

Modyfikatory matrycy

w technice

GFAAS

Jacek Sowiński

GBC Polska

js@gbcpolska.pl

Modyfikatory matrycy - substancje, które dodane do próbki lub wprost do kuwety grafitowej zmieniają skład matrycy i/lub warunki fizykochemiczne podczas oznaczania pierwiastka w piecu grafitowym

Celem stosowania modyfikatorów matrycy jest zminimalizowanie interferencji - na ogół wpływu matrycy na oznaczenie.

Efekty działania modyfikatorów matrycy to:

- Lepsze rozdzielenie procesów usuwania (odparowania) matrycy i atomizacji oznaczanego pierwiastka
- Zmniejszenie poziomu absorpcji niespecyficznego w czasie pomiaru absorbancji
- Ograniczenie kontaktu analizowanego pierwiastka z grafitem

Podział modyfikatorów matrycy ze względu na sposób działania

Modyfikatory matrycy

```
graph TD; A[Modyfikatory matrycy] --> B[Obniżenie temperatury usuwania matrycy]; A --> C[Podwyższenie temperatury pojawiania się atomów analizowanego pierwiastka]; B --> D[Termiczna stabilność matrycy]; C --> E[Termiczna stabilność analizowanego pierwiastka];
```

Obniżenie
temperatury
usuwania matrycy

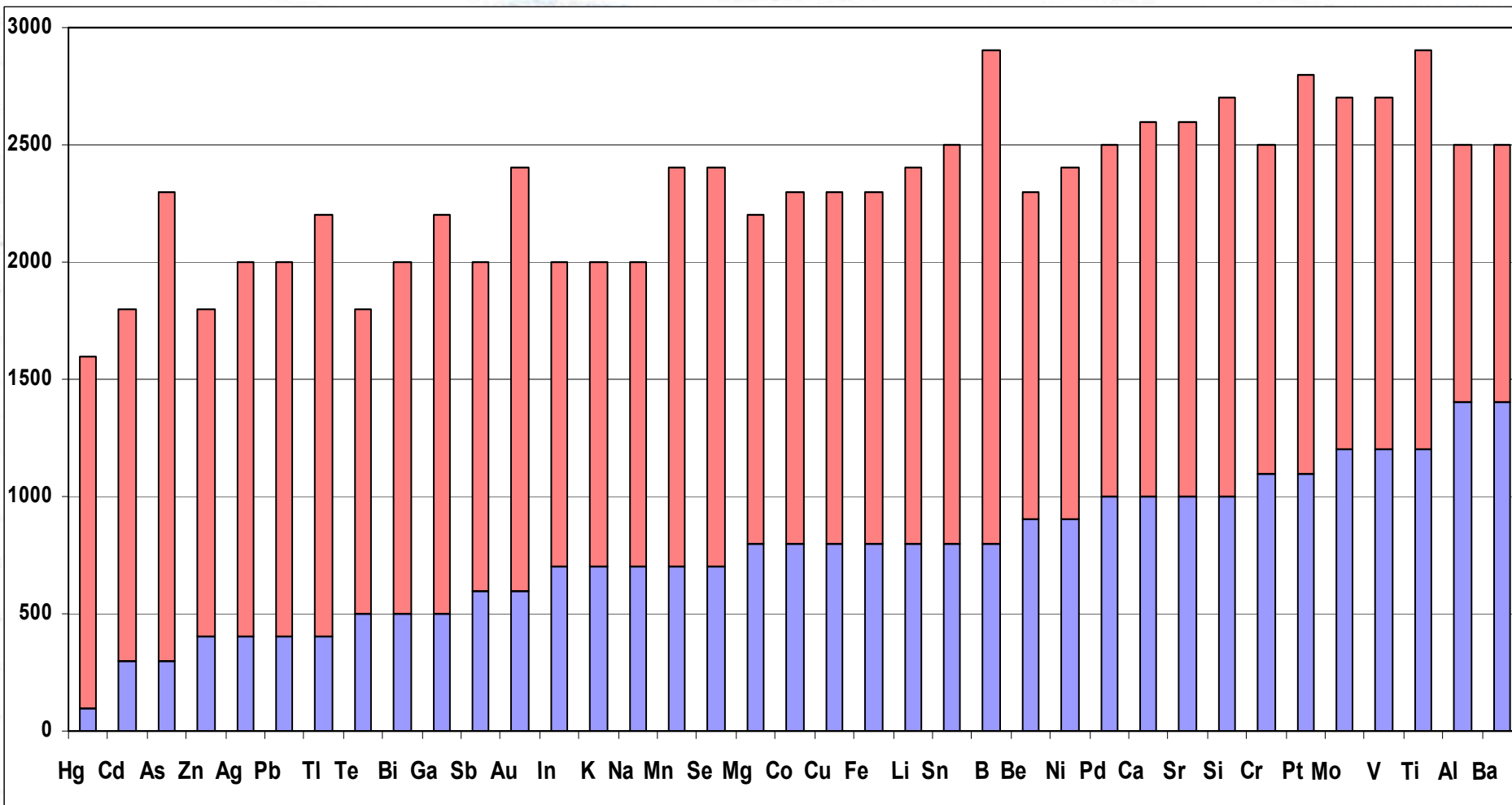
Termiczna stabilność
matrycy

Podwyższenie
temperatury pojawiania
się atomów
analizowanego
pierwiastka

Termiczna stabilność
analizowanego pierwiastka

Temperatury rozkładu termicznego/atomizacji - zestawienie

Temperatury dla czystych wzorców, na ogół z anionem azotanowym



Przykład sposobu obniżenia temperatury usuwania matrycy

- Oznaczamy Cd (lub Pb)
- Matryca zawiera NaCl

1 PROBLEM

Dla Cd (i Pb) zalecana temperatura rozkładu termicznego jest niska (poniżej 500°C).

Matryca odparuje dopiero podczas atomizacji.

