УТВЕРЖДАЮ

Ректор ФГБОУ ВПО «Дагестанский государственный университет»

_____ М.Х. Рабаданов

«___» _____ 2014 г.

МЕТОДИКА АТОМНО-АБСОРБЦИОННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА, КАДМИЯ, НИКЕЛЯ, КОБАЛЬТА, МАРГАНЦА, СВИНЦА И МЕДИ 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 металлов можно использовать их соответствующие хлориды предварительно рассчитав необходимые массы для приготовления 1 мг/мл растворов металлов

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

После приготовления головных растворов последующим разбавлением получаем калибровочные растворы с концентрацией: 0.1, 0.25, 0.5, 1.0, 2.5, 5.0, 7.5, 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.

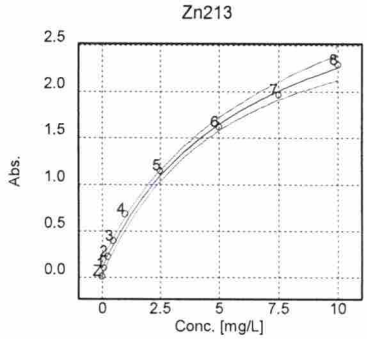
Определение в образцах можно проводить на прямую вводя предварительно подготовленные пробы (гомогенные жидкие образцы). При значениях выше абсорбции калибровочного стандарта образцы разбавляются для более точных измерений.

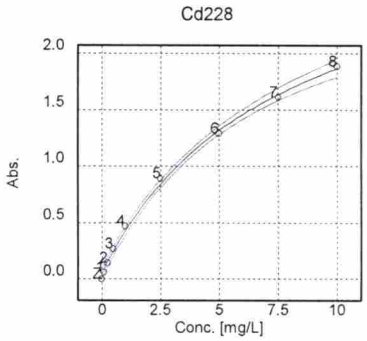
Operator: Magovedov K.E.

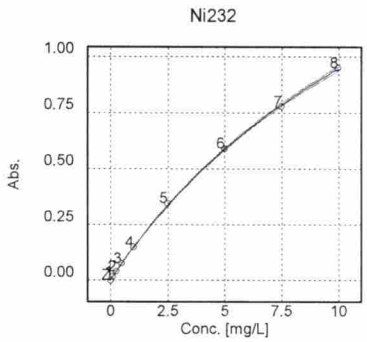
Calibration

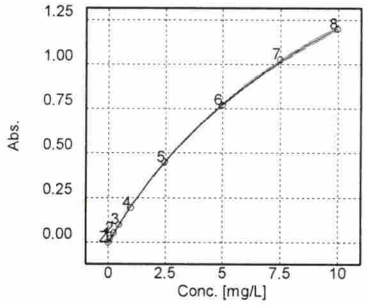
Method: ZnCdNiCoMnPbCuVERSII

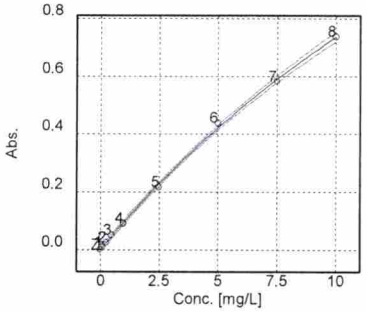
Results file:

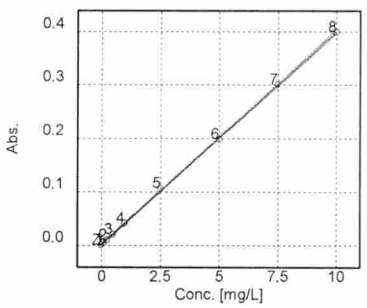


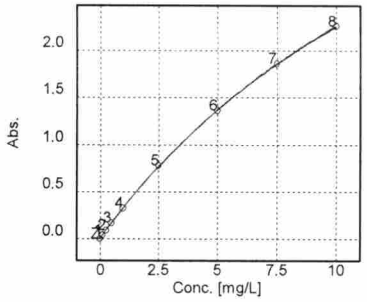












Calibration data: Zn213

Date: 27.05.2014 12:20

R^2(adj.): 0.991414259 Slope:0.54830 Abs./mg/L Char.conc.:0.00795 mg/L/1%A

Method SD: 0.27996 mg/L

y=(a+bx)/((1+cx) a=0.1002979 b=0.5637382 c=0.1539166

Table Zn213

Type	*Conc. [mg/L]*	*Abs.*	*SD*	*RSD/%*	*Abs. Recal.*	*Rem.*
Cal-Zero1	0	0.00925	0.00005	0.5		
Cal-Std1	0.1	0.10121	0.00063	0.6		
Cal-Std2	0.25	0.22330	0.00337	1.5		
Cal-Std3	0.5	0.39289	0.00245	0.6		
Cal-Std4	1	0.68218	0.00283	0.4		
Cal-Std5	2.5	1.1459	0.01343	1.2		
Cal-Std6	5	1.6169	0.00326	0.2		

