УТВЕРЖДАЮ

Ректор ФГБОУ ВПО «Дагестанский государственный университет»

_____ М.Х. Рабаданов

«10» 04 _____ 2014 г.

МЕТОДИКА АТОМНО-АБСОРБЦИОННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ БОЛЬШИХ КОНЦЕНТРАЦИЙ 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.

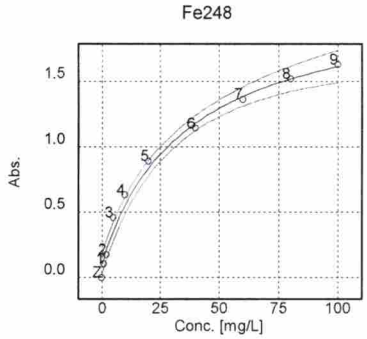
После приготовления головных растворов последующим разбавлением получаем калибровочные растворы с содержащие Fe концентрацией: 1.0, 2.0, 5.0, 10.0, 20.0, 40.0, 60.0, 80.0, 100.0 мг/л.

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: Fe 1-100 mg per Lite
Results file:



Calibration data: Fe248

Date: 27.05.2014 12:59

R^2(adj.): 0.982877171 Slope:0.05720 Abs./mg/L Char.conc.:0.07623 mg/L/1%A
Method SD: 4.56087 mg/L
y=(a+bx)/((1+cx) a=0.1008744 b=0.0600096 c=0.0278688

Table Fe248

Type	*Conc. [mg/L]*	*Abs.*	*SD*	*RSD/%*	*Abs. Recal.*	*Rem.*
Cal-Zero1	0	-0.00032	0.00027	83.6		
Cal-Std1	1	0.10281	0.00103	1.0		
Cal-Std2	2	0.17158	0.00233	1.4		
Cal-Std3	5	0.45701	0.00416	0.9		
Cal-Std4	10	0.63057	0.00130	0.2		
Cal-Std5	20	0.88825	0.00305	0.3		
Cal-Std6	40	1.1411	0.00852	0.7		
Cal-Std7	60	1.3613	0.01117	0.8		
Cal-Std8	80	1.5161	0.00492	0.3		
Cal-Std9	100	1.6235	0.00122	0.1		

Finished: 27.05.2014 12:59

Operator: Magovedov K.E.

Method Parameters Technique: Flame

Name: Fe 1-100 mg per Lite *Version:* 1
Created: 27.05.2014 12:58 *By operator:* Magovedov K.E.
Comment:

Lines

Line	*Type*	*Elem.*	*Wavel.[nm]*	*Read time[s]*	*Spectra*	*Group*	*Order*
Fe248	Abs	Fe	248.3270	3	41	1	5

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]*
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.*
Fe248	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*
Fe248	nonlinear	calculate	none	none	*mg/L*

Calibration Table

No.	*Type*	*Pos*	*%(Stock No.)*	*Rec*	*Fe[mg/L]*
1	Cal-Zero	0	0(0)	*REC*	0
2	Cal-Std	0	0(1)	-	1
3	Cal-Std	0	0(1)	-	2
4	Cal-Std	0	0(1)	-	5
5	Cal-Std	0	0(1)	*REC*	10
6	Cal-Std	0	0(1)	-	20
7	Cal-Std	0	0(1)	-	40
8	Cal-Std	0	0(1)	-	60
9	Cal-Std	0	0(1)	-	80
10	Cal-Std	0	0(1)	-	100

Statistics Parameters

Statistics:: Mean stat. *CI calc..:* absolute *Confidence level:* 95.4%
Repl./sample: 2 *Repl./calib.sample:* 2 *Repl./QC sample:* 2
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 12:58