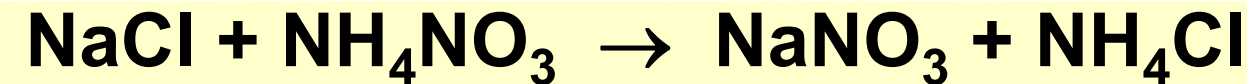
Absorpcja niespecyficzna uniemożliwi oznaczenie.

2 PROBLEM

Obecność matrycy chlorkowej powoduje tworzenie lotnego CdCl_2 (lub PbCl_2).

Możliwe straty analitu już w b. niskich temperaturach

Dodajemy modyfikator - NH_4NO_3 !



matryca

modyfikator

683°C

483°C

650°C

500°C

1400°C

210°C

380°C

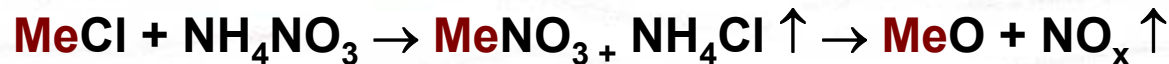
330°C

1413°C(tw)

210°C(r)

380°C(r)

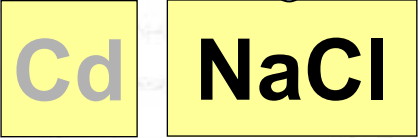
340°C(s)



	t.t. [°C]	t.w. [°C]
CdCl_2	586	975
PbCl_2	501	950
NaCl	801	1413

380-400 °C
jest temperaturą wystarczającą
do usunięcia matrycy (chlorków)

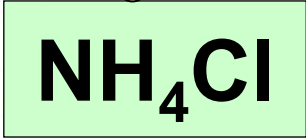
1400°C
(t.w.)



matryca

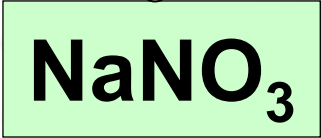


340°C
(sublimacja)



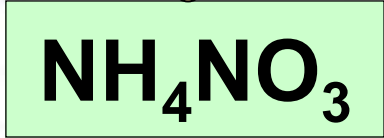
produkt
reakcji

380°C
(rozkład)



produkt
reakcji

210°C
(rozkład)



nadmiar
modyfikatora

Przykład sposobu podwyższenia temperatury pojawiania się atomów oznaczanego pierwiastka

- Oznaczamy Cd (lub Pb)

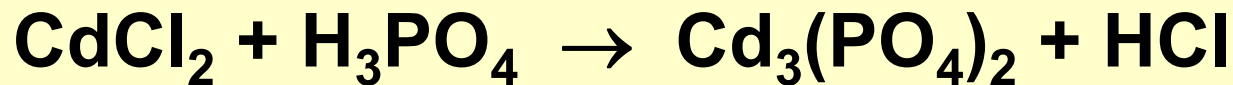
- Matryca zawiera NaCl



- Dla Cd (i Pb) zalecana temp. rozkładu termicznego jest niska (poniżej 500°C)

- Obecność matrycy chlorkowej powoduje tworzenie lotnego CdCl_2 (lub PbCl_2)

Dodajemy modyfikator - H_3PO_4 !



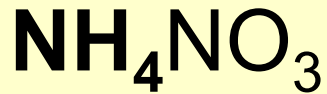
„lotny” modyfikator

ok. 500°C

min. 900°C

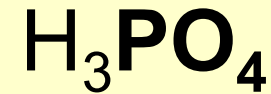
Połączenie oddziaływań na stabilność termiczną matrycy i oznaczanego pierwiastka w jednym modyfikatorze

- *usuwanie matrycy* -



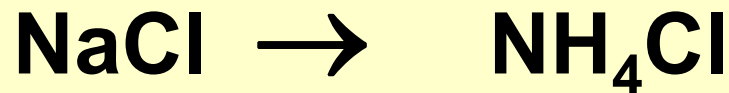
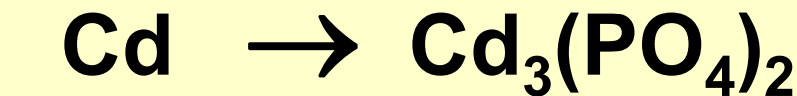
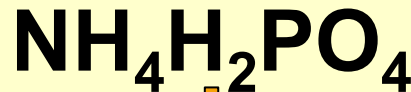
aktywnym jonem jest jon amonowy

