УТВЕРЖДАЮ

Ректор ФГБОУ ВПО «Дагестанский государственный университет»

_____ М.Х. Рабаданов

«__04__» _____04_____ 2014 г.

МЕТОДИКА АТОМНО-АБСОРБЦИОННОГО НИКЕЛЯ 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.

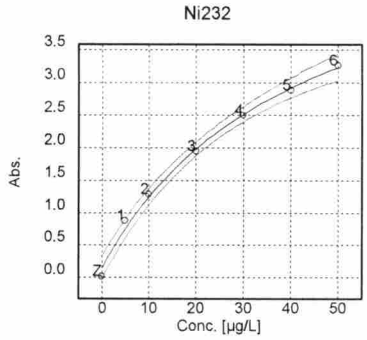
Для подготовки градуировочных растворов можно использовать коммерческие стандартные образцы растворов металлов (обычно с концентрацией 100 или 1000 мкг/мл) или готовить головные градуировочные растворы самостоятельно непосредственно в лаборатории с использованием стабильных при хранении чистых металлов 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: Ni 50 mgk/L
Results file:



Calibration data: Ni232

Date: 27.05.2014 12:51

R^2(adj.): 0.990489535 Slope:0.13623 Abs./µg/L Char.conc.:0.03201 µg/L/1%A
Method SD: 1.69294 µg/L
y=(a+bx)/((1+cx) a=0.1389593 b=0.1395643 c=0.0240233

Table Ni232

Type	*Conc. [µg/L]*	*Abs.*	*SD*	*RSD/%*	*Abs. Recal.*	*Rem.*
Cal-Zero1	0	0.01380	0.00012	0.9		
Cal-Std1	5	0.88041	0.02669	3.0		
Cal-Std2	10	1.2816	0.00615	0.5		
Cal-Std3	20	1.9448	0.06155	3.2		
Cal-Std4	30	2.4999	0.06502	2.6		
Cal-Std5	40	2.8849	0.00889	0.3		
Cal-Std6	50	3.2609	0.10382	3.2		

Finished: 27.05.2014 12:51

Method Parameters Technique: Graphite furnace

Name: Ni 50 mgk/L *Version:* 7
Created: 14.05.2014 12:41 *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*
Ni232	Abs	Ni	232.0030	5	68	1	2

Graphite Furnace Parameters (Platform)

Ni232

Furnace program

Step	*Name*	*Temp.[°C]*	*Ramp[°C/s]*	*Hold[s]*	*Time[s]*	*Wash*	*Add.gas Inj.*	*E/P*
1	Drying	80	6	20	27.8	Stop	Max	
2	Drying	90	3	20	23.3	Stop	Max	
3	Drying	110	5	10	14.0	Stop	Max	
4	Pyrolysis	350	50	20	24.8	Max	Stop	
5	Pyrolysis	1050	300	10	12.3	Max	Stop	
6	Gas adaption	1050	0	5	5.0	Stop	Stop	
7	Atomize	2300	1500	5	5.8	Stop	Stop	
8	Clean	2450	500	4	4.3	Max	Stop	

Modifier

#	*Name*	*Vol.[µL]*	*Pos*	*to Sample*
1	Mg(NO3)2	5	78	on
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.*
Ni232	Area	with reference	200	3	dynam.	off

Correction model: Ni232-2014-01-22PO

Calibration

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

Stock standards

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

Calibration Curve Parameters

Line	*Calib. func.*	*Intercept*	*Weighting*	*Check*	*Unit*	*Vol.*
Ni232	nonlinear	calculate	none	none	*µg/L*	*20*

Calibration Table

No.	*Type*	*Pos*	*%(Stock No.)*	*Rec*	*Ni[µg/L]*
1	Cal-Zero	79	0(0)	*REC*	0
2	Cal-Std	2	2(1)	-	5
3	Cal-Std	2	4(1)	-	10
4	Cal-Std	2	8(1)	-	20
5	Cal-Std	2	12(1)	-	30
6	Cal-Std	2	16(1)	-	40
7	Cal-Std	2	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 12:51