УТВЕРЖДАЮ

Ректор ФГБОУ ВПО «Дагестанский государственный университет»

_____ М.Х. Рабаданов

«___» _____ 2014 г.

МЕТОДИКА АТОМНО-АБСОРБЦИОННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАГНИЯ, НАТРИЯ, КАЛИЯ, ЛИТИЯ, РУБИДИЯ И ЦЕЗИЯ 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 головных растворов щелочных металлов можно использовать их соответствующие хлориды предварительно рассчитав необходимые массы для приготовления 1 мг/мл растворов металлов

Для приготовления головного раствора магния можно использовать чистый металл или его оксид растворенный в 50 мл 5 М соляной кислоты после чего доводится до 1 л объем при помощи 1%-й соляной кислоты.

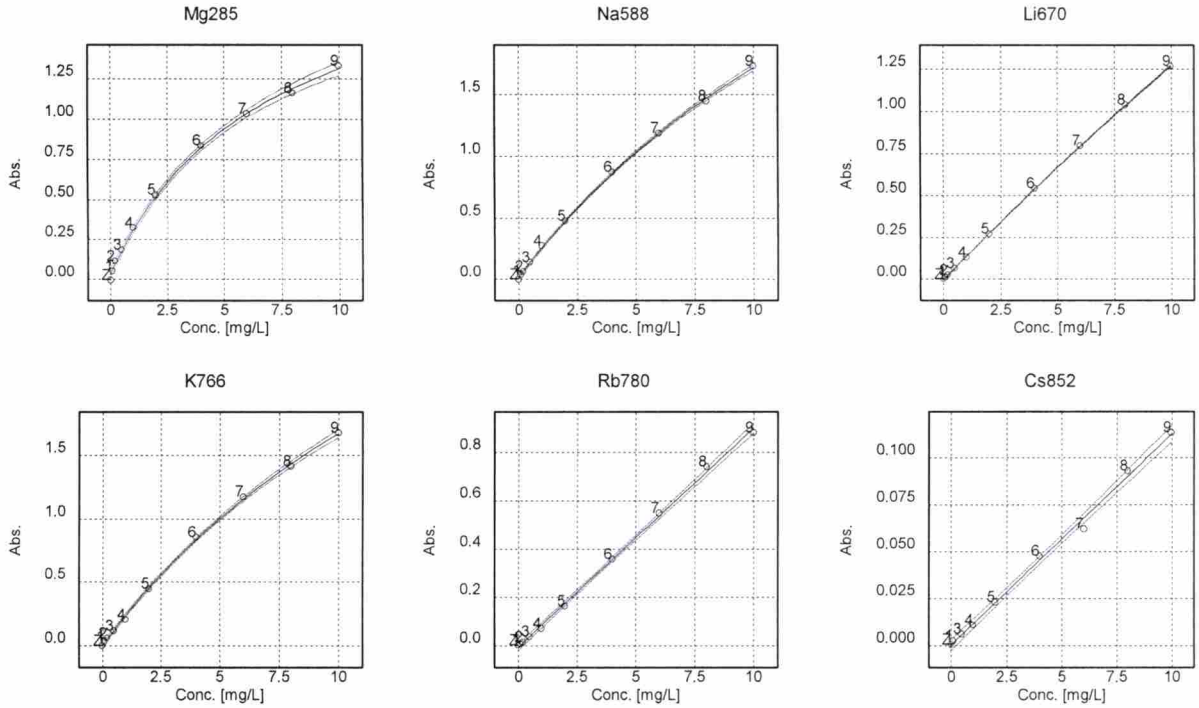
После приготовления головных растворов последующим разбавлением получаем калибровочные растворы с содержащие одновременно щелоченые металлы и магний концентрацией: 0.1, 0.2, 0.5, 1.0, 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0 мг/л.

