

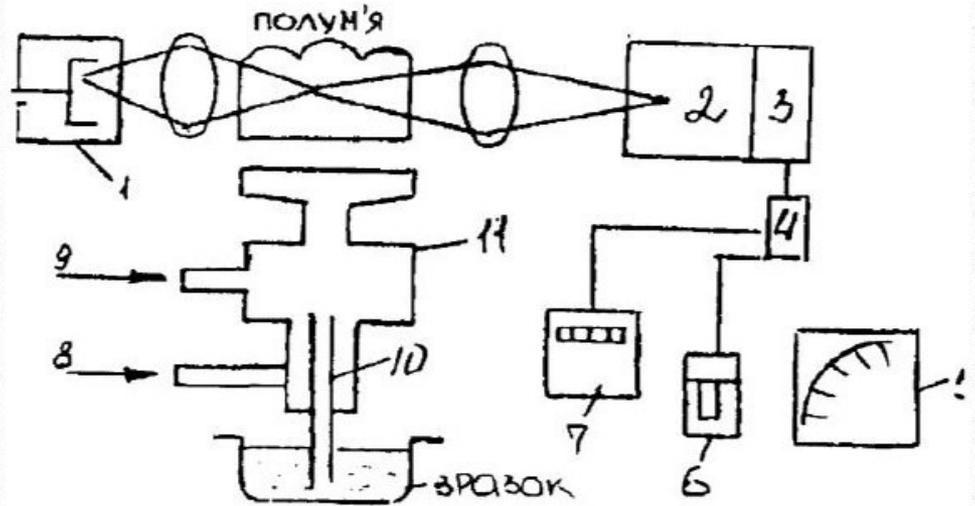


Визначення елементного складу методом атомно- абсорбційної спектроскопії



Суть методу

Метод базується на поглинанні ультрафіолетового або видимого випромінювання атомами газу



Принципова схема аналізу речовини атомно-абсорбційним методом :

1 — джерело випромінювання; 2 — монохроматор; 3 — детектор; 4 — підсилювач; 5 — стрілочний пристрій; 6 — самописець; 7 — цифродрукуючий пристрій; 8,9 — відповідно ввід окислювача та палива; 10 — розпилювач; 11 — розпилювальна камера.



Обладнання та реактиви

ААС із лампами, повітряний компресор, ацетилен розчинений і газоподібний в балонах, ваги лабораторні, електроплитка, електрична піч, сушильна шафа, гомогенізатор, щипці тигельні, піпет-дозатори, лабораторний посуд (склянки, пробірки на 10, 5 мл, лійки); вода дистильована, кислота нітратна (1:1), основний стандарт-розчин МЕС.



Атомно-абсорбційний спектрометр



реактиви



Порядок роботи

1. Підготовка проб



Подрібнення

Наважка 10 г

Метод сухої
мініралізації



Озолення в муфельній печі при 450°C (15 год).



Утворення вологої солі краплями азотної кислоти



Утворення білої золи



Порядок роботи

2. Приготування дослідних розчинів для визначення важких металів



1. для визначення Cd та Pb (1:1)



2. для визначення Cu (1:5)

3. для визначення Zn (1:25)



Порядок роботи

3. Приготування стандарт-розчинів



Порядок роботи

4. Підготовка спектрометра до роботи

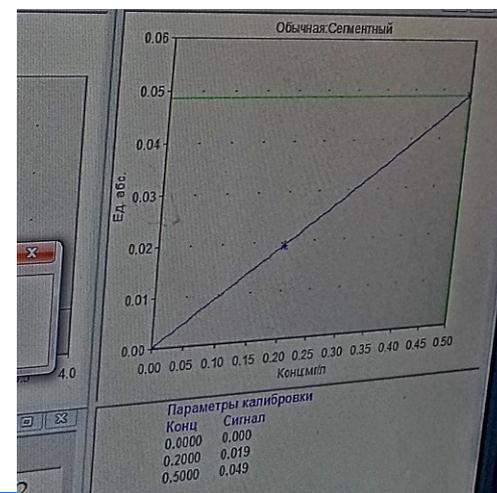
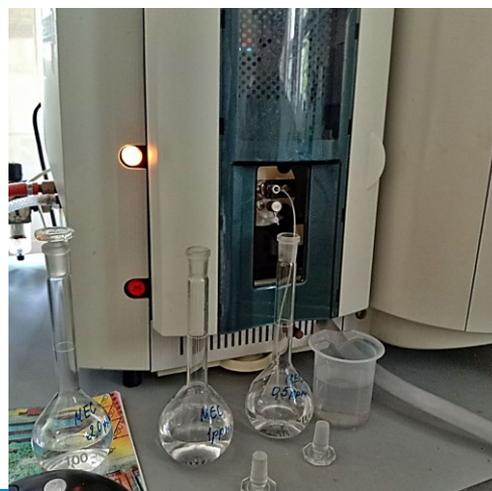
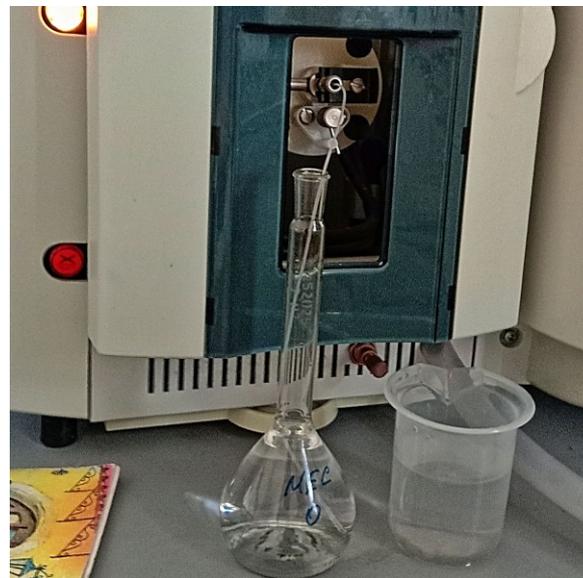
- 1) Увімкнути прилад за 15 хв до початку аналізу;
- 2) Встановити необхідні для досліджуваних елементів лампи;
- 3) Забезпечити постачання газу (ацетилену) у прилад. Увімкнути витяжку;
- 4) Увімкнути атомізатор полум'я;
- 5) Увімкнути програму керування приладом на ПК.



