УТВЕРЖДАЮ

Ректор ФГБОУ ВПО «Дагестанский государственный университет»

_____ М.Х. Рабаданов

«12» 04 _____ 2014 г.

МЕТОДИКА АТОМНО-АБСОРБЦИОННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕЛЕНА В ПРИРОДНЫХ ОБЪЕКТАХ В ПЛАМЕННОМ РЕЖИМЕ НА ВЫСОКОТОЧНОМ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОМ СПЕКТРОМЕТРЕ С ИСТОЧНИКОМ ИЗЛУЧЕНИЯ НЕПРЕРЫВНОГО СПЕКТРА CONTRAA®700

Махачкала 2014 г.

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 Se головного раствора необходимо взять навеску массой 1.0000 г. Прилить 15 мл конц. HCl + 5 мл конц. HNO_3 (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 концентрацией: 0.2, 0.4, 0.6, 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.

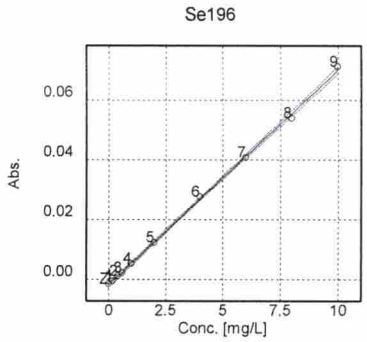
Определение в образцах можно проводить на прямую вводя предварительно подготовленные пробы (гомогенные жидкие образцы). При значениях выше абсорбции калибровочного стандарта образцы разбавляются для более точных измерений.

Operator: Magovedov K.E.

Calibration

Method: Se C2H2-Air

Results file:



Calibration data: Se196

Date: 27.05.2014 12:39

R^2(adj.): 0.999067189 Slope:0.00717 Abs./mg/L Char.conc.:0.60812 mg/L/1%A
Method SD: 0.10343 mg/L
y=a+bx a=-.0018365 b=0.0071696

Table Se196

Type	*Conc. [mg/L]*	*Abs.*	*SD*	*RSD/%*	*Abs. Recal.*	*Rem.*
Cal-Zero1	0	-0.00154	0.00020	12.8		
Cal-Std1	0.2	-0.00048	0.00018	37.4		
Cal-Std2	0.4	0.00119	0.00021	17.4		
Cal-Std3	0.6	0.00219	0.00036	16.2		
Cal-Std4	1	0.00537	0.00067	12.6		
Cal-Std5	2	0.01236	0.00080	6.5		
Cal-Std6	4	0.02751	0.00171	6.2		
Cal-Std7	6	0.04082	0.00035	0.9		
Cal-Std8	8	0.05403	0.00157	2.9		
Cal-Std9	10	0.07104	0.00101	1.4		

Finished: 27.05.2014 12:39

Method Parameters Technique: Flame

Name: Se C2H2-Air *Version:* 1
Created: 27.05.2014 12:38 *By operator:* Magovedov K.E.
Comment:

Lines

Line	*Type*	*Elem.*	*Wavel.[nm]*	*Read time[s]*	*Spectra*	*Group*	*Order*
Se196	Abs	Se	196.0267	3	41	1	1

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]*
Se196	70	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.*
Se196	Mean	with reference	200	3	dynam.	on

Calibration

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

Calibration Curve Parameters

Line	*Calib. func.*	*Intercept*	*Weighting*	*Check*	*Unit*
Se196	linear	calculate	none	none	*mg/L*

Calibration Table

No.	*Type*	*Pos*	*%(Stock No.)*	*Rec*	*Se[mg/L]*
1	Cal-Zero	0	0(0)	*REC*	0
2	Cal-Std	0	0(1)	-	0.2
3	Cal-Std	0	0(1)	-	0.4
4	Cal-Std	0	0(1)	-	0.6
5	Cal-Std	0	0(1)	*REC*	1
6	Cal-Std	0	0(1)	-	2
7	Cal-Std	0	0(1)	-	4
8	Cal-Std	0	0(1)	-	6
9	Cal-Std	0	0(1)	-	8
10	Cal-Std	0	0(1)	-	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 12:38