УТВЕРЖДАЮ

Ректор ФГБОУ ВПО «Дагестанский государственный университет»

_____ М.Х. Рабаданов

«____» _____ 2014 г.

МЕТОДИКА АТОМНО-АБСОРБЦИОННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАЛЬЦИЯ И СТРОНЦИЯ В РАСТИТЕЛЬНЫХ ОБЪЕКТАХ, 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 $CaCO_3$ головного раствора соли кальция (II) необходимо взять навеску массой 2.4973 г. Прилить 25 мл 1 М соляной кислоты (ч.д.а. или х.ч.) и довести 1%-й соляной кислотой объем до 1 л.

Для приготовления из навески CaCl головного раствора соли кальция (II) необходимо взять навеску массой 2.7692 г. Довести 1%-й соляной кислотой объем до 1 л.

Для приготовления из навески $SrCO_3$ головного раствора соли стронция (II) необходимо взять навеску массой 1.6848 г. Прилить 20 мл 1 М соляной кислоты (ч.д.а. или х.ч.) и довести 1%-й соляной кислотой объем до 1 л.

Для приготовления из навески $Sr(NO_3)_2$ головного раствора соли стронция (II) необходимо взять навеску массой 2.4153 г. Довести 1%-й соляной кислотой объем до 1 л.

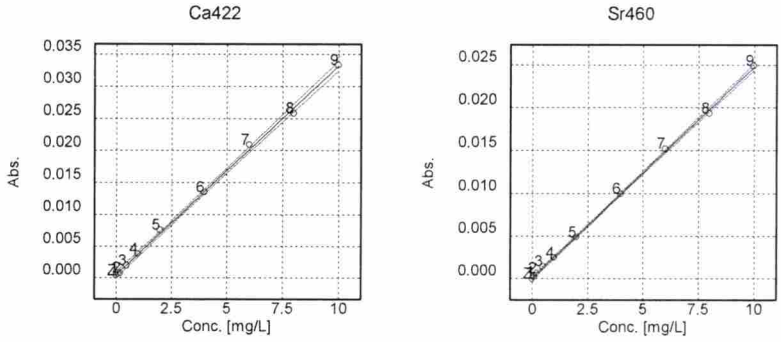
После приготовления головных растворов последующим разбавлением получаем калибровочные растворы с содержащие одновременно Ca и Sr концентрацией: 0.1, 0.5, 1.0, 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0 мг/л.

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 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: Ca,Sr C2H2-Air
Results file:



Calibration data: Ca422

Date: 27.05.2014 12:41

R²(adj.): 0.998187164 Slope:0.00328 Abs./mg/L Char.conc.:1.33117 mg/L/1%A
Method SD: 0.14564 mg/L
y=a+bx a=0.0004413 b=0.0032753

Table Ca422

Type	*Conc. [mg/L]*	*Abs.*	*SD*	*RSD/%*	*Abs. Recal.*	*Rem.*
Cal-Zero1	0	0.00036	0.00021	57.0		
Cal-Std1	0.1	0.00074	0.00004	5.8		
Cal-Std2	0.2	0.00076	0.00014	19.0		
Cal-Std3	0.5	0.00193	0.00006	3.1		
Cal-Std4	1	0.00379	0.00008	2.1		
Cal-Std5	2	0.00749	0.00032	4.3		
Cal-Std6	4	0.01346	0.00010	0.8		
Cal-Std7	6	0.02091	0.00044	2.1		
Cal-Std8	8	0.02579	0.00032	1.2		
Cal-Std9	10	0.03333	0.00047	1.4		

Calibration data: Sr460

Date: 27.05.2014 12:41

R²(adj.): 0.999254866 Slope:0.00247 Abs./mg/L Char.conc.:1.76638 mg/L/1%A
Method SD: 0.09333 mg/L
y=a+bx a=0.0000479 b=0.0024683

Table Sr460

Type	*Conc. [mg/L]*	*Abs.*	*SD*	*RSD/%*	*Abs. Recal.*	*Rem.*
Cal-Zero1	0	-0.00003	0.00005	186.9		
Cal-Std1	0.1	0.00023	0.00006	25.5		
Cal-Std2	0.2	0.00062	0.00011	17.8		
Cal-Std3	0.5	0.00142	0.00008	5.4		
Cal-Std4	1	0.00247	0.00004	1.7		
Cal-Std5	2	0.00485	0.00002	0.3		
Cal-Std6	4	0.00996	0.00010	1.1		

Cal-Std7	6	0.01523	0.00052	3.4
Cal-Std8	8	0.01934	0.00023	1.2
Cal-Std9	10	0.02488	0.00030	1.2

Finished: 27.05.2014 12:41

Method Parameters Technique: Flame

Name: Ca,Sr C2H2-Air *Version:* 1
Created: 27.05.2014 12:40 *By operator:* Magovedov K.E.
Comment:

Lines

Line	*Type*	*Elem.*	*Wavel.[nm]*	*Read time[s]*	*Spectra*	*Group*	*Order*
Ca422	Abs	Ca	422.6728	3	41	1	1
Sr460	Abs	Sr	460.7331	3	41	1	2

Flame Parameters

Type: C2H2-air *Ox. control:* off
Burner type: 50 mm *Burner angle:* 0 deg *Nebulizer rate:* 0 mL/min

Line	*C2H2-air[L/h]*	*Burner height[mm]*
Ca422	80	6
Sr460	65	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.*
Ca422	Mean	with reference	200	3	dynam.	off
Sr460	Mean	with reference	200	3	dynam.	off

Calibration

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

Calibration Curve Parameters

Line	*Calib. func.*	*Intercept*	*Weighting*	*Check*	*Unit*
Ca422	linear	calculate	none	none	*mg/L*
Sr460	linear	calculate	none	none	*mg/L*

Calibration Table

No.	*Type*	*Pos*	*%(Stock No.)*	*Rec*	*Ca[mg/L]*	*Sr[mg/L]*
1	Cal-Zero	0	0(0)	*REC*	0	0
2	Cal-Std	0	0(1)	-	0.1	0.1
3	Cal-Std	0	0(1)	-	0.2	0.2
4	Cal-Std	0	0(1)	-	0.5	0.5
5	Cal-Std	0	0(1)	*REC*	1	1
6	Cal-Std	0	0(1)	-	2	2
7	Cal-Std	0	0(1)	-	4	4
8	Cal-Std	0	0(1)	-	6	6
9	Cal-Std	0	0(1)	-	8	8
10	Cal-Std	0	0(1)	-	10	10

Statistics Parameters

Statistics::	Mean stat.	*CI calc..:*	absolute	*Confidence level:*	95.4%
Repl./sample:	3	*Repl./calib.sample:*	3	*Repl./QC sample:*	3
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 12:40