

ПРЯМОЕ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЫШЬЯКА В ПОЧВАХ РЕСПУБЛИКИ ТАТАРСТАН С ПОМОЩЬЮ ДВУХСТАДИЙНОЙ ЗОНДОВОЙ АТОМИЗАЦИИ В ГРАФИТОВОЙ ПЕЧИ

Захаров Ю.А.¹, Окунев Р.В.¹, Григорьян Б.Р.¹, Хайбуллин Р.Р.¹, Ирисов Д.С.²

¹Казанский (Приволжский) федеральный университет, Казань

²ООО «Атзонд», Казань

Yuri.Zakharov@ksu.ru, tutinkaz@yandex.ru, Boris.Grigoryan@kpfu.ru, info@atzond.ru, info@atzond.ru

Предложен способ прямого атомно-абсорбционного анализа почв вводимых в печь в виде суспензии на содержание мышьяка. Он основан на двухстадийной зондовой атомизации, осуществляемой с помощью роботизированной приставки АТЗОНД-1 к стандартной графитовой печи. С ее помощью удастся снизить неселективное поглощение, а так же сократить трудозатраты при пробоподготовке. Правильность проведения анализов проверена на ГСО черного сланца СЧС-1 и донного отложения озера Байкал БИЛ-1. Отработанным способом были проанализированы почвенные образцы отобранные на территории Республики Татарстан.

Ключевые слова: прямой атомно абсорбционный анализ, двухстадийная зондовая атомизация, почва, мышьяк

Исследование содержания мышьяка в компонентах биосферы является важной экологической задачей [1]. Обычно мышьяк определяют в растворах полученных после кислотной экстракции, сплавления со щелочью или кислотного разложения пробы почвы [2, 3]. Эти методы требуют значительных трудозатрат и высокочувствительных приборов для измерения концентрации мышьяка в полученных растворах. С другой стороны, электротермическая атомно-абсорбционная спектрометрия (ЭТААС) позволяет проводить прямой анализ твердых проб дозируемых в печь в виде суспензии [1]. Сложность определения мышьяка в почвах методом ЭТААС, обусловлена высоким уровнем неселективного поглощения создаваемой матрицей пробы на длине волны аналитической линии элемента (193.7 нм), а так же летучестью соединений мышьяка, препятствующей пиролизу пробы при высоких температурах для отгонки матрицы. Поэтому требуется трудоемкая химическая пробоподготовка

В данной работе предложен менее трудоемкий способ определения мышьяка в почвах дозируемых в печь в виде суспензии. Измерение проводили на атомно-абсорбционном спектрометре МГА-915МД (Люмекс), оснащенным блоком зондовой атомизации АТЗОНД-1 (ООО «Атзонд», Россия), с помощью которого осуществляется двухстадийная зондовая атомизация (ДЗА) [4]. Холодный вольфрамовый зонд блока улавливает атомизированный пар аналита, выходящий из печи, а затем испаряет образовавшийся конденсат очищенной от матрицы пробы внутри печи за счет нагрева электрическим током. Часть газов (окислы азота, углерода, галогены и т.п.) не конденсируется на зонде в силу недостаточности давления насыщенных паров и

удаляется совсем. Мышьяк и его соединения оседают на зонде, давая отчетливый очищенный от матрицы пробы аналитический сигнал на стадии атомизации с зонда.

Особое внимание уделялось пробоподготовке и дозированию суспензий. Навеска 0,5г протертой до состояния пудры почвы помещали в пластиковые пробирки на 15 мл и заливали 1,5 мл смесью соляной и азотной кислоты (3:1). Выдерживали 30 мин и доводили суспензию бидистиллированной водой до 10 мл. Такая обработка была необходима для получения точных и воспроизводимых результатов. До дна пробирки опускали пластиковую трубочку диаметром 0,5 см через которую при помощи компрессора осуществляли перемешивание пузырьками воздуха. Подача воздуха останавливалась автоматически за 1 секунду до отбора дозы автосэмплером. Правильность проведения анализов проверена на стандартных образцах черного сланца СЧС-1 (ГСО 8549-04) и байкальского ила БИЛ-1 (ГСО 7126-94). Диапазон определяемых концентраций мышьяка 0,5 – 120 мг/кг почвы.

Для проверки отработанного способа, было подготовлено и проанализировано 45 почвенных образцов отобранных летом 2013 года в Апастовском, Арском, Тюлячинском, Балтасинском, Кукморском, Дрожжановском районах Республики Татарстан. Содержание мышьяка в поверхностных горизонтах изученных почв варьировало 1,5-9,5 мг/кг. Превышение содержания мышьяка в изученных почвах не обнаружено. Таким образом, способ анализа мышьяка методом атомно-абсорбционной спектрометрии с помощью приставки для ДЗА в графитовой печи рекомендуем для исследования почв.

Список литературы

1. Кахнович З.Н., Лернер Л.А. Атомно-абсорбционное определение мышьяка с графитовой печью в природных водах и водных вытяжках из почв // Почвоведение. 1988. № 10. С. 127-131.
2. Аптикаев Р.С. Соединения мышьяка в почвах природных и антропогенных ландшафтов: Дис. канд. биол. наук: 03.00.27 Москва, 2005, 194 с.
3. Murko S., Milacic R, Veber M, Scancar J. Determination of Cd, Pb and As in sediments of the Sava River by electrothermal atomic absorption spectrometry / J. Serb. Chem. Soc. 75 (1) (2010)113–128 p
4. Пат. № 2273843 Российская Федерация, МПК7 G01N21/74. Способ спектрального анализа / Ю.А. Захаров, О.Б. Кокорина; заявитель и патентообладатель Ю.А.Захаров. — № 2004130373/28; заявл. 08.10.2004; опубл. 10.04.2006. Бюл. № 10. – 5 с. : ил.

DIRECT ANALYSIS OF ARSENIC IN SOILS OF REPUBLIC OF TATARSTAN BY ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY WITH DOUBLE-STAGE PROBE ATOMIZATION IN THE GRAPHITE FURNACE

Zakharov Y.A.¹, Okunev R.V.¹, Grigoryan B.R.¹, Haibullin R.R.¹, Irisov D.S.²

¹Kazan (Volga region) Federal University, Kazan

²LLC «Atzond», Kazan

Yuri.Zakharov@ksu.ru, tutinkaz@yandex.ru, Boris.Grigoryan@kpfu.ru, info@atzond.ru, info@atzond.ru

The new method of the direct atomic absorption analysis of the soils us suspension for quantitative determination of arsenic is developed. It is based on the double-stage probe atomization which is carried out by means of robotized accessory ATZOND-1 to a commercial graphite furnace. It is possible to eliminate excessive background absorption at atomization, to use simple probe preparation procedure. Validation is checked using the state standard samples of rock black slate SChS-1 and sediment of Lake Baikal BIl-1. The method used for analysis of samples obtained from Republic of Tatarstan.

Keywords: direct atomic absorption analysis, double-stage probe atomization, soil, arsenic