{\sqrt{n}}$, мг/кг	S _r
ВАМП "Standart M-8B"	4.44 ± 0.05	0.01	4.47 ± 0.03	0.01
ВАМП "Diesel Turbo"	4.82 ± 0.06	0.01	4.83 ± 0.04	0.01
ТНК "Мотор 20w-50"	3.79 ± 0.05	0.01	3.81 ± 0.03	0.01
Лукойл "Мото 2Т"	6.46 ± 0.06	0.01	6.45 ± 0.03	0.01
Окко "Exol 20w-50 economic"	5.20 ± 0.05	0.01	5.23 ± 0.03	0.01
Окко "Exol diesel city 15w-40"	4.47 ± 0.06	0.02	4.49 ± 0.04	0.01
Бензин А-76	6.17 ± 0.08	0.02	—	—
Бензин А-80	5.45 ± 0.09	0.02	—	—
Бензин А-95	—	—	—	—

УЗ-обработка проб нефтепродуктов предварительно растворенных в ПАВ. Для создания стабильных эмульсий нефтепродуктов, растворенных в ПАВ, нами предложено использовать ультразвуковой диспергатор УЗДН-А. К образцу (0.2 г масла / 1 мл бензина) добавляли 0.5 мл конц. HNO₃ и перемешивали на магнитной мешалке до однородного состояния. Затем вносили 0.5 мл раствора Тритон Х-100 и продолжали перемешивание. После чего добавляли 7 мл H₂O и

перемешивали 5 мин. Полученный раствор переносили в мерную колбу вместимостью 10 мл и доводили до метки водой. Затем смесь обрабатывали ультразвуком в течение 5 мин.

Градуировочные растворы готовили следующим образом: к аликвоте водного раствора ацетилацетоната кадмия добавляли 0.5 мл конц. HNO_3 , 0.5 мл раствора Тритона X-100 и перемешивали на магнитной мешалке. Затем добавляли 5 мл H_2O и перемешивание продолжали еще 5 мин. Холостой раствор готовили аналогично (без ацетилацетоната кадмия).

Подготовленные эмульсии проб нефтепродуктов и градуировочных растворов обрабатывали УЗ. Они стабильны на протяжении более 5 суток. Подготовленные градуировочные растворы прозрачны и однородны. Результаты исследований представлены в табл. 7.

Правильность полученных результатов проверяли методом «введено-найдено» (табл. 8).

Таблица 8. Проверка правильности АА и АЭС-ИСП определения кадмия в эмульсиях масла, стабилизированных УЗ (n=5, P=0.95)

Введено	Найдено			
	ААС		АЭС-ИСП	
	$\bar{C} \pm \frac{t_{p,f} S}{\sqrt{n}}$, мг/л	S_r	$\bar{C} \pm \frac{t_{p,f} S}{\sqrt{n}}$, мг/л	S_r
0.05	0.051 ± 0.003	0.04	0.049 ± 0.003	0.03
0.10	0.098 ± 0.004	0.03	0.101 ± 0.003	0.02
0.20	0.190 ± 0.010	0.03	0.200 ± 0.003	0.01

При использовании эмульгирования образца с УЗ-обработкой достигается наиболее полное извлечение кадмия.

Проведено сопоставление результатов определения кадмия методами АА и АЭС-ИСП по критериям Фишера и Стьюдента (табл. 9).

Таблица 9. Сравнение результатов определения кадмия ААС и АЭС-ИСП при использовании эмульсий, стабилизированных ультразвуком.

Образец	F	$S_{1,2}^*$	$t_{1,2}$
ВАМП “Standart M-8B”	3.40	0.044	1.07
ВАМП “Diesel Turbo”	2.00	0.0387	0.41
ТНК “Мотор 20w-50”	2.61	0.0346	0.91
Лукойл “Мото 2Т”	4.10	0.0356	0.44
Окко “Exol 20w-50 economic”	2.60	0.0347	1.39
Окко “Exol diesel city 15w-40”	1.64	0.0406	0.78

$S_{1,2}^*$ – средневзвешенное стандартное отклонение для результатов, полученных двумя независимыми методами.

Так как, $F < F_{табл}$ и $t < t_{табл}$ ($F_{0.95;4;4}^{табл} = 6.39$; $t_{0.95;8}^{табл} = 2.31$), можно сделать вывод, что расхождение

средних полученных двумя независимыми методами, незначимо и оправдано случайным разбросом [29].

Заключение. Нами опробованы наиболее распространенные способы пробоподготовки нефтепродуктов для ААС и АЭС-ИСП анализа: растворение проб в органических растворителях, микроволновое разложение, экстракция ПАВ с последующей ультразвуковой обработкой. Показано, что наиболее полная экстракция кадмия происходит при использовании водного раствора Тритон X-100 с последующей ультразвуковой обработкой. Это экологически безопасный, экспрессный и дешевый способ пробоподготовки, позволяющий исключить применение токсичных органических растворителей, дорогостоящего оборудования, сократить время анализа. Применяя, Тритон X-100 для экстракции кадмия из проб нефтепродуктов, с последующей ультразвуковой обработкой, происходит полное растворение анализируемых проб. Аналогичной обработке подвергались градуировочные растворы, полученные путем растворения навесок ацетилацетоната кадмия в растворе Тритон X-100. Это позволило максимально приблизить по

химическому составу анализируемые и градуировочные растворы, а также повысить воспроизводимость и правильность определения кадмия.