Порядок роботи

5. Вимірювання

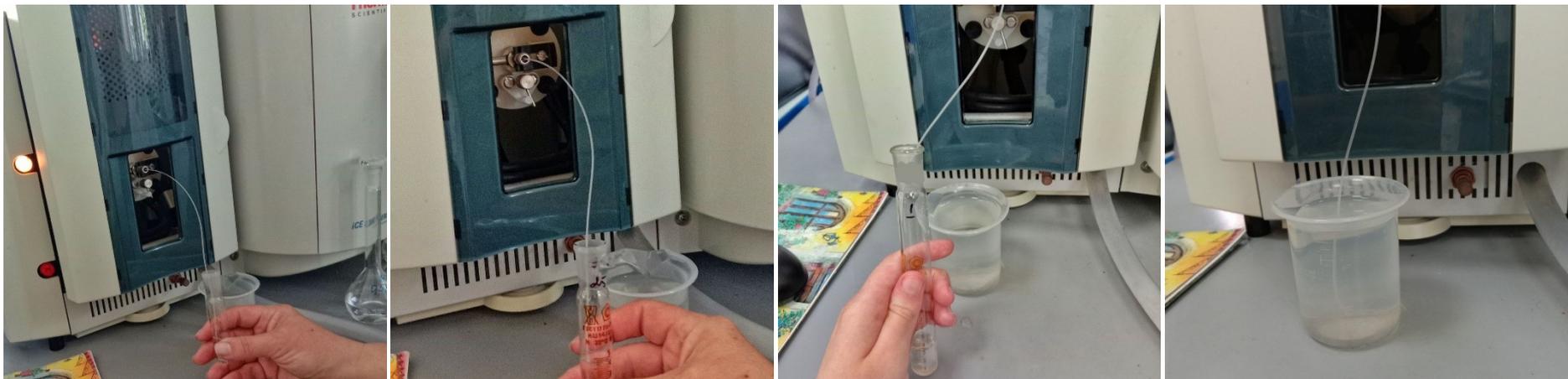
- 1) Вибір методики згідно досліджуваного елемента та його концентрацій (наприклад, Zn 0,1-30);
- 2) Розпилення у полум'я нульового стандарту;
- 3) Побудова калібрувальної лінії шляхом виміру стандарт-розчинів у порядку зростання концентрації;



Порядок роботи

5. Вимірювання

- 4) Вимірювання досліджуваного розчину. Після кожної паралелі промивання системи дистильованою водою.
- 5) Аналогічно повторити п.1-4 для кожного досліджуваного елемента ($Zn \rightarrow Cu \rightarrow Pb \rightarrow Cd$).
- 6) При завершенні роботи промити систему дистильованою водою. Вимкнути прилад, постачання газу та витяжку.



Обробка результатів вимірювання

Аналіз показав, що досліджувані зерна кукурудзи містять допустимі за ДСТУ-4525:2006 «Кукурудза. Технічні умови», а саме (середні значення):

Zn – 15,28 мкг/кг (< 50,0);

Cu – 1,92 мкг/кг (< 30,0);

Pb < 0,20 мкг/кг (< 5,0);

Cd < 0,20 мкг/кг (< 0,3).

Zn				
ПРОБА	СИГНАЛ	СКО	КОНЦ.	КОНЦ. С УЧЕТОМ РАЗБАВЛЕНИЯ
	Абс	%	мг/л	мг/кг
Бланк калибров	-0.00033	77.42203		0
Стандарт 1	0.020762	0.505221	0.1	
Стандарт 2	0.040551	0.594314	0.2	
Стандарт 3	0.098799	0.318963	0.5	
Стандарт 4	0.18318	0.423089	1	
Стандарт 5	0.326547	0.130675	2	
25	0.115618	0.838511	0.589865	14.74664
25	0.119455	0.301657	0.611083	15.27707
25	0.123345	0.623327	0.632657	15.81641
Середнє, мг/кг				15.28

Pb				
ПРОБА	СИГНАЛ	СКО	КОНЦ.	КОНЦ. С УЧЕТОМ Р
	Абс	%	мг/л	мг/кг
Бланк калибров	-0.00029	54.62859		0
Стандарт 1	0.002115	5.158017	0.2	
Стандарт 2	0.00569	2.403951	0.5	
Стандарт 3	0.011495	0.559208	1	
Стандарт 4	0.023318	0.67663	2	
1	0.001072	12.78823	0.113185	0.113185
1	0.001709	3.127026	0.16621	0.16621
1	0.001648	7.687008	0.16116	0.16116
				<0.20

Результати вимірювання