- *zatrzymanie analitu* -



aktywnym jonem jest jon fosforanowy

Dodajemy modyfikator



...a temperaturę rozkładu termicznego możemy podnieść w okolice 800°C

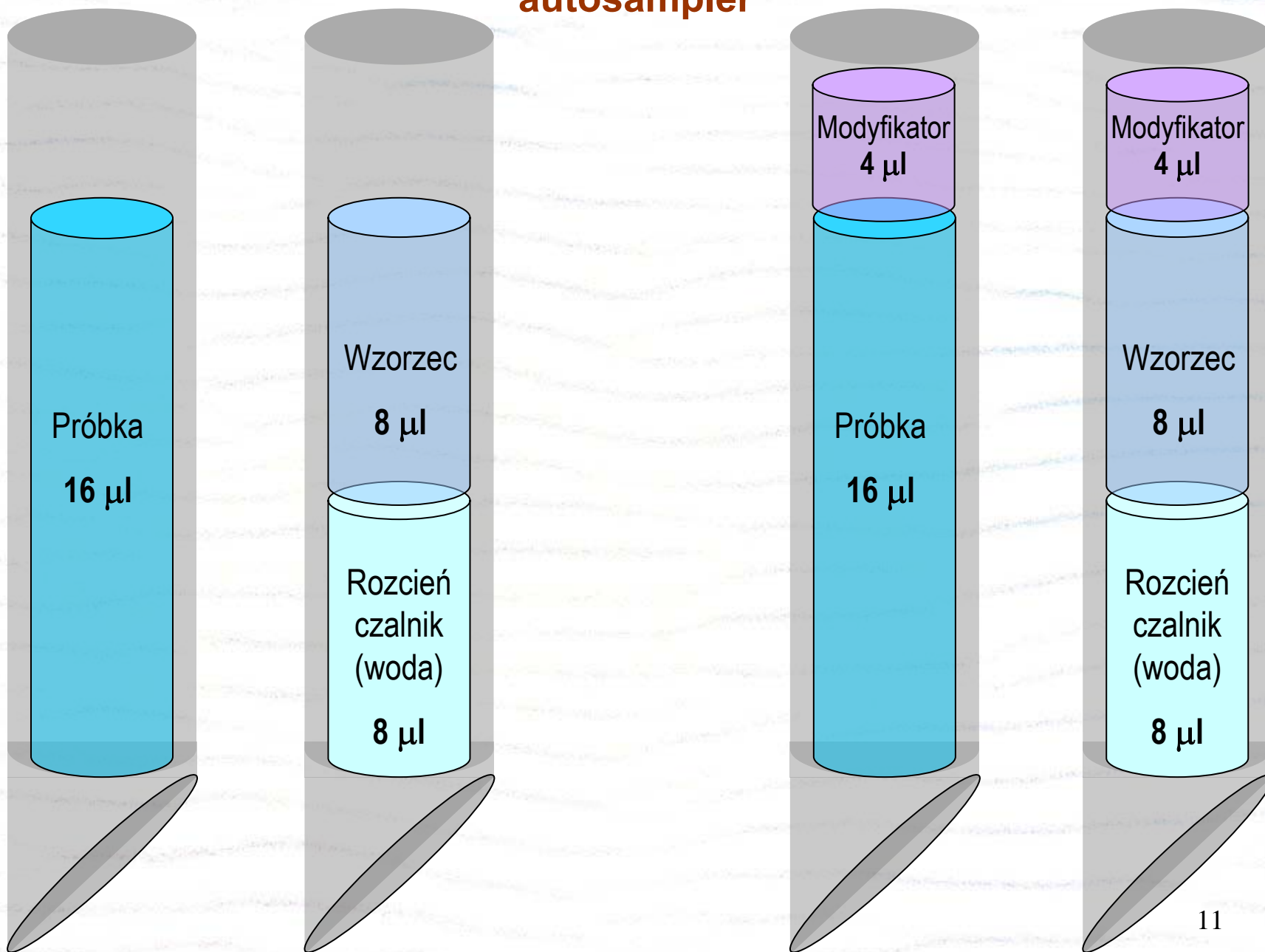
Realizacja praktyczna – czyli, jak to wykonać?

Założenie –

- ✓ mamy próbkę, w której musimy oznaczyć **kadm**
- ✓ przypuszczamy, że w próbce są **chlorki**

-
- analizujemy „zagrożenia” i dobieramy modyfikator: **$\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$**
 - zdobywamy informacje o preferowanych stężeniach tego modyfikatora
 - przygotowujemy roztwór we własnym zakresie...
... LUB kupujemy gotowe opakowanie roztworu modyfikatora
 - dodajemy roztwór modyfikatora do wszystkich próbek, wzorców i ślepych...
... LUB wykorzystujemy możliwość automatycznego dodawania modyfikatora w chwili pobierania roztworów przez autosampler (zdecydowanie preferowane!)
 - wykonujemy obliczenia
 - deklarujemy stężenia wzorców
 - programujemy autosampler

Przykładowe objętości próbki / wzorca / modyfikatora pobierane przez autosampler



Przykładowa realizacja programowa

Objętość dozowanej próbki

standardowo: 10 - 20 μ l

z modyfikatorem np.: 16 μ l próbki + 4 μ l modyfikatora

Rodzaj kalibracji: Stęż. najmn. kwadraty

Wzorce

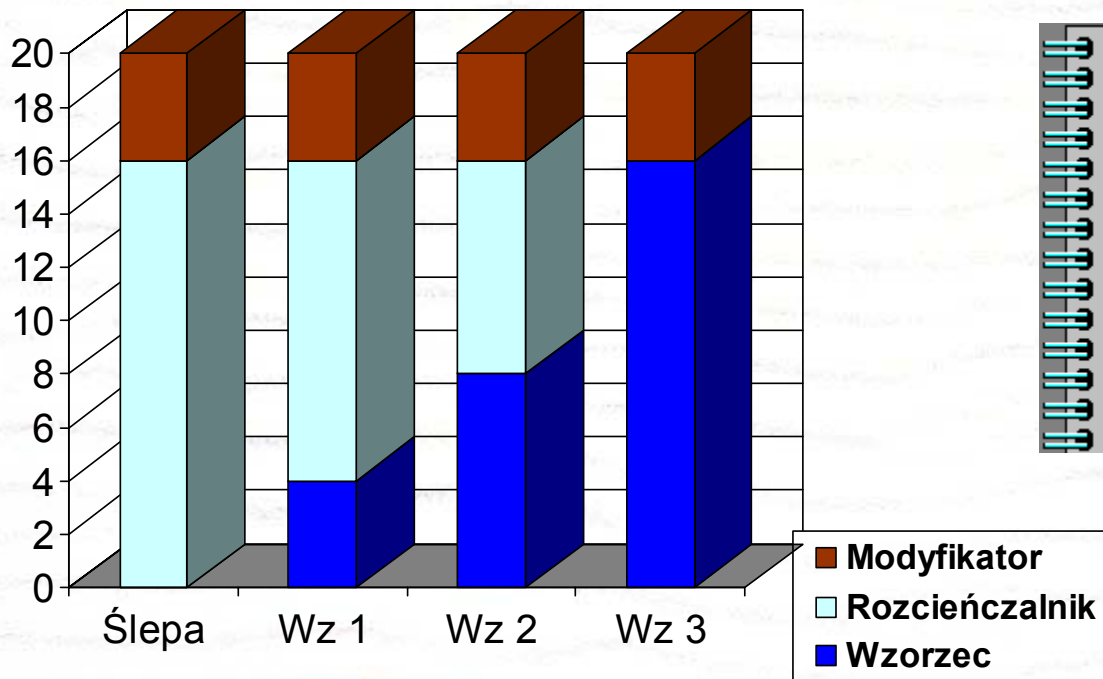
	Etykieta	Stęż.	Abs
Ślepa			
Wz 1	Wzorzec 1	2.500	0.100
Wz 2	Wzorzec 2	5.000	0.200
Wz 3	Wzorzec 3	10.000	0.300

