УТВЕРЖДАЮ

Ректор ФГБОУ ВПО «Дагестанский государственный университет»

_____ М.Х. Рабаданов

«___» 04 _____ 2014 г.

МЕТОДИКА АТОМНО-АБСОРБЦИОННОГО МАРГАНЦА 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.

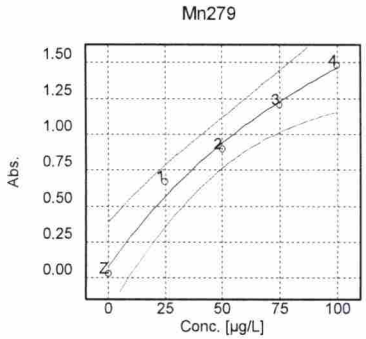
Для подготовки градуировочных растворов можно использовать коммерческие стандартные образцы растворов металлов (обычно с концентрацией 100 или 1000 мкг/мл) или готовить головные градуировочные растворы самостоятельно непосредственно в лаборатории с использованием стабильных при хранении чистых металлов 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: Mn 100 mkg/L
Results file:



Calibration data: Mn279

Date: 27.05.2014 12:53

R^2(adj.): 0.949107571 Slope:0.02268 Abs./µg/L Char.conc.:0.19226 µg/L/1%A
Method SD: 6.79371 µg/L
y=(a+bx)/((1+cx) a=0.0786145 b=0.0231797 c=0.0063875

Table Mn279

Type	*Conc. [µg/L]*	*Abs.*	*SD*	*RSD/%*	*Abs. Recal.*	*Rem.*
Cal-Zero1	0	0.02752	0.00273	9.9		
Cal-Std1	25	0.66930	0.19711	29.5		
Cal-Std2	50	0.89424	0.00817	0.9		
Cal-Std3	75	1.2053	0.01828	1.5		
Cal-Std4	100	1.4778	0.01073	0.7		

Finished: 27.05.2014 12:53

Operator: Magovedov K.E.

Method Parameters Technique: Graphite furnace

Name: Mn 100 mkg/L *Version:* 3

Created: 19.03.2014 18:49 *By operator:* Magovedov K.E.

Comment:

Kurban Magomedov
Calibration 0-100 mkg/L

Lines

Line	Type	Elem.	Wavel.[nm]	Read time[s]	Spectra	Group	Order
Mn279	Abs	Mn	279.4817	5	68	1	2

Graphite Furnace Parameters (Platform)

Mn279

Furnace program

Step	Name	Temp.[°C]	Ramp[°C/s]	Hold[s]	Time[s]	Wash	Add.gas	Inj.	E/P
1	Drying	80	6	20	26.3	Max	Stop		
2	Drying	90	3	20	23.3	Max	Stop		
3	Drying	110	5	10	14.0	Max	Stop		
4	Pyrolysis	350	50	20	24.8	Max	Stop		
5	Pyrolysis	1200	300	10	12.8	Max	Stop		
6	Gas adaption	1200	0	5	5.0	Stop	Stop		
7	Atomize	2000	1500	3	3.5	Stop	Stop		
8	Clean	2450	500	4	4.9	Max	Stop		

Modifier

#	Name	Vol.[µL]	Pos	to Sample
1	Pd/Mg(NO3)2	5	89	

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.
Mn279	Area	with reference	200	3	dynam.	off

Calibration

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

Stock standards

No.	Name	Pos	Unit
1	Cu 50	2	µg/L
	Elements and concentrations: Cu 50;Mn 50		
2	HNO3	1	µg/L
	Elements and concentrations: Cu 0;Mn 0		
3	Cu 100	3	µg/L
	Elements and concentrations: Cu 100;Mn 100		

Calibration Curve Parameters

Line	Calib. func.	Intercept	Weighting	Check	Unit	Vol.
Mn279	nonlinear	calculate	none	none	µg/L	20

Calibration Table

No.	Type	Pos	%(Stock No.)	Rec	Mn[µg/L]
1	Cal-Zero	1	0(0)	REC	0
2	Cal-Std	2	10(1)	-	25
3	Cal-Std	2	20(1)	REC	50
4	Cal-Std	3	15(3)	-	75
5	Cal-Std	3	20(3)	-	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 12:53