

УТВЕРЖДАЮ

Ректор ФГБОУ ВПО «Дагестанский государственный университет»



М.Х. Рабаданов

2014 г.

МЕТОДИКА АТОМНО-АБСОРБЦИОННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ В РАСТИТЕЛЬНОМ СЫРЬЕ, А ТАКЖЕ В КОНЦЕНТРАТАХ ПОСЛЕ ДЕСОРБЦИИ С РАЗЛИЧНЫХ СОРБЕНТОВ В ПЛАМЕННОМ 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 алюминия головного раствора соли алюминия (III) необходимо взять навеску фольги весом 1,0000 г. Прилить 40 мл концентрированной соляной кислоты (ч.д.а. или х.ч.) и 5 мл 30%-й перекиси водорода (ч.д.а. или х.ч.) и довести 1%-й соляной кислотой объем до 1 л.

Для приготовления головного раствора из нитрата алюминия шести водного необходимо взять 11,605 г навески и разбавить 1%-й соляной кислотой до 1 л.

После приготовления головного раствора последующим разбавлением получаем калибровочные растворы с концентрацией: 0,1, 0,5, 1,0, 2,0, 4,0, 6,0, 8,0, 10,0 мкг/л.

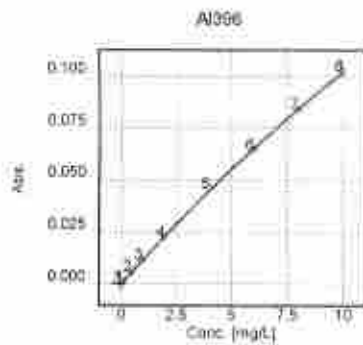
Перед началом построения калибровочной зависимости в пламенном режиме, предварительно прогревают горелку 10 минут для установления постоянной стабильной температуры во избежание погрешностей при температурном расширении.

Определение алюминия 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: AI(N2O)

Results file:



Calibration data: AI396

Date: 27.05.2014 12:33

R²(adj.): 0.999721561 Slope:0.01200 Abs./mg/L Char.conc.:0.36348 mg/L/1%A

Method SD: 0.05486 mg/L

y=(a+bx)/((1+cx) a=0.0001017 b=0.0119970 c=0.0173715

Table AI396

Type	Conc [mg/L]	Abs.	SD	RSD/%	Abs. Recal	Rem.
Cal-Zero1	0	-0.00007	0.00001	19.6		
Cal-Std1	0.1	0.00147	0.00006	4.1		
Cal-Std2	0.5	0.00623	0.00003	0.4		
Cal-Std3	1	0.01182	0.00016	1.3		
Cal-Std4	2	0.02263	0.00082	3.6		
Cal-Std5	4	0.04606	0.00028	0.6		
Cal-Std6	6	0.06473	0.00060	0.9		
Cal-Std7	8	0.08421	0.00248	2.9		
Cal-Std8	10	0.10243	0.00125	1.2		

Finished: 27.05.2014 12:33

Operator: Magomedov K.E.

Method Parameters **Technique: Flame**

Name: Al(N2O) Version: 2
 Created: 03.12.2012 18:06 By operator: Magomedov K.
 Comment:

Lines

Line	Type	Elem.	Wavel.[nm]	Read time[s]	Spectra	Group	Order
Al396	Abs	Al	396.1520	3	41	1	1

Flame Parameters

Type: C2H2-N2O Ox. control: off
 Burner type: 50 mm Burner angle: 0 deg Nebulizer rate: 0 mL/min
 Line: C2H2-N2O[L/h] Burner height[mm]
 Al396 210 6

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.
Al396	Mean	with reference	200	5	dynam.	off

Calibration

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

Calibration Curve Parameters

Line	Calib. func.	Intercept	Weighting	Check	Unit
Al396	nonlinear	calculate	none	none	mg/L

Calibration Table

No.	Type	Pos	%(Stock No.)	Rec	Al[mg/L]
1	Cal-Zero	0	0(0)	REC 0	
2	Cal-Std	0	0(1)	-	0.1
3	Cal-Std	0	0(1)	-	0.5
4	Cal-Std	0	0(1)	REC 1	
5	Cal-Std	0	0(1)	-	2
6	Cal-Std	0	0(1)	-	4
7	Cal-Std	0	0(1)	-	6
8	Cal-Std	0	0(1)	-	8
9	Cal-Std	0	0(1)	-	10

Statistics Parameters

Statistics: Mean stat. Cl calc.: absolute Confidence level: 95.4%
 Repl./sample: 3 Repl./calib. sample: 2 Repl./QC sample: 3
 Pre-runs: 0 Grubbs test: off

QCS Parameters

Operator: Magovedov K.E.

No entries exist

QCC Parameters

RSD/RR% check: no react.

Calib. check: no react.

Recal. check: no react.

Finished 27.05.2014 12:34