Opis
Przyrząd
Pomiar
Kalibracja
Wzorce

Objętość Wzorzec roboczy Szybkość Rozcieńc

	Stęż.	Pozycja	Objętość
	10.000	Wzorzec 10	

Opis
Przyrząd
Pomiar



Objętość Wzorzec roboczy Szybkość Rozcieńc

Objętość próbki (ul)

Objętość modyfikatora (ul)

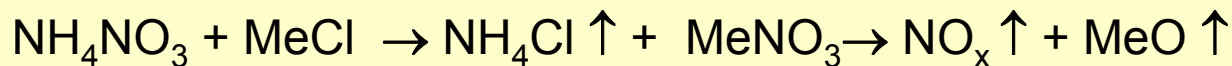
Objętość dodatkowego modyfikatora (ul)

Całkowita objętość (ul)

Opis
Przyrząd
Pomiar
Kalibracja
Wzorce
Jakość
Pr. kuw

Modyfikatory wpływające na matrycę

NH₄NO₃ - stosowany do usuwania matrycy chlorkowej



zalecane stężenie modyfikatora – min. 10x stężenie matrycy

HNO₃ - o stężeniu 0,1-3 % (i więcej, nawet do 20 %)

stosowany do usuwania matrycy chlorkowej, efektywny dla łatwo lotnych chlorków metali przejściowych

H₂ – wprowadzany jako gaz dodatkowy; 5-10% w mieszaninie z argonem
stosowany do usuwania matrycy chlorkowej poprzez redukcję chlorków;
daje często doskonałe efekty, niestety jest niedoceniany

O₂ lub powietrze – wprowadzany jako gaz dodatkowy;
w temperaturach nie przekraczających 600°C umożliwia wygodne
usuwanie matryc organicznych;
stosowany przy analizach np.: olejów i mleka

Programy temperaturowe do realizacji metodyk z gazowymi modyfikatorami

TI w solance
10 μ l
Aux=
Ar+H₂

Krok	Końc. Temp.	Czas narostu	Czas utrzym.	Inert Gas Ar	Aux Gas Ar+H ₂	Komentarz
1	110	5	20	3.0	0	suszenie
2	130	10	30	0	3.0	suszenie+ H ₂
3	750	20	20	0	3.0	redukcja / r. term.
4	750	0	5	3.0	0	odtworz. atmosfery Ar
5	750	0	1	0	0	wstrzymanie przep. gazu
6	2200	0	3	0	0	atomizacja (+odczyt/rejestracja)
7	2400	0	2	3.0	0	dopalenie

Cd w oleju
15 μ l
Aux=
powietrze

Krok	Końc. Temp.	Czas narostu	Czas utrzym.	Inert Gas Ar	Aux Gas N ₂ +O ₂	Komentarz
1	110	5	20	3.0	0	suszenie
2	130	10	30	0	3.0	suszenie+ O ₂
3	550	30	60	0	3.0	utlenianie / r. term.
4	550	0	10	3.0	0	odtworz. atmosfery Ar
5	550	0	1	0	0	wstrzymanie przep. gazu
6	2000	0	3	0	0	atomizacja (+odczyt/rejestracja)
7	2400	0	2	3.0	0	dopalenie

Modyfikatory wpływające na oznaczany pierwiastek

H₃PO₄, fosforany, NH₄H₂PO₄ - stabilizują Cd, Pb, Sb;
działa poprzez tworzenie trudno lotnych fosforanów

Mg(NO₃)₂ – umożliwia podwyższenie temp. rozkładu termicznego o 100°C;
bywa stosowany przy oznaczaniu Se, Co, Al i B

NH₄H₂PO₄ + Mg(NO₃)₂ – umożliwia podwyższenie temp. rozkładu termicznego o 100°C;
bywa stosowany przy oznaczaniu Pb, Cd i Bi;
obecnie często zastępowany przez modyfikator Pd+Mg

Ni jako Ni(NO₃)₂ – umożliwia podwyższenie temp. rozkładu termicznego;
bywał powszechnie stosowany przy oznaczaniu As, Se, Sb i Bi;
obecnie często zastępowany przez inne modyfikatory ze względu na to, że Ni jest często oznaczany w kuwecie;
jeszcze inną alternatywą jest technika generowania wodorków

Modyfikatory wpływające na oznaczany pierwiastek (c.d.)

Cu – jako alternatywa dla Ni;
podobne działanie i podobne wady, dodatkowo nie stabilizuje Se;

La(NO₃)₃ – stosowany przy oznaczaniu P;
bardzo korozyjne działanie na kuwetę

Ca(NO₃)₂ – stosowany przy oznaczaniu Si, Al i B - ale głównie ze względu na poprawę czułości oznaczeń

(NH₄)₂S – stosowany przy oznaczaniu Hg;
stabilizuje termicznie bardzo lotną rtęć przez utworzenie trwałego siarczku

Ba(OH)₂ – stosowany przy oznaczaniu B;
alternatywa dla Ca

Zr, Rh, Ir,
utleniacze typu: **H₂O₂, KMnO₄**
reduktory typu: **kwask askorbinowy, NH₂OH·HCl**
związki metaloorganiczne (cykloheksanomaślan, dwutiokarbaminiany)

Modyfikatory wpływające na oznaczany pierwiastek - Pd

Pd – obecnie najpopularniejszy modyfikator stosowany w GFAAS; stosowany samodzielnie lub w połączeniu z **Mg(NO₃)₂**

Działa na zasadzie tworzenia specyficznych połączeń Metal-Pallad określanych nazwą *połączenia interkalacyjne*;

Stosowane są najczęściej następujące wersje modyfikatora palladowego:

- **Pd**
- **Pd + kwas askorbinowy**
- **Pd + NH₂OH·HCl**
- **Pd + Mg(NO₃)₂**

Jako sól palladową stosuje się azotan lub chlorek.