Cal-Std7	7.5	1.9622	0.01082	0.6
Cal-Std8	10	2.2879	0.00692	0.3

Calibration data: Cd228

Date: 27.05.2014 12:20

R^2(adj.): 0.996101349 Slope:0.42183 Abs./mg/L Char.conc.:0.01034 mg/L/1%A
Method SD: 0.18681 mg/L
y=(a+bx)/((1+cx) a=0.0468128 b=0.4280086 c=0.1319489

Table Cd228

Type	*Conc. [mg/L]*	*Abs.*	*SD*	*RSD/%*	*Abs. Recal.*	*Rem.*
Cal-Zero1	0	0.00006	0.00057	914.1		
Cal-Std1	0.1	0.06001	0.00088	1.5		
Cal-Std2	0.25	0.14166	0.00028	0.2		
Cal-Std3	0.5	0.26708	0.00231	0.9		
Cal-Std4	1	0.46757	0.00380	0.8		
Cal-Std5	2.5	0.88712	0.00273	0.3		
Cal-Std6	5	1.2895	0.00336	0.3		
Cal-Std7	7.5	1.6108	0.00504	0.3		
Cal-Std8	10	1.8829	0.00756	0.4		

Calibration data: Ni232

Date: 27.05.2014 12:20

R^2(adj.): 0.999731256 Slope:0.15472 Abs./mg/L Char.conc.:0.02818 mg/L/1%A
Method SD: 0.04948 mg/L
y=(a+bx)/((1+cx) a=0.0016646 b=0.1548282 c=0.0639236

Table Ni232

Type	*Conc. [mg/L]*	*Abs.*	*SD*	*RSD/%*	*Abs. Recal.*	*Rem.*
Cal-Zero1	0	0.00012	0.00010	90.3		
Cal-Std1	0.1	0.01585	0.00022	1.4		
Cal-Std2	0.25	0.03911	0.00030	0.8		
Cal-Std3	0.5	0.07478	0.00025	0.3		
Cal-Std4	1	0.14719	0.00040	0.3		
Cal-Std5	2.5	0.34422	0.00084	0.2		
Cal-Std6	5	0.58834	0.00549	0.9		
Cal-Std7	7.5	0.77768	0.00603	0.8		
Cal-Std8	10	0.94947	0.00171	0.2		

Calibration data: Co240

Date: 27.05.2014 12:20

R^2(adj.): 0.999773170 Slope:0.21813 Abs./mg/L Char.conc.:0.01999 mg/L/1%A
Method SD: 0.04503 mg/L
y=(a+bx)/((1+cx) a=-.0038384 b=0.2178219 c=0.0809250

Table Co240

Type	*Conc. [mg/L]*	*Abs.*	*SD*	*RSD/%*	*Abs. Recal.*	*Rem.*
Cal-Zero1	0	-0.00021	0.00035	165.1		
Cal-Std1	0.1	0.02074	0.00018	0.9		

Cal-Std2	0.25	0.05121	0.00006	0.1
Cal-Std3	0.5	0.09850	0.00036	0.4
Cal-Std4	1	0.19324	0.00073	0.4
Cal-Std5	2.5	0.44567	0.00236	0.5
Cal-Std6	5	0.76966	0.00469	0.6
Cal-Std7	7.5	1.0258	0.00298	0.3
Cal-Std8	10	1.1962	0.00277	0.2

Calibration data: Mn279

Date: 27.05.2014 12:20

R^2(adj.): 0.998731755 Slope:0.09895 Abs./mg/L Char.conc.:0.04406 mg/L/1%A
Method SD: 0.11099 mg/L
y=(a+bx)/((1+cx) a=-.0009637 b=0.0989213 c=0.0341734

Table Mn279

Type	*Conc. [mg/L]*	*Abs.*	*SD*	*RSD/%*	*Abs. Recal.*	*Rem.*
Cal-Zero1	0	0.00031	0.00023	74.2		
Cal-Std1	0.1	0.00984	0.00013	1.3		
Cal-Std2	0.25	0.02476	0.00073	3.0		
Cal-Std3	0.5	0.05023	0.00114	2.3		
Cal-Std4	1	0.09079	0.00044	0.5		
Cal-Std5	2.5	0.21529	0.00140	0.6		
Cal-Std6	5	0.43811	0.00609	1.4		
Cal-Std7	7.5	0.58229	0.01129	1.9		
Cal-Std8	10	0.73714	0.00859	1.2		

Calibration data: Pb283

Date: 27.05.2014 12:20

R^2(adj.): 0.999690942 Slope:0.03983 Abs./mg/L Char.conc.:0.10946 mg/L/1%A
Method SD: 0.06001 mg/L
y=a+bx a=0.0014931 b=0.0398331

