УТВЕРЖДАЮ

Ректор ФГБОУ ВПО «Дагестанский государственный университет»

_____ М.Х. Рабаданов

«04» 04 2014 г.

МЕТОДИКА АТОМНО-АБСОРБЦИОННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА В ПРИРОДНЫХ ОБЪЕКТАХ, А ТАКЖЕ В КОНЦЕНТРАТАХ ПОСЛЕ ДЕСОРБЦИИ С РАЗЛИЧНЫХ СОРБЕНТОВ В ЭЛЕКТРОТЕРМИЧЕСКОМ 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.

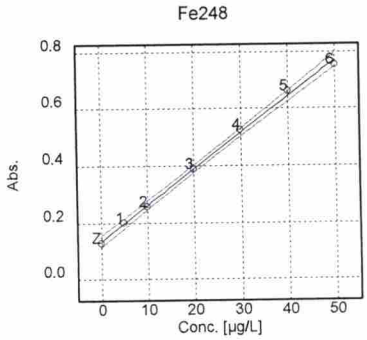
После приготовления головного раствора последующим разбавлением получаем калибровочные растворы с концентрацией: 50.0 мкг/л. Которые в последующем будут разбавляться автосэмплером: 0, 5, 10, 20, 30, 40, 50 мкг/л. Растворы образцов и стандартов необходимо разбавлять 1%-й азотной кислотой.

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 50 mkg/L

Results file:



Calibration data: Fe248

Date: 27.05.2014 12:56

R^2(adj.): 0.996333342 Slope:0.01275 Abs./µg/L Char.conc.:0.34185 µg/L/1%A

Method SD: 1.01276 µg/L

y=a+bx a=0.1333103 b=0.0127542

Table Fe248

Type	*Conc. [µg/L]*	*Abs.*	*SD*	*RSD/%*	*Abs. Recal.*	*Rem.*
Cal-Zero1	0	0.12751	0.00679	5.3		
Cal-Std1	5	0.19932	0.00347	1.7		
Cal-Std2	10	0.25663	0.00499	1.9		
Cal-Std3	20	0.38777	0.01267	3.3		
Cal-Std4	30	0.52602	0.02324	4.4		
Cal-Std5	40	0.66100	0.00679	1.0		
Cal-Std6	50	0.75182	0.00070	0.1		

Finished: 27.05.2014 12:56

Method Parameters Technique: Graphite furnace

Name: Fe 50 mkg/L *Version:* 4

Created: 06.02.2014 14:44 *By operator:* Magovedov K.E.

Comment:

Kurban Magomedov
Calibration 0-50 mkg/L

Lines

Line	*Type*	*Elem.*	*Wavel.[nm]*	*Read time[s]*	*Spectra*	*Group*	*Order*
Fe248	Abs	Fe	248.3270	5	68	1	2

Graphite Furnace Parameters (Platform)

Fe248

Furnace program

Step	*Name*	*Temp.[°C]*	*Ramp[°C/s]*	*Hold[s]*	*Time[s]*	*Wash*	*Add.gas*	*Inj.*	*E/P*
1	Drying	80	6	22	30.0	Stop	Max		
2	Drying	90	3	27	30.3	Stop	Max		
3	Drying	110	5	16	20.0	Stop	Max		
4	Pyrolysis	350	50	20	24.8	Max	Stop		
5	Pyrolysis	1100	300	10	12.5	Max	Stop		
6	Gas adaption	1100	0	5	5.0	Stop	Stop		
7	Atomize	2000	1500	4	4.6	Stop	Stop		
8	Clean	2450	500	4	4.9	Max	Stop		

Modifier

#	*Name*	*Vol.[µL]*	*Pos*	*to Sample*
1	Mg(NO3)2	5	78	

Enrichment: off

QC stock in tube: off

Sample Transport

Delay time: 0 s *Autosampler:* Yes

Dilution if conc. exceeded: in graphite tube

Wash: Between runs *Wash cycles:* 2

Evaluation

Line	*Int. mode*	*BGC mode*	*Spectr.range*	*Eval.Pixels*	*BGC fit*	*Perm.Struct.*
Fe248	Area	with reference	200	3	dynam.	off

Calibration

Mode: Standard calibration *Std. prep.:* by dilution

Stock standards

No.	*Name*	*Pos*	Unit
1	Fe 50	1	µg/L
	Elements and concentrations: Fe 50		
2	HNO3	79	µg/L
	Elements and concentrations: Fe 0		

Calibration Curve Parameters

Line	*Calib. func.*	*Intercept*	*Weighting*	*Check*	*Unit*	*Vol.*
Fe248	linear	calculate	none	none	*µg/L*	*20*

Calibration Table

No.	*Type*	*Pos*	*%(Stock No.)*	*Rec*	*Fe[µg/L]*
1	Cal-Zero	79	0(0)	*REC*	0
2	Cal-Std	1	2(1)	-	5
3	Cal-Std	1	4(1)	-	10
4	Cal-Std	1	8(1)	-	20
5	Cal-Std	1	12(1)	-	30
6	Cal-Std	1	16(1)	-	40
7	Cal-Std	1	20(1)	*REC*	50

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 12:56