Często modyfikator Pd jest wstępnie redukowany w kuwecie, a dopiero po redukcji wprowadza się analizowaną próbkę.

Modyfikator Pd umożliwia podniesienie temperatury rozkładu termicznego dla 19 pierwiastków do 1000°C.

Modyfikatory wpływające na oznaczany pierwiastek – Pd (c.d.)

Zalety modyfikatora Pd

- Znacznie podwyższa temperatury pojawiania się pierwiastków
- Może być stosowany do szerokiej grupy pierwiastków
- Zapewnia podobne temperatury rozkładu termicznego i atomizacji dla wielu pierwiastków
- Generuje względnie niski poziom tła
- Bardzo korzystnie wpływa na oznaczanie pierwiastków tworzących trwałe połączenia z grafitem ograniczając kontakt z powierzchnią kuwety (Si, V, W)
- Jest łatwo dostępny w postaci o wysokiej czystości
- Jest względnie rzadko oznaczany techniką GFAAS
- Trwale modyfikuje powierzchnię kuwety przejawiając cechy „modyfikatora permanentnego”

Wady modyfikatora Pd

Interferencje spektralne Pd:

Tl	276,8 nm	(Pd 276,309 nm)
Cu	324,7 nm	(Pd 324,270 nm)

Modyfikator palladowy – wstępna redukcja

Nastrzyk modyfikatora (Pd)

Suszenie modyfikatora

Redukcja Pd do metalu

Ostudzenie przed nastrzykiem próbki

	Końc. Temp.	Czas narostu	Czas utrzym.	Inert Gas	Aux. Gas
1					
2	110	5.0	40.0	0.0	3.0
3	1100	5.0	20.0	0.0	3.0
4	30	0.1	5.0	3.0	0.0
5					
6	110	5.0	40.0	0.0	3.0
7	1100	10.0	20.0	0.0	3.0
8	1100	0.0	1.0	0.0	0.0
9	2400	0.5	1.0	0.0	0.0

Magnet Field Strength (T) 1.00

Oznaczany pierwiastek	Maksymalna temperatura rozkładu termicznego		Wzrost temperatury rozkładu termicznego
	bez modyfikatora	z modyfikatorem Pd	
Cd	300	900	600
Se	300	1100	800
As	300	1200	900
Zn	400	1000	600
Pb	400	1100	700
Bi	500	1100	600
Te	500	1300	800
Sb	700	1400	700
Mn	800	1200	400
Co	900	1200	300
Ni	900	1200	300
Cr	1100	1200	100

Przykładowy program temperaturowy z zastosowaniem modyfikatora palladowego jako modyfikatora dodatkowego

Zestawienie popularnych modyfikatorów matrycy

Oznaczany pierwiastek	Modyfikator	Sugerowane stężenie modyfikatora	Działanie
<i>Cd</i> <i>Al</i>	H_3PO_4	1000 ppm (0,1%)	Tworzą się mniej lotne fosforany Atomizacja wymaga wyższej temp.
<i>Pb</i> <i>Cd</i>	$Mg(NO_3)_2$ + $NH_4H_2PO_4$	0.3% + 1%	Umożliwia podwyższenie temperatury rozkładu termicznego
<i>Pb</i>	NH_4NO_3	Min. 10 × stęż. matrycy	Obniża temp. odparowania matrycy
<i>As</i> <i>Se</i> <i>Sb</i> <i>Bi</i>	Ni jako $Ni(NO_3)_2$	1000 ppm Ni	Podwyższa temperaturę rozkładu termicznego i temperaturę atomizacji
<i>Hg</i>	$(NH_4)_2S$		Podwyższa temp. rozkładu termicznego
<i>Al</i>	$Mg(NO_3)_2$		Polepsza czułość i precyzję oznaczeń
<i>Si</i> <i>Al</i> <i>B</i>	$Ca(NO_3)_2$		Polepsza czułość oznaczeń
<i>B</i>	$Ba(OH)_2$	3000 ppm Ba	
<i>P</i>	$La(NO_3)_3$	2000 ppm La	Podwyższa temp. rozkładu termicznego
<i>As</i> <i>Sb</i> <i>Bi</i> <i>Sn</i>	Pd + W		Podwyższa temperaturę rozkładu termicznego

Niebezpieczeństwa związane z kontaminacją

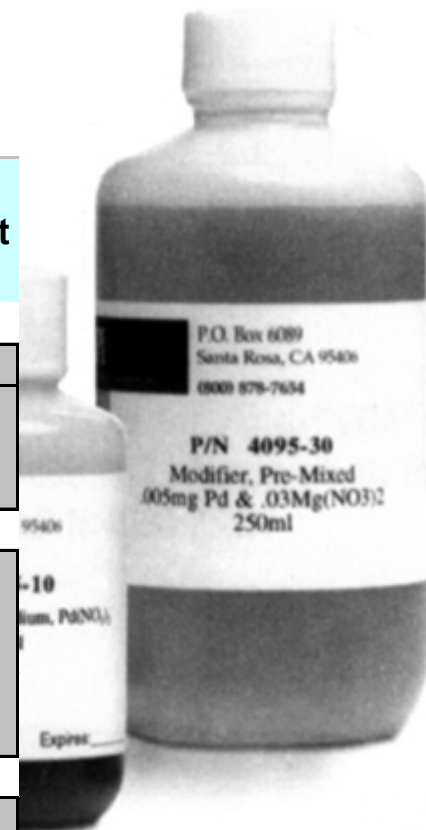
- Mg jako modyfikator uniemożliwi późniejsze oznaczanie Mg
- Ni jako modyfikator uniemożliwi późniejsze oznaczanie Ni
- Zanieczyszczenia wprowadzane z modyfikatorem mogą się kumulować
- Długi cykl pomiarów z modyfikatorem może spowodować „permanentną modyfikację” kuwety, istotnie wpływając na inne oznaczenia