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: LiNaKRbCsMg Flame
Results file:



Calibration data: Mg285

Date: 27.05.2014 12:28

R²(adj.): 0.997050482 Slope:0.30540 Abs./mg/L Char.conc.:0.01428 mg/L/1%A
Method SD: 0.17042 mg/L
y=(a+bx)/((1+cx) a=0.0368431 b=0.3105435 c=0.1394972

Table Mg285

Type	*Conc. [mg/L]*	*Abs.*	*SD*	*RSD/%*	*Abs. Recal.*	*Rem.*
Cal-Zero1	0	-0.00548	0.00015	2.7		
Cal-Std1	0.1	0.05236	0.00099	1.9		
Cal-Std2	0.2	0.11619	0.00252	2.2		
Cal-Std3	0.5	0.18597	0.00447	2.4		
Cal-Std4	1	0.32493	0.00040	0.1		
Cal-Std5	2	0.52678	0.00988	1.9		
Cal-Std6	4	0.83421	0.00793	1.0		
Cal-Std7	6	1.0309	0.00868	0.8		
Cal-Std8	8	1.1615	0.00624	0.5		
Cal-Std9	10	1.3288	0.00347	0.3		

Calibration data: Na588

Date: 27.05.2014 12:28

R²(adj.): 0.999402360 Slope:0.25310 Abs./mg/L Char.conc.:0.01723 mg/L/1%A
Method SD: 0.07660 mg/L
y=(a+bx)/((1+cx) a=0.0137039 b=0.2537616 c=0.0486368

Table Na588

Type	*Conc. [mg/L]*	*Abs.*	*SD*	*RSD/%*	*Abs. Recal.*	*Rem.*
Cal-Zero1	0	-0.00245	0.00008	3.1		
Cal-Std1	0.1	0.03564	0.00051	1.4		
Cal-Std2	0.2	0.06271	0.00392	6.3		
Cal-Std3	0.5	0.13805	0.00219	1.6		
Cal-Std4	1	0.27505	0.00518	1.9		
Cal-Std5	2	0.47449	0.00888	1.9		
Cal-Std6	4	0.87273	0.01499	1.7		
Cal-Std7	6	1.1880	0.00476	0.4		
Cal-Std8	8	1.4486	0.00120	0.1		
Cal-Std9	10	1.7291	0.01581	0.9		

Calibration data: Li670

Date: 27.05.2014 12:28

R^2(adj.): 0.999921596 Slope:0.14230 Abs./mg/L Char.conc.:0.03064 mg/L/1%A
Method SD: 0.02911 mg/L
y=(a+bx)/((1+cx) a=-.0033172 b=0.1422602 c=0.0118922

Table Li670

Type	*Conc. [mg/L]*	*Abs.*	*SD*	*RSD/%*	*Abs. Recal.*	*Rem.*
Cal-Zero1	0	0.00036	0.00007	19.6		
Cal-Std1	0.1	0.01350	0.00010	0.8		
Cal-Std2	0.2	0.02674	0.00021	0.8		
Cal-Std3	0.5	0.06660	0.00071	1.1		
Cal-Std4	1	0.13039	0.00320	2.5		
Cal-Std5	2	0.27079	0.00181	0.7		
Cal-Std6	4	0.54152	0.00298	0.5		
Cal-Std7	6	0.79586	0.00755	0.9		
Cal-Std8	8	1.0384	0.00405	0.4		
Cal-Std9	10	1.2662	0.01210	1.0		

Calibration data: K766

Date: 27.05.2014 12:28

R^2(adj.): 0.999003555 Slope:0.25251 Abs./mg/L Char.conc.:0.01727 mg/L/1%A
Method SD: 0.09875 mg/L
y=(a+bx)/((1+cx) a=-.0033615 b=0.2523359 c=0.0508547

Table K766

Type	*Conc. [mg/L]*	*Abs.*	*SD*	*RSD/%*	*Abs. Recal.*	*Rem.*
Cal-Zero1	0	0.00012	0.00004	36.0		
Cal-Std1	0.1	0.03108	0.00019	0.6		
Cal-Std2	0.2	0.05995	0.00050	0.8		
Cal-Std3	0.5	0.11671	0.00140	1.2		
Cal-Std4	1	0.20552	0.00260	1.3		
Cal-Std5	2	0.44519	0.00145	0.3		
Cal-Std6	4	0.85407	0.00381	0.4		
Cal-Std7	6	1.1730	0.00160	0.1		
Cal-Std8	8	1.4119	0.00709	0.5		

Cal-Std9	10	1.6755	0.00243	0.1

Calibration data: Rb780

Date: 27.05.2014 12:28

R^2(adj.): 0.998284351 Slope:0.09062 Abs./mg/L Char.conc.:0.04811 mg/L/1%A
Method SD: 0.14168 mg/L
y=a+bx a=-.0061070 b=0.0906204

