УТВЕРЖДАЮ

Ректор ФГБОУ ВПО «Дагестанский государственный университет»

_____ М.Х. Рабаданов

«__» _____ 2014 г.

МЕТОДИКА АТОМНО-АБСОРБЦИОННОГО СВИНЦА 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 и 100.0 мкг/л. Которые в последующем будут разбавляться автосэмплером: 0, 25, 50, 75, 100 мкг/л. Растворы образцов и стандартов необходимо разбавлять 1%-й азотной кислотой.

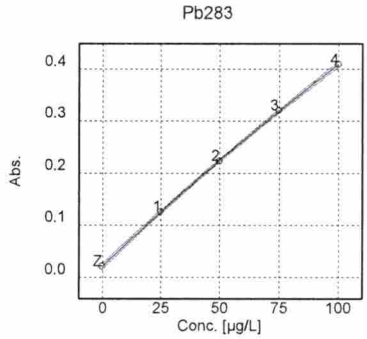
Определение в образцах можно проводить на прямую вводя предварительно подготовленные пробы (гомогенные жидкие образцы). При значениях выше абсорбции калибровочного стандарта образцы разбавляются для более точных измерений.

Operator: Magovedov K.E.

Calibration

Method: Pb (vers IV)

Results file:



Calibration data: Pb283

Date: 27.05.2014 12:55

R^2(adj.): 0.999818580 Slope:0.00427 Abs./µg/L Char.conc.:1.02129 µg/L/1%A

Method SD: 0.37734 µg/L

y=(a+bx)/((1+cx) a=0.0207275 b=0.0042895 c=0.0009858

Table Pb283

Type	*Conc. [µg/L]*	*Abs.*	*SD*	*RSD/%*	*Abs. Recal.*	*Rem.*
Cal-Zero1	0	0.02056	0.00580	28.2		
Cal-Std1	25	0.12568	0.00231	1.8		
Cal-Std2	50	0.22270	0.00065	0.3		
Cal-Std3	75	0.32005	0.00741	2.3		
Cal-Std4	100	0.40897	0.00517	1.3		

Finished: 27.05.2014 12:55

Method Parameters Technique: Graphite furnace

Name: Pb (vers IV) *Version:* 5
Created: 18.03.2014 16:27 *By operator:* Magovedov K.E.
Comment:

Lines

Line	*Type*	*Elem.*	*Wavel.[nm]*	*Read time[s]*	*Spectra*	*Group*	*Order*
Pb283	Abs	Pb	283.3060	5	68	1	1

Graphite Furnace Parameters (Platform)

Pb283

Furnace program

Step	*Name*	*Temp.[°C]*	*Ramp[°C/s]*	*Hold[s]*	*Time[s]*	*Wash*	*Add.gas*	*Inj.*	*E/P*
1	Drying	80	6	23	31.0	Stop	Max		
2	Drying	90	3	27	30.3	Stop	Max		
3	Drying	110	5	15	19.0	Stop	Max		
4	Pyrolysis	350	50	20	24.8	Max	Stop		
5	Pyrolysis	800	300	10	11.5	Max	Stop		
6	Gas adaption	800	0	5	5.0	Stop	Stop		
7	Atomize	1500	1500	4	4.5	Stop	Stop		
8	Clean	2450	500	4	5.9	Max	Stop		

Modifier

#	*Name*	*Vol.[µL]*	*Pos*	*to Sample*
1	NH4H2PO4	5	78	on
Enrichment:		off		
QC stock in tube:		off		

Sample Transport

Delay time: 0 s *Autosampler:* Yes
Dilution if conc. exceeded: reduced volume
Wash: Between runs *Wash cycles:* 2

Evaluation

Line	*Int. mode*	*BGC mode*	*Spectr.range*	*Eval.Pixels*	*BGC fit*	*Perm.Struct.*
Pb283	Area	with reference	200	7	dynam.	off

Calibration

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

Stock standards

No.	*Name*	*Pos*	Unit
1	0 mg/L	1	µg/L
	Elements and concentrations: Pb 0		
2	0,05 mg/L	2	µg/L
	Elements and concentrations: Pb 50		
3	0,1 mg/L	3	µg/L
	Elements and concentrations: Pb 100		

Calibration Curve Parameters

Line	*Calib. func.*	*Intercept*	*Weighting*	*Check*	*Unit*	*Vol.*
Pb283	nonlinear	calculate	none	none	*µg/L*	*20*

Calibration Table

No.	*Type*	*Pos*	*%(Stock No.)*	*Rec*	*Pb[µg/L]*
1	Cal-Zero	1	0(0)	*REC*	0
2	Cal-Std	2	10(2)	-	25
3	Cal-Std	2	20(2)	*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:*	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 12:54