Литература

1. Колодяжный А.В., Ковальчук Т.Н., Коровин Ю.В., Антонович В.П. Определение микроэлементного состава нефтей и нефтепродуктов. Состояние и проблемы // Методы и объекты химического анализа. 2006. Т.1, № 2. С. 90-104.
2. Бардик Д.Л., Леффлер У.Л. Нефтехимия. – М.: ЗАО «Олимп-Бизнес», 2003. 416 с.
3. Бойченко С.В. Моторные топлива и масла для современной техники. К.: НАУ, 2005. 216 с.
4. Гуреев А.А., Фукс И.Г., Лашхи В.Л. Химмотология. М.: Химия, 1986. 386 с.
5. Леффлер У.Л. Переработка нефти. М.: ЗАО «Олимп-Бизнес», 2004. 224 с.
6. Mansfield C.T., Barman V.N., Thomas J.V., Mehrotra A.K., McCann J.M. Petroleum and coal // Anal. Chem. 1999, V. 71, P. 81-107.
7. Давыдова С.Л., Растова Н.В. Некоторые аналитические проблемы нефтехимии // Журн. аналит. химии. 1992. Т.47, Вып. 6. С. 1033-1040.
8. Pekka Vähöja. Oil analysis in machine diagnostics // Acta Univ. Oul. A 458, 2006, 76 p.
9. Кравцов А. Якість паливо-мастильних матеріалів // Стандартизація, сертифікація, якість. 2003. № 5. С. 46-47.
10. Бобович Б.Б. Химики-автолюбители. Л.: Химия, 1991. 320 с.
11. Кюрегян С.К. Атомный спектральный анализ нефтепродуктов. М.: Химия, 1985. 320 с.
12. Казарян С.А., Радченко Е.Д., Силин А.В. Сопоставление точности методов определения концентрации свинца в нефтепродуктах // Химия и технология. 1985. № 3. С. 44-47.
13. Лавриненко А.И. Экспресс-метод определения содержания свинца в бензинах // Химия и технология топлив и масел. 1988. № 11. С. 39-40.
14. Волынский Н.П., Перепелитченко Л.И., Караханов Р.А. Количественное определение микропримесей свинца в прямогонных бензинах // Нефтехимия. 1990. Т.30, № 5. С. 712-717.
15. Балак Г.М., Калинин Л.Л., Ковалева О.В. Применение неорганических эталонов при атомно-абсорбционном анализе топлив // Химия и технология топлив и масел. 1987. № 1. С. 32-34.
16. Jenifer L. Hammond¹, Yong-M Lee^a, Charles O. Noble¹, James N. Beck¹, C. Edward Proffitt^d and Joseph Sneddon. Determination of cadmium, lead, and nickel by simultaneous multielement flame atomic absorption spectrometry in burned and unburned Venezuelan crude oil // Talanta. 1998. V. 47, № 2. P. 261-266.
17. Ekanem E.J., Lori J.A., Thomas S.A. The determination of wear metals in used lubricating oils by flame atomic absorption spectrometry using sulphanic acid as ashing agent // Talanta. 1997. V. 44, № 1. P. 2103-2108.
18. Hirnanderz-Artigo M.P., Munoz-Zeuva Z.A. Determination of wear-metals in used lubricating oils from marine engines by flame atomic absorption spectrometry // Analyst. 1992. V. 117, № 6. P. 963-966.
19. Чмиленко Ф.А. и др. Интенсификация пробоподготовки для определения элементов-примесей в пищевых продуктах // Журн. аналит. химии. 1999. Т.54. № 1. С. 6-16.
20. Кузьмин Н.М. Интенсификация пробоподготовки при определении следов элементов // Журн. аналит. химии. 1990. Т. 45, № 7. С. 5-7.
21. Кузьмин Н.М. Пробоподготовка при анализе окружающей среды // Журн. аналит. химии. – 1996. – Т.51, № 2.– С. 202-205.
22. Кунина Д.М., Карякин А.В. Журн. аналит. химии. 1979.Т.34. № 7. С. 1411-1413.
23. Штыков С.Н. Поверхностно-активные вещества в анализе. Основны достижения и тенденции развития // Журн. аналит. химии. 2000. Т. 55, № 7, С. 679-686.

