УТВЕРЖДАЮ

Ректор ФГБОУ ВПО «Дагестанский государственный университет»

_____ М.Х. Рабаданов

«04» _____ 2014 г.

МЕТОДИКА АТОМНО-АБСОРБЦИОННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХРОМА (III) И ЖЕЛЕЗА (III) В ПРИРОДНЫХ ОБЪЕКТАХ, 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 Fe головного раствора необходимо взять навеску массой 1.0000 г. Прилить 20 мл соляной кислоты (1:1) (ч.д.а. или х.ч.) и довести 1%-й соляной кислотой объем до 1 л.

Для приготовления из навески Cr головного раствора необходимо взять навеску массой 1.0000 г. Прилить 50 мл концентрированной соляной кислоты (ч.д.а. или х.ч.) и довести 1%-й соляной кислотой объем до 1 л.

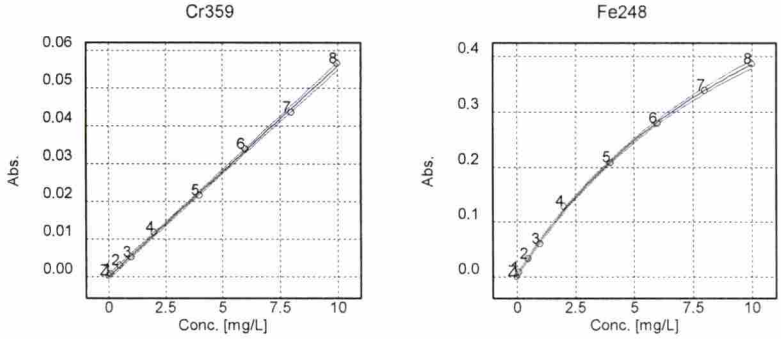
После приготовления головных растворов последующим разбавлением получаем калибровочные растворы с содержащие одновременно Fe и Cr концентрацией: 0.1, 0.5, 1.0, 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0 мг/л.

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: Cr,Fe
Results file:



Calibration data: Cr359

Date: 27.05.2014 12:35

R^2(adj.): 0.998881139 Slope:0.00555 Abs./mg/L Char.conc.:0.78543 mg/L/1%A
Method SD: 0.11504 mg/L
y=a+bx a=0.0000997 b=0.0055511

Table Cr359

Type	*Conc. [mg/L]*	*Abs.*	*SD*	*RSD/%*	*Abs. Recal.*	*Rem.*
Cal-Zero1	0	0.00028	0.00000	0.2		
Cal-Std1	0.1	0.00081	0.00005	6.6		
Cal-Std2	0.5	0.00302	0.00000	0.1		
Cal-Std3	1	0.00521	0.00006	1.1		
Cal-Std4	2	0.01169	0.00003	0.3		
Cal-Std5	4	0.02160	0.00067	3.1		
Cal-Std6	6	0.03381	0.00058	1.7		
Cal-Std7	8	0.04348	0.00036	0.8		
Cal-Std8	10	0.05641	0.00103	1.8		

Calibration data: Fe248

Date: 27.05.2014 12:35

R^2(adj.): 0.999039168 Slope:0.06873 Abs./mg/L Char.conc.:0.06344 mg/L/1%A
Method SD: 0.09923 mg/L
y=(a+bx)/((1+cx) a=0.0012157 b=0.0688243 c=0.0787398

Table Fe248

Type	*Conc. [mg/L]*	*Abs.*	*SD*	*RSD/%*	*Abs. Recal.*	*Rem.*
Cal-Zero1	0	0.00033	0.00044	133.2		
Cal-Std1	0.1	0.00867	0.00003	0.3		
Cal-Std2	0.5	0.03337	0.00023	0.7		
Cal-Std3	1	0.06038	0.00022	0.4		
Cal-Std4	2	0.12865	0.00577	4.5		
Cal-Std5	4	0.20866	0.00005	0.0		
Cal-Std6	6	0.27929	0.00369	1.3		
Cal-Std7	8	0.33848	0.00190	0.6		

Cal-Std8	10	0.38642	0.00141	0.4

Finished: 27.05.2014 12:35

Operator: Magovedov K.E.

Method Parameters Technique: Flame

Name: Cr,Fe *Version:* 2
Created: 03.12.2012 17:41 *By operator:* Magomedov K.
Comment:

Lines

Line	*Type*	*Elem.*	*Wavel.[nm]*	*Read time[s]*	*Spectra*	*Group*	*Order*
Cr359	Abs	Cr	359.3488	3	41	1	3
Fe248	Abs	Fe	248.3270	3	41	1	4

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]*
Cr359	100	8
Fe248	60	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.*
Cr359	Mean	with reference	200	5	dynam.	off
Fe248	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*
Cr359	linear	calculate	none	none	*mg/L*
Fe248	nonlinear	calculate	none	none	*mg/L*

Calibration Table

No.	*Type*	*Pos*	*%(Stock No.)*	*Rec*	*Cr[mg/L]*	*Fe[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)	-	0.5	0.5
4	Cal-Std	0	0(1)	*REC*	1	1
5	Cal-Std	0	0(1)	-	2	2
6	Cal-Std	0	0(1)	-	4	4
7	Cal-Std	0	0(1)	-	6	6
8	Cal-Std	0	0(1)	-	8	8
9	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:*	2	*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 12:35