Modyfikatory matrycy zalecane przez firmę **GBC**

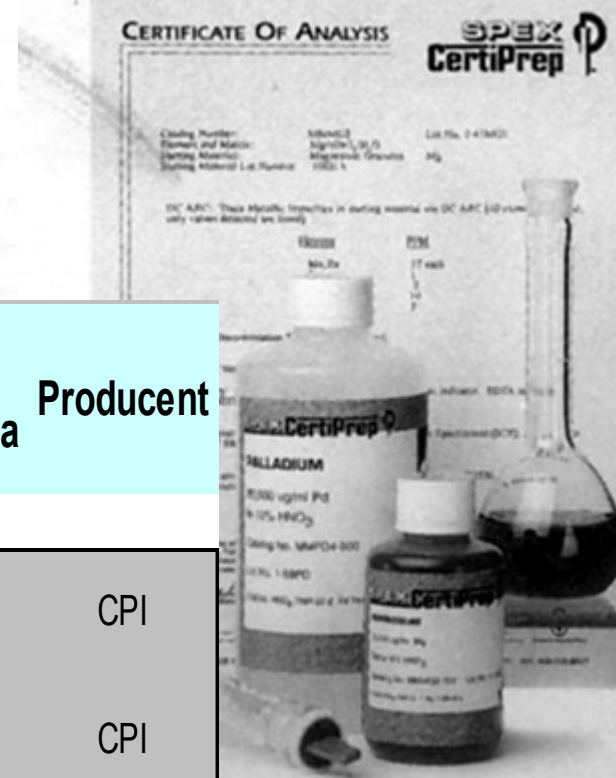
Pierwiastek	Modyfikator	Objętość modyf.	Matryca
Ag	b. m.		1% HNO ₃
Al.	b. m.		1% HNO ₃
As	1000 ppm PdCl ₃ + 0,4% hydroksyloaminy	5 µl	1% HCl
B	0,3% Mg(NO ₃) ₂	5 µl	1% HCl
Ba	b. m.		1% HNO ₃
Bi	0,5% NH ₄ H ₂ PO ₄ + 0,15% Mg(NO ₃) ₂	5 µl	1% HNO ₃
Cd	1% NH ₄ H ₂ PO ₄	5 µl	1% HNO ₃
Co	0,3% Mg(NO ₃) ₂	5 µl	1% HNO ₃
Cr	1000 ppm PdCl ₃ + kwas askorbinowy	5 µl	1% HCl
Cs	b. m.		1% HNO ₃
Cu	b. m.		1% HNO ₃
Fe	b. m.		1% HNO ₃
In	1000 ppm PdCl ₃ + 0,4% hydroksyloaminy	5 µl	1% HNO ₃
Ir	b. m.		1% HCl
Mn	0,3% Ca(NO ₃) ₂ ·4H ₂ O	5 µl	1% HNO ₃
Mo	b. m.		1% HNO ₃
Ni	1000 ppm PdCl ₃ + 0,4% hydroksyloaminy	5 µl	1% HNO ₃
Pb	1% NH ₄ H ₂ PO ₄ + 0,3% Mg(NO ₃) ₂	5 µl	1% HNO ₃
Pt	b. m.		1% HNO ₃
Rb	b. m.		1% HNO ₃
Rh	b. m.		1% HNO ₃
Sb	1% NH ₄ H ₂ PO ₄	5 µl	1% HNO ₃
Se	0,3% Mg(NO ₃) ₂	5 µl	1% HNO ₃
Si	b. m.		1% H ₂ O
Sr	b. m.		1% HNO ₃
Te	1000 ppm PdCl ₃ + 0,4% hydroksyloaminy	5 µl	1% HNO ₃
Ti	b. m.		1% HNO ₃ 22
V	b. m.		1% HNO ₃

Modyfikatory pojedyncze

Składnik podstawowy	Stężenie wg opisu producenta	Stężenie w ppm	Odczynnik podstawowy	Matryca	Dostępne opakowania	Producent
Ni	1%	10 000	Ni(NO ₃) ₂	10% HNO ₃	100ml	CPI
Ni	5%	10 000	Ni(NO ₃) ₂	10% HNO ₃	100ml	CPI
Ni	5%	50 000	Ni(NO ₃) ₂	5% HNO ₃	100ml/500ml	SPEX
Ni	20ug w 20ul	1 000	Ni(NO ₃) ₂		250ml	CPI
Mg	1%	10 000	Mg(NO ₃) ₂		100ml	CPI
Mg	2%	20 000	Mg(NO ₃) ₂	5% HNO ₃	100ml/500ml	SPEX
Mg	50ug w 20ul	2 500	Mg(NO ₃) ₂		250ml	CPI
Mg	6ug w 20ul	300	Mg(NO ₃) ₂		250ml	CPI
Mg	15ug w 5ul	3 000	Mg(NO ₃) ₂		250ml	CPI
NH ₄ H ₂ PO ₄	1%	10 000	NH ₄ H ₂ PO ₄	1% HNO ₃	100ml	CPI
(NH ₄) ₂ HPO ₄	40%	400 000	(NH ₄) ₂ HPO ₄	H ₂ O	100ml/500ml	SPEX
NH ₄ NO ₃	2%	20 000	NH ₄ NO ₃	H ₂ O	100ml	CPI
NH ₄ NO ₃	2%	20 000	NH ₄ NO ₃	H ₂ O	100ml	SPEX
Ca	2%	20 000	Ca(NO ₃) ₂	5% HNO ₃	100ml	CPI
Ca	2%	20 000	Ca(NO ₃) ₂	5% HNO ₃	100ml	SPEX
Pd	1%	10 000	Pd(NO ₃) ₂	HNO ₃	100ml	CPI
Pd	2%	20 000	Pd(NO ₃) ₂	10% HNO ₃	100ml/500ml	SPEX
La	5%	50 000	La ₂ O ₃	5% HNO ₃	100ml	CPI
La	5%	50 000	La ₂ O ₃	5% HNO ₃	100ml	SPEX



