УТВЕРЖДАЮ

Ректор ФГБОУ ВПО «Дагестанский государственный университет»

_____ М.Х. Рабаданов

«04» _____ 2014 г.

МЕТОДИКА АТОМНО-АБСОРБЦИОННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЫШЬЯКА В ПРИРОДНЫХ ОБЪЕКТАХ, А ТАКЖЕ В КОНЦЕНТРАТАХ ПОСЛЕ ДЕСОРБЦИИ С РАЗЛИЧНЫХ СОРБЕНТОВ В ЭЛЕКТРОТЕРМИЧЕСКОМ РЕЖИМЕ НА ВЫСОКОТОЧНОМ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОМ СПЕКТРОМЕТРЕ С ИСТОЧНИКОМ ИЗЛУЧЕНИЯ НЕПРЕРЫВНОГО СПЕКТРА CONTRAA®700

Махачкала 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.

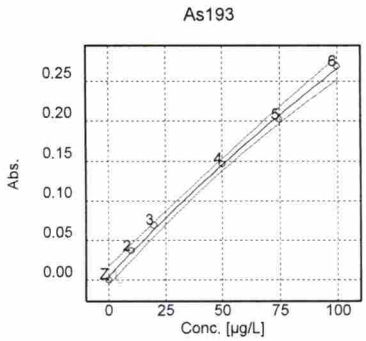
Для приготовления головного раствора из $H_3AsO_4 \cdot 0{,}5H_2O$ необходимо взять 2.0148 г навески и разбавить водой до 1 л.

После приготовления головного раствора последующим разбавлением получаем калибровочные растворы с концентрацией: 20.0 и 100 мкг/л. Которые в последующем будут разбавляться автосэмплером: 0, 5, 10, 20, 50, 75, 100 мкг/л. Растворы образцов и стандартов необходимо разбавлять 1%-й азотной кислотой.

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.

Calibration

Method: As With Mg(NO3)2
Results file:



Calibration data: As193

Date: 27.05.2014 12:48

R^2(adj.): 0.995484861 Slope:0.00302 Abs./µg/L Char.conc.:1.44554 µg/L/1%A
Method SD: 2.13690 µg/L
y=(a+bx)/((1+cx) a=0.0052380 b=0.0030245 c=0.0015841

Table As193

Type	*Conc. [µg/L]*	*Abs.*	*SD*	*RSD/%*	*Abs. Recal.*	*Rem.*
Cal-Zero1	0	0.00028	0.00180	643.2		
Cal-Std1	5	-0.00067	0.00845	###.#		#DEL
Cal-Std2	10	0.03680	0.00049	1.3		
Cal-Std3	20	0.06904	0.00469	6.8		
Cal-Std4	50	0.14578	0.00059	0.4		
Cal-Std5	75	0.20177	0.00120	0.6		
Cal-Std6	100	0.26823	0.00983	3.7		

Finished: 27.05.2014 12:48

Operator: Magovedov K.E.

Method Parameters Technique: Graphite furnace

Name: As With Mg(NO3)2 *Version:* 14
Created: 23.05.2014 15:59 *By operator:* Magovedov K.E.
Comment:

Lines

Line	*Type*	*Elem.*	*Wavel.[nm]*	*Read time[s]*	*Spectra*	*Group*	*Order*
As193	Abs	As	193.6960	5	68	1	1

Graphite Furnace Parameters (Platform)

As193

Furnace program

Step	*Name*	*Temp.[°C]*	*Ramp[°C/s]*	*Hold[s]*	*Time[s]*	*Wash*	*Add.gas*	*Inj.*	*E/P*
1	Drying	80	6	23	29.0	Stop	Max		
2	Drying	90	3	25	28.3	Stop	Max		
3	Drying	110	5	15	19.0	Stop	Max		
4	Pyrolysis	350	50	20	24.8	Max	Stop		
5	Pyrolysis	1100	300	10	12.5	Max	Stop		
6	Gas adaption	1100	0	5	5.0	Stop	Stop		
7	Atomize	2200	1500	4	4.7	Stop	Stop		
8	Clean	2450	500	4	4.5	Max	Stop		

Modifier

#	*Name*	*Vol.[µL]*	*Pos*	*to Sample*
1	Mg(NO3)2	5	78	on

Enrichment: off
QC stock in tube: off

Sample Transport

Delay time: 0 s *Autosampler:* Yes
Dilution if conc. exceeded: in graphite tube
Wash: Between runs *Wash cycles:* 2

Evaluation

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

Calibration

Mode: Standard calibration *Std. prep.:* by variation of volume

Stock standards

No.	*Name*	*Pos*	Unit
1	0	1	µg/L
	Elements and concentrations: As 0		
2	20	2	µg/L
	Elements and concentrations: As 20		
3	100	3	µg/L
	Elements and concentrations: As 100		

Calibration Curve Parameters

Operator: Magovedov K.E.

Line	*Calib. func.*	*Intercept*	*Weighting*	*Check*	*Unit*	*Vol.*
As193	nonlinear	calculate	none	none	*µg/L*	*20*

Calibration Table

No.	*Type*	*Pos*	*%(Stock No.)*	*Rec*	*As[µg/L]*
1	Cal-Zero	1	0(0)	*REC*	0
2	Cal-Std	2	5(2)	-	5
3	Cal-Std	2	10(2)	-	10
4	Cal-Std	2	20(2)	*REC*	20
5	Cal-Std	3	10(3)	-	50
6	Cal-Std	3	15(3)	-	75
7	Cal-Std	3	20(3)	-	100

Statistics Parameters

Statistics::	Mean stat.	*CI calc..:*	absolute	*Confidence level:*	95.4%
Repl./sample:	2	*Repl./calib.sample:*	3	*Repl./QC sample:*	2
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 12:48