Table Rb780

Type	*Conc. [mg/L]*	*Abs.*	*SD*	*RSD/%*	*Abs. Recal.*	*Rem.*
Cal-Zero1	0	0.00074	0.00044	59.8		
Cal-Std1	0.1	0.00819	0.00010	1.3		
Cal-Std2	0.2	0.01496	0.00014	1.0		
Cal-Std3	0.5	0.03674	0.00047	1.3		
Cal-Std4	1	0.07139	0.00020	0.3		
Cal-Std5	2	0.16320	0.00093	0.6		
Cal-Std6	4	0.35728	0.00097	0.3		
Cal-Std7	6	0.54784	0.00870	1.6		
Cal-Std8	8	0.73965	0.00422	0.6		
Cal-Std9	10	0.88068	0.00426	0.5		

Calibration data: Cs852

Date: 27.05.2014 12:28

R^2(adj.): 0.995462387 Slope:0.01121 Abs./mg/L Char.conc.:0.38878 mg/L/1%A
Method SD: 0.23197 mg/L
y=a+bx a=0.0004377 b=0.0112145

Table Cs852

Type	*Conc. [mg/L]*	*Abs.*	*SD*	*RSD/%*	*Abs. Recal.*	*Rem.*
Cal-Zero1	0	0.00064	0.00050	76.9		
Cal-Std1	0.1	0.00245	0.00020	8.1		
Cal-Std3	0.5	0.00611	0.00041	6.7		
Cal-Std4	1	0.01091	0.00067	6.2		
Cal-Std5	2	0.02277	0.00068	3.0		
Cal-Std6	4	0.04760	0.00054	1.1		
Cal-Std7	6	0.06194	0.00109	1.8		
Cal-Std8	8	0.09279	0.00080	0.9		
Cal-Std9	10	0.11311	0.00103	0.9		

Finished: 27.05.2014 12:28

Method Parameters Technique: Flame

Name: LiNaKRbCsMg Flame *Version:* 1
Created: 27.05.2014 12:27 *By operator:* Magovedov K.E.
Comment:

Lines

Line	*Type*	*Elem.*	*Wavel.[nm]*	*Read time[s]*	*Spectra*	*Group*	*Order*
Mg285	Abs	Mg	285.2125	3	41	1	1
Na588	Abs	Na	588.9953	3	41	1	2
Li670	Abs	Li	670.7845	3	41	1	3
K766	Abs	K	766.4908	3	41	1	4
Rb780	Abs	Rb	780.0270	3	41	1	5
Cs852	Abs	Cs	852.1130	3	41	1	6

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]*
Mg285	70	6
Na588	90	6
Li670	70	6
K766	80	8
Rb780	65	6
Cs852	80	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.*
Mg285	Mean	with reference	200	3	dynam.	off
Na588	Mean	with reference	200	3	dynam.	off
Li670	Mean	with reference	200	3	dynam.	off
K766	Mean	with reference	200	3	dynam.	off
Rb780	Mean	with reference	200	3	dynam.	off
Cs852	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*
Mg285	nonlinear	calculate	none	none	*mg/L*
Na588	nonlinear	calculate	none	none	*mg/L*
Li670	nonlinear	calculate	none	none	*mg/L*
K766	nonlinear	calculate	none	none	*mg/L*
Rb780	linear	calculate	none	none	*mg/L*
Cs852	linear	calculate	none	none	*mg/L*

Calibration Table

No.	Type	Pos	%(Stock No.)	Rec	Mg[mg/L]	Na[mg/L]	Li[mg/L]	K [mg/L]	Rb[mg/L]	Cs[mg/L]
1	Cal-Zero	0	0(0)	REC	0	0	0	0	0	0
2	Cal-Std	0	0(1)	-	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
3	Cal-Std	0	0(1)	-	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0
4	Cal-Std	0	0(1)	-	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
5	Cal-Std	0	0(1)	REC	1	1	1	1	1	1
6	Cal-Std	0	0(1)	-	2	2	2	2	2	2
7	Cal-Std	0	0(1)	-	4	4	4	4	4	4
8	Cal-Std	0	0(1)	-	6	6	6	6	6	6
9	Cal-Std	0	0(1)	-	8	8	8	8	8	8
10	Cal-Std	0	0(1)	-	10	10	10	10	10	10

Statistics Parameters

Statistics::	Mean stat.	*CI calc..:*	absolute	*Confidence level:*	95.4%
Repl./sample:	3	*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 12:27