Modyfikatory - mieszane



Składnik podstawowy	Stężenie wg opisu producenta	Stężenie w ppm	Odczynnik podstawowy	Matryca	Dostępne opakowania	Producent
Pd + Mg	30ug Pd & 20ug Mg(NO ₃) ₂ w 20ul	1500+1000	Pd(NO ₃) ₂ Mg(NO ₃) ₂	HNO ₃	250ml	CPI
Pd + Mg	15ug Pd & 10ug Mg(NO ₃) ₂ w 20ul	750+500	Pd(NO ₃) ₂ Mg(NO ₃) ₂	HNO ₃	250ml	CPI
Pd + Mg	5ug Pd & 3ug Mg(NO ₃) ₂ w 5ul	1000+600	Pd(NO ₃) ₂ Mg(NO ₃) ₂	HNO ₃	250ml	CPI
NH ₄ H ₂ PO ₄ + Mg	200ug NH ₄ H ₂ PO ₄ & 10ug Mg(NO ₃) ₂ w 20ul	10000+500	NH ₄ H ₂ PO ₄ Mg(NO ₃) ₂		250ml	CPI
NH ₄ H ₂ PO ₄ + Mg	50ug NH ₄ H ₂ PO ₄ & 3ug Mg(NO ₃) ₂ w 5ul	10000+600	NH ₄ H ₂ PO ₄ Mg(NO ₃) ₂		250ml	CPI



- ▼ GBC-Polska
- ▼ Przyrządy
- ▼ Części zamienna
- ▼ Urządzenia laboratoryjne
- ▼ Materiały eksploatacyjne
 - Lampy katodowe
 - Lampy deuterowe
 - CRM
 - Roztwory wzorcowe AAS
 - Modyfikatory matrycy (AAS)** ⇨
 - Bufohy jonizacyjne (AAS)
 - Kuwety grafitowe
 - Nebulizery (rozpylacze)
 - Palniki ICP
 - Komory mgłowe
 - Topniki
- ▼ FSGE
- ▼ GC & GC-MS FSGE
- ▼ PHOTRON
- ▼ BWB
- ▼ SPEX
- ▼ Materiały odniesienia

Modyfikatory matrycy

Modyfikatory matrycy do techniki bezplamieniowej AAS

Modyfikatory matrycy



Przykłady modyfikatorów matrycy stosowanych podczas oznaczeń wybranych pierwiastków techniką bezplamieniowej AAS

Oznaczany pierwiastek	Modyfikator	Kwas/matryca	Obj. modyf. [ul]	Podwyższenie temp. r. t.
As	1000 ppm PdCl ₃ + 0,4% hydroksyloaminy	1% HCl	5	450
B	0,3% Mg(NO ₃) ₂	1% HCl	5	
Bi	0,5% NH ₄ H ₂ PO ₄ + 0,15% Mg(NO ₃) ₂	1% HNO ₃	5	300
Cd	1% NH ₄ H ₂ PO ₄	1% HNO ₃	5	550
Co	0,3% Mg(NO ₃) ₂	1% HNO ₃	5	100
Cr	1000 ppm PdCl ₃ + kwas askorbinowy	1% HCl	5	350
In	1000 ppm PdCl ₃ + 0,4% hydroksyloaminy	1% HNO ₃	5	100
Mn	0,3% Ca(NO ₃) ₂ ·4H ₂ O	1% HNO ₃	5	
Ni	1000 ppm PdCl ₃ + 0,4% hydroksyloaminy	1% HNO ₃	5	
Pb	1% NH ₄ H ₂ PO ₄ + 0,3% Mg(NO ₃) ₂	1% HNO ₃	5	400
Sb	1% NH ₄ H ₂ PO ₄	1% HNO ₃	6	150
Se	0,3% Mg(NO ₃) ₂	1% HNO ₃	5	100
Te	1000 ppm PdCl ₃ + 0,4% hydroksyloaminy	1% HNO ₃	5	250

Uwaga! Informacje zawarte w powyższej tabeli stanowią wyłącznie sugerowane składki modyfikatorów i są powiązane z najczęściej spotykanymi problemami podczas oznaczania wybranych pierwiastków. W szczególności podane informacje wynikają z własnych opracowań firmy GBC wykonanych na spektrometrze AAS UltraZ.

Firma GBC Polska zaleca wykonanie własnych pomiarów optymalizacyjnych dla konkretnego przyrządu, typu kuwety grafitowej, składu próbek oraz wzorców.

Informacje

Spotkanie Użytkowników 2008
Zakopane, 15-17 paźdz. 2008

Promocje

Kolumny kapilarnie SGE do chromatografii gazowej. Bezpłatny przewodnik aplikacyjny

Modyfikatory na stronie internetowej WWW.GBCPOLSKA.PL

Modyfikatory matrycy (jedno- oraz dwuskładnikowe) dostępne w standardowej ofercie firmy GBC Polska

Prod.	Modyfikator	Stężenie modyfikatora [ppm]	Stężenie modyfikatora [%]	Stężenie kwasu	Objętość opakowania [cm ³]	Nr katalogowy
SPEX	La(NO ₃) ₃	50000	5	5% HNO ₃	125	MMLA2-100
SPEX	Mg(NO ₃) ₂	20000	2	5% HNO ₃	125	MMMG2-100
SPEX	Mg(NO ₃) ₂	20000	2	5% HNO ₃	500	MMMG2-500
SPEX	Ni(NO ₃) ₂	50000	5	5% HNO ₃	125	MMNI4-100
SPEX	Ni(NO ₃) ₂	50000	5	5% HNO ₃	500	MMNI4-500
SPEX	NH ₄ NO ₃	20000	2	5% HNO ₃	125	MMNO9-100
SPEX	(NH ₄) ₂ HPO ₄	400000	40	H ₂ O	125	MMP9-100
SPEX	(NH ₄) ₂ HPO ₄	400000	40	H ₂ O	500	MMP9-500
SPEX	Pd	20000	2	10% HNO ₃	125	MMPD4-100
SPEX	Mg(NO ₃) ₂	10000	1	2-5% HNO ₃	100	PLMG2-3Y
SPEX	Mg(NO ₃) ₂	10000	1	2-5% HNO ₃	500	PLMG2-3X
SPEX	Pd	1000	0.1	10% HCl	100	PLPD3-2Y
SPEX	Pd	1000	0.1	10% HCl	500	PLPD3-2X
SPEX	NH ₄ H ₂ PO ₄	10000	1	H ₂ O	100	PLP9-3Y
SPEX	NH ₄ H ₂ PO ₄	10000	1	H ₂ O	500	PLP9-3X
	Pd	10000		10% HNO ₃	100	4095-10
	Mg(NO ₃) ₂	10000	1		100	4095-12
	Ni(NO ₃) ₂	10000	1	4% HNO ₃	100	4095-14
	NH ₄ H ₂ PO ₄	10000	1	1% HNO ₃	100	4095-16
	Pd & Mg(NO ₃) ₂	750	0.075		250	4095-20
		500	0.05			