Table Pb283

Type	*Conc. [mg/L]*	*Abs.*	*SD*	*RSD/%*	*Abs. Recal.*	*Rem.*
Cal-Zero1	0	0.00075	0.00023	30.8		
Cal-Std1	0.1	0.00437	0.00029	6.7		
Cal-Std2	0.25	0.01048	0.00026	2.5		
Cal-Std3	0.5	0.02102	0.00049	2.3		
Cal-Std4	1	0.04168	0.00005	0.1		
Cal-Std5	2.5	0.10641	0.00036	0.3		
Cal-Std6	5	0.19791	0.00211	1.1		
Cal-Std7	7.5	0.30106	0.00095	0.3		
Cal-Std8	10	0.39927	0.00208	0.5		

Calibration data: Cu324

Date: 27.05.2014 12:20

R^2(adj.): 0.999937115 Slope:0.34740 Abs./mg/L Char.conc.:0.01255 mg/L/1%A
Method SD: 0.02412 mg/L
y=(a+bx)/((1+cx) a=0.0014464 b=0.3474747 c=0.0539524

Table Cu324

Type	*Conc. [mg/L]*	*Abs.*	*SD*	*RSD/%*	*Abs. Recal.*	*Rem.*
Cal-Zero1	0	0.00091	0.00021	22.8		
Cal-Std1	0.1	0.03645	0.00011	0.3		
Cal-Std2	0.25	0.08752	0.00039	0.4		
Cal-Std3	0.5	0.17031	0.00082	0.5		
Cal-Std4	1	0.32585	0.00118	0.4		
Cal-Std5	2.5	0.77753	0.00259	0.3		
Cal-Std6	5	1.3607	0.00574	0.4		
Cal-Std7	7.5	1.8598	0.00528	0.3		
Cal-Std8	10	2.2575	0.00800	0.4		

Finished: 27.05.2014 12:20

Operator: Magovedov K.E.

Method Parameters Technique: Flame

Name: ZnCdNiCoMnPbCuVERSI *Version:* 9

Created: 21.05.2014 13:15 *By operator:* Magovedov K.E.

Comment:

with 0.2% Cs & La

Lines

Line	*Type*	*Elem.*	*Wavel.[nm]*	*Read time[s]*	*Spectra*	*Group*	*Order*
Zn213	Abs	Zn	213.8570	5	68	1	1
Cd228	Abs	Cd	228.8018	5	68	1	2
Ni232	Abs	Ni	232.0030	5	68	1	3
Co240	Abs	Co	240.7254	5	68	1	4
Mn279	Abs	Mn	279.4817	5	68	1	6
Pb283	Abs	Pb	283.3060	5	68	1	7
Cu324	Abs	Cu	324.7540	5	68	1	8

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]*
Zn213	50	6
Cd228	50	6
Ni232	55	6
Co240	50	6
Mn279	80	6
Pb283	65	6
Cu324	50	6

Sample Transport

Delay time: 7 s *Autosampler:* No

Injection switch: No

Wash: Between samples *Wash time:* 7 s

Evaluation

Line	*Int. mode*	*BGC mode*	*Spectr.range*	*Eval.Pixels*	*BGC fit*	*Perm.Struct.*
Zn213	Mean	with reference	200	7	dynam.	off
Cd228	Mean	with reference	200	7	dynam.	off
Ni232	Mean	with reference	200	7	dynam.	off
Co240	Mean	with reference	200	7	dynam.	off
Mn279	Mean	with reference	200	7	dynam.	off
Pb283	Mean	with reference	200	7	dynam.	off
Cu324	Mean	with reference	200	7	dynam.	off

Calibration

Mode: Standard calibration *Std. prep.:* manually

Amount: 20 mL

Calibration Curve Parameters

Line	*Calib. func.*	*Intercept*	*Weighting*	*Check*	*Unit*
Zn213	automatically	calculate	none	none	*mg/L*
Cd228	automatically	calculate	none	none	*mg/L*
Ni232	automatically	calculate	none	none	*mg/L*

Co240	automatically	calculate	none	none	*mg/L*
Mn279	automatically	calculate	none	none	*mg/L*
Pb283	automatically	calculate	none	none	*mg/L*
Cu324	automatically	calculate	none	none	*mg/L*

Calibration Table

No.	*Type*	*Pos*	*%(Stock No.)*	*Rec*	*Zn[mg/L]*	*Cd[mg/L]*	*Ni[mg/L]*	*Co[mg/L]*	*Mn[mg/L]*	*Pb[mg/L]*	*Cu[mg/L]*
1	Cal-Zero	0	0(0)	*REC*	0	0	0	0	0	0	0
2	Cal-Std	0	0(1)	-	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
3	Cal-Std	0	0(1)	-	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25
4	Cal-Std	0	0(1)	-	0.5	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	1
6	Cal-Std	0	0(1)	-	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5
7	Cal-Std	0	0(1)	-	5	5	5	5	5	5	5
8	Cal-Std	0	0(1)	-	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5
9	Cal-Std	0	0(1)	-	10	10	10	10	10	10	10

Statistics Parameters

Statistics::	Mean stat.	*CI calc..:*	absolute	*Confidence level:*	95.4%
Repl./sample:	2	*Repl./calib.sample:*	2	*Repl./QC sample:*	1
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 12:21