

УТВЕРЖДАЮ

Ректор ФГБОУ ВПО «Дагестанский  
государственный университет»



*[Handwritten signature]*

М.Х. Рабаданов

*[Handwritten initials]*

2014 г.

МЕТОДИКА АТОМНО-АБСОРБЦИОННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЫШЬЯКА  
В КОНЦЕНТРАТАХ ПОСЛЕ ДЕСОРБЦИИ С РАЗЛИЧНЫХ СОРБЕНТОВ В  
ПЛАМЕННОМ РЕЖИМЕ НА ВЫСОКОТОЧНОМ АТОМНО-  
АБСОРБЦИОННОМ СПЕКТРОМЕТРЕ С ИСТОЧНИКОМ ИЗЛУЧЕНИЯ  
НЕПРЕРЫВНОГО СПЕКТРА CONTRAA®700

Маханкала 2014 г.

Для подготовки градуировочных растворов можно использовать коммерческие стандартные образцы растворов металлов (обычно с концентрацией 100 или 1000 мкг/мл) или готовить головные градуировочные растворы самостоятельно непосредственно в лаборатории с использованием стабильных при хранении чистых металлов или устойчивых их соединений (оксиды, соли), квалификации не хуже «ч.д.а», с известным (или специально определенным) содержанием основного вещества. Использование высокочистых металлов и их соединений не обязательно, так как головные растворы при доведении до рабочих градуировочных растворов подвергаются значительному разбавлению. Но для растворения металлов и их соединений следует применять высокочистые реагенты, расходуемые в больших количествах.

Для приготовления из навески чистого мышьяка головного раствора соли алюминия (III) необходимо взять навеску весом 1.0000 г. Прилить 50 мл концентрированной азотной кислоты (ч.д.а. или х.ч.) и довести 1%-й азотной кислотой объем до 1 л.

Для приготовления головного раствора из  $H_3AsO_4 \cdot 0,5H_2O$  необходимо взять 2.0148 г навески и разбавить водой до 1 л.

После приготовления головного раствора последующим разбавлением получаем калибровочные растворы с концентрацией: 2,5, 5,0, 10,0, 25,0 мкг/л.

Перед началом построения калибровочной зависимости в пламенном режиме, предварительно прогревают горелку 10 минут для установления постоянной стабильной температуры во избежание погрешностей при температурном расширении.

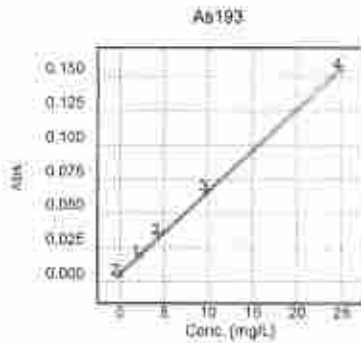
Определение мышьяка в образцах можно проводить на прямую вводя предварительно подготовленные пробы (гомогенные жидкие образцы). При значениях выше абсорбции калибровочного стандарта образцы разбавляются для более точных измерений.

Operator: Magovédov K.E.

**Calibration**

Method: As\_0-25mg/L

Results file:



**Calibration data: As193**

Date: 27.05.2014 12:32

R<sup>2</sup>(adj.): 0.999660803 Slope:0.00602 Abs./mg/L Char.conc.:0.72377 mg/L/1%A

Method SD: 0.15040 mg/L

y=a+bx a=0.0052173 b=0.0060240

**Table As193**

Type	Conc. [mg/L]	Abs.	SD	RSD/%	Abs. Recal.	Rem.
Cal-Zero1	0	0.00458	0.00119	25.9		
Cal-Std1	2.31	0.01848	0.00261	14.1		
Cal-Std2	4.62	0.03403	0.00107	3.1		
Cal-Std3	10	0.06616	0.00225	3.4		
Cal-Std4	25	0.15541	0.00153	1.0		

Finished: 27.05.2014 12:32

Operator: Magovedov K.E.

**Method Parameters**    **Technique: Flame**

Name: As\_0-25mg/L    Version: 3  
 Created: 04.12.2013 13:06    By operator: Abbasova Raisat  
 Comment:

**Lines**

Line	Type	Elem.	Wavel. [nm]	Read time[s]	Spectra	Group	Order
As193	Abs	As	193.6960	3	41	1	1

**Flame Parameters**

Type: C2H2-air    Ox. control: off  
 Burner type: 50 mm    Burner angle: 0 deg    Nebulizer rate: 0 mL/min  
 Line: C2H2-air[L/h]    Burner height[mm]  
 As193: 100    11

**Sample Transport**

Delay time: 5 s    Autosampler: No  
 Injection switch: No  
 Wash: Between samples    Wash time: 5 s

**Evaluation**

Line	Int. mode	BGC mode	Spectr. range	Eval. Pixels	BGC fit	Perm. Struct
As193	Mean	with reference	200	3	dynam.	on

**Calibration**

Mode: Standard calibration    Std. prep.: manually  
 Amount: 20 mL

**Calibration Curve Parameters**

Line	Calib. func.	Intercept	Weighting	Check	Unit
As193	linear	calculate	none	none	mg/L

**Calibration Table**

No.	Type	Pos	%(Stock No.)	Rec	As[mg/L]
1	Cal-Zero	0	0(0)	REC	0
2	Cal-Std	0	0(1)	-	2.31
3	Cal-Std	0	0(1)	-	4.62
4	Cal-Std	0	0(1)	REC	10
5	Cal-Std	0	0(1)	-	25

**Statistics Parameters**

Statistics: Mean stat.    Cl calc.: absolute    Confidence level: 95.4%  
 Repl./sample: 3    Repl./calib. sample: 3    Repl./QC sample: 3  
 Pre-runs: 0    Grubbs test: off

**QCS Parameters**

No entries exist

**QCC Parameters**

RSD/RR% check: no react.    Calib. check: no react.    Recal. check: no react.

---

Finished: 27.05.2014 12:32