Modyfikatory na stronie internetowej WWW.GBCPOLSKA.PL

rodziny kolumny GC
do chromatografii gazowej.
Bezpłatny przewodnik
GBC 2010

Cyna Sn

Symbol chemiczny: Sn
Masa atomowa: 118.69

 Sn - lampy katodowe HCL

 wzorce Sn do techniki AAS

AAS - Technika płomieniowa - oznaczanie cyny



Prąd lampy: 5 mA
Prąd super-lampy: 15 mA
Rodzaj płomienia (podstawowy): acetylen-podtlenek azotu - redukujący, słabo świecący
Rodzaj płomienia (opcjonalny): acetylen-powietrze
Cyna można oznaczać techniką generacji wodorków

Linia analityczna [nm]	Szczelina spektralna [nm]	Zakres roboczy [ppm]	Stężenie charakterystyczne [ppm]	Granica wykrywalności [ppm]
235.5	0.5	1-140	0.7	0.03
286.3	0.5	1.5-170	0.9	
224.6	0.2	2-100	1.5	
233.5	0.5	5-700	3.7	
266.1	0.5	20-3900	22	

Stężenie wzorca: ppm (ug/ml)

Linia: nm

AAS - Technika płomieniowa / emisja - oznaczanie cyny

Linia emisyjna: 284 nm
Szczelina: 0.2 nm
Rodzaj płomienia: acetylen-podtlenek azotu

AAS - Generacja wodorków / zimne pary - oznaczanie cyny

w przygotowaniu...

AAS - Technika bezpłomieniowa (kuweta grafitowa) - oznaczanie cyny

Temperatura rozkładu termicznego: 800 °C
Temperatura atomizacji: 2500 °C
Masa charakterystyczna: 22 pg

Stężenie wzorca: ppb (ng/ml)

Objętość: ul

Modyfikator matrycy: $(\text{NH}_4)_2\text{HC}_6\text{H}_5\text{O}_7$ - 1% cytrynian dwuamonowy

alternatywnie:

Modyfikator matrycy (2): EDTA -

Modyfikator matrycy (3): $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ -

Modyfikator matrycy (4): $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ -

ICP - oznaczanie cyny

Modyfikatory na stronie internetowej WWW.GBCPOLSKA.PL

AAS - Technika bezplamieniowa (kuweta grafitowa) - oznaczanie cyny

Temperatura rozkładu termicznego: 800 °C
Temperatura atomizacji: 2500 °C
Masa charakterystyczna: 22 µg

Stężenie wzorca: ppb (ng/ml)

Objętość: ul

Modyfikator matrycy: $(\text{NH}_4)_2\text{HC}_6\text{H}_5\text{O}_7$ - 1% cytrynian dwuamonowy

alternatywnie:

Modyfikator matrycy (2): EDTA -


Modyfikator matrycy (3): $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ -

Modyfikator matrycy (4): $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ -

ICP - oznaczanie cyny

Dziękuję za uwagę

16 października 2008

09:00		Śniadanie	
09:30 · 10:00		Wprowadzenie	mgr inż. Mariusz Szkolmowski GBC Polska
10:00 · 10:45		Absorpcyjna spektrometria atomowa dziś i jutro. Problemy i rozwiązania.	dr hab. Ryszard Dobrowolski UMCS
10:45 · 11:00		Kawa	
11:00 · 11:30		Oznaczanie anionów i kationów z wykorzystaniem elektrod jonoselektywnych ISE oraz miareczkowania potencjometrycznego	mgr inż. Marcin Grzelka Labindex
11:30 · 12:15		Modyfikatory matrycy	mgr Jacek Sowiński GBC Polska
12:15 · 12:45		Zagospodarowanie przestrzeni laboratoryjnej w aspekcie normy akredytacyjnej PN-EN 17025	mgr inż. Mariola Muźnierowska Labor System S.C.
12:45 · 13:30		Obiad	
13:30		Warsztaty (rotacyjne zajęcia w 3 podgrupach)	
13:30 · 14:30		Jak wyznaczać parametry walidacyjne? Precyzja	dr hab. inż. Piotr Konieczka Politechnika Gdańska
14:30 · 15:30		Audit techniczny w laboratorium ASA czyli przygotowanie do auditu technicznego jednostki akredytującej lub auditu wewnętrznego	dr Piotr Paślawski Auditor PCA
15:30 · 16:30		Droga wymiany informacji Użytkownik-Firma. Rok po uruchomieniu Biura Serwisowego.	mgr inż. Mariusz Szkolmowski, Koordynator Serwisu i Serwis GBC Polska
16:30 · 16:45		Kawa	
16:45 · 17:15		Ogólna dyskusja	
17:15 · 17:45		Pokaz mielenia "trudnych" próbek w młynku kriogenicznym (porównanie mielenia tej samej próbki w typowym młynku laboratoryjnym)	mgr inż. Grzegorz Cisoń GBC Polska MSc Grahame Mowatt SPEX
20:30		Kolacja i spotkanie towarzyskie	