24. Sanz-Medel A., Maria del Rosario Fernandez de la Campa, Gonzalez E.B., Fernandez-Sanchez M.L. Organised surfactant assemblies in analytical atomic spectrometry // *Spectrochimica Acta Part B* 54. 1999. P. 251-287.
25. Штыков С.Н. Химический анализ в нанореакторах: основные понятия применение // *Журн. аналит. химии*. 2002. Т. 57, № 10. С. 1018-1028.
26. Юрченко О. И., Шкумат А. А., Титова Н. П. Влияние элементного состава и концентрации поверхностно-активных веществ на атомную абсорбцию хрома. – *Журн. прикл. спектроскоп.*, 2005. Т. 72. № 4. С. 546-550.
27. Юрченко О. И., Шкумат А. А., Титова Н. П., Коряченко О. О. Підвищення чутливості та вибірковості атомно-абсорбційного визначення свинцю. *Вісник Харк. ун-та*. 2005. №669. Вип. 13 (36). С.100-106.
28. Юрченко О. И., Шкумат А. А., Титова Н. П., Соловьева С.Н. Повышение чувствительности и избирательности атомно-абсорбционного определение кадмия. – *Зав. лаб. Диагностика материалов*. 2006, № 1, С. 12-15.
29. Чарыков А.К. Математическая обработка результатов химического анализа. Л.: Химия, 1984. 168 с.

Поступила в редакцию 10 июня 2008 г.

Kharkov University Bulletin. 2008. № 820. Chemical Series. Issue 16(38). O. I. Yurchenko, A. A. Shkumat, N. P. Titova, N. V. Ovcharenko. Atomic-absorption and inductively coupled plasma atomic-emission determination of cadmium in oil products.

The most effective procedure of petroleum products samples preparation by using surfactant for extraction of cadmium with subsequent ultrasonic treatment was developed. For calibration of atomic absorption and inductively-coupled plasma atomic-emission cadmium determination, the cadmium acetylacetonate was used since it provides the possibility to prepare calibration solutions very close to analyzed samples by chemical composition as well as to raise an accuracy of determinations. The results obtained by two methods were confronted. It was shown that divergence of averages is not significant and justified by casual variation.

Таблица 5. Результаты ААС и АЭС-ИСП определения кадмия с использованием ПАВ в качестве экстрагентов (n=5, P=0.95)

Образец	Содержание кадмия, мг/кг					
	Тритон X-100		Твин-20		Бридж-35	
	ААС	АЭС-ИСП	ААС	АЭС-ИСП	ААС	АЭС-ИСП
ВАМП “Standart M-8B”	3.06 ± 0.06	3.08 ± 0.05	1.65 ± 0.09	1.60 ± 0.09	2.80 ± 0.07	2.82 ± 0.05
ВАМП “Diesel Turbo”	4.04 ± 0.08	4.04 ± 0.06	1.63 ± 0.07	1.65 ± 0.08	2.90 ± 0.06	2.89 ± 0.06
ТНК “Мотор 20w-50”	2.72 ± 0.05	2.75 ± 0.05	1.58 ± 0.08	1.52 ± 0.08	2.85 ± 0.08	2.85 ± 0.06
Лукойл “Мото 2Т”	4.09 ± 0.09	4.09 ± 0.04	1.60 ± 0.07	1.55 ± 0.06	2.82 ± 0.06	2.84 ± 0.04
Окко “Ecol 20w-50 economic”	4.08 ± 0.07	4.10 ± 0.05	1.63 ± 0.09	1.62 ± 0.07	2.87 ± 0.06	2.89 ± 0.05
Окко “Ecol diesel city 15w-40”	3.10 ± 0.08	3.12 ± 0.07	1.65 ± 0.06	1.70 ± 0.08	2.84 ± 0.05	2.87 ± 0.07
Отработанное масло	4.13 ± 0.08	4.14 ± 0.07	1.67 ± 0.07	1.65 ± 0.06	2.87 ± 0.07	2.92 ± 0.07
Бензин А-76	5.08 ± 0.09	5.11 ± 0.07	3.30 ± 0.09	3.31 ± 0.07	5.71 ± 0.06	5.73 ± 0.05
Бензин А-80	4.75 ± 0.10	4.70 ± 0.08	3.17 ± 0.06	3.13 ± 0.06	3.26 ± 0.09	3.22 ± 0.06
Бензин А-95	3.30 ± 0.08	3.35 ± 0.05	3.25 ± 0.08	3.30 ± 0.07	5.75 ± 0.08	5.80 ± 0.09

Таблица 6. Проверка правильности определения кадмия в нефтепродуктах ААС и АЭС-ИСП, при использовании водного раствора Тритона X-100 как экстрагента (n=5, P=0.95).

Введено	Найдено			
	ААС		АЭС-ИСП	
	$\bar{C} \pm \frac{t_{p,f} S}{\sqrt{n}}$, мг/л	S _r	$\bar{C} \pm \frac{t_{p,f} S}{\sqrt{n}}$, мг/л	S _r
0.05	0.035 ± 0.002	0.04	0.039 ± 0.003	0.02
0.10	0.073 ± 0.003	0.03	0.071 ± 0.003	0.03
0.20	0.078 ± 0.003	0.03	0.080 ± 0.004	0.03