Calibration Techniques

1

هي طريقة لإيجاد تركيز لعينة ما بعدة طرق مختلفة

Calibration Techniques

- 1. External Calibration Curve Method
- 2. Standard Additions Method
- 3. Internal Standard Method

أسماء الثلاث طرق وممكن يسأل نظري بالامتحان

External Calibration Curve Method

طريقة external calibration curve method هي الأشهر لانه ممكن نحل عليها الأعداد الكبيرة وسهلة حسابيا

1. Most convenient when a large number of similar samples are to be analyzed.
2. Most common technique.
3. Facilitates calculation of Figures of Merit.

Easy PDF

External Calibration Curve Procedure

1. Prepare a series of standard solutions (analyte solutions with known concentrations).

2. Plot [analyte] vs. Analytical Signal.

3. Use signal for unknown to find [analyte].

2

Example: Pb in Blood by GFAAS

[Pb] (ppb)	Signal (mAbs)
0.50	3.76
1.50	9.16
2.50	15.03
3.50	20.42
4.50	25.33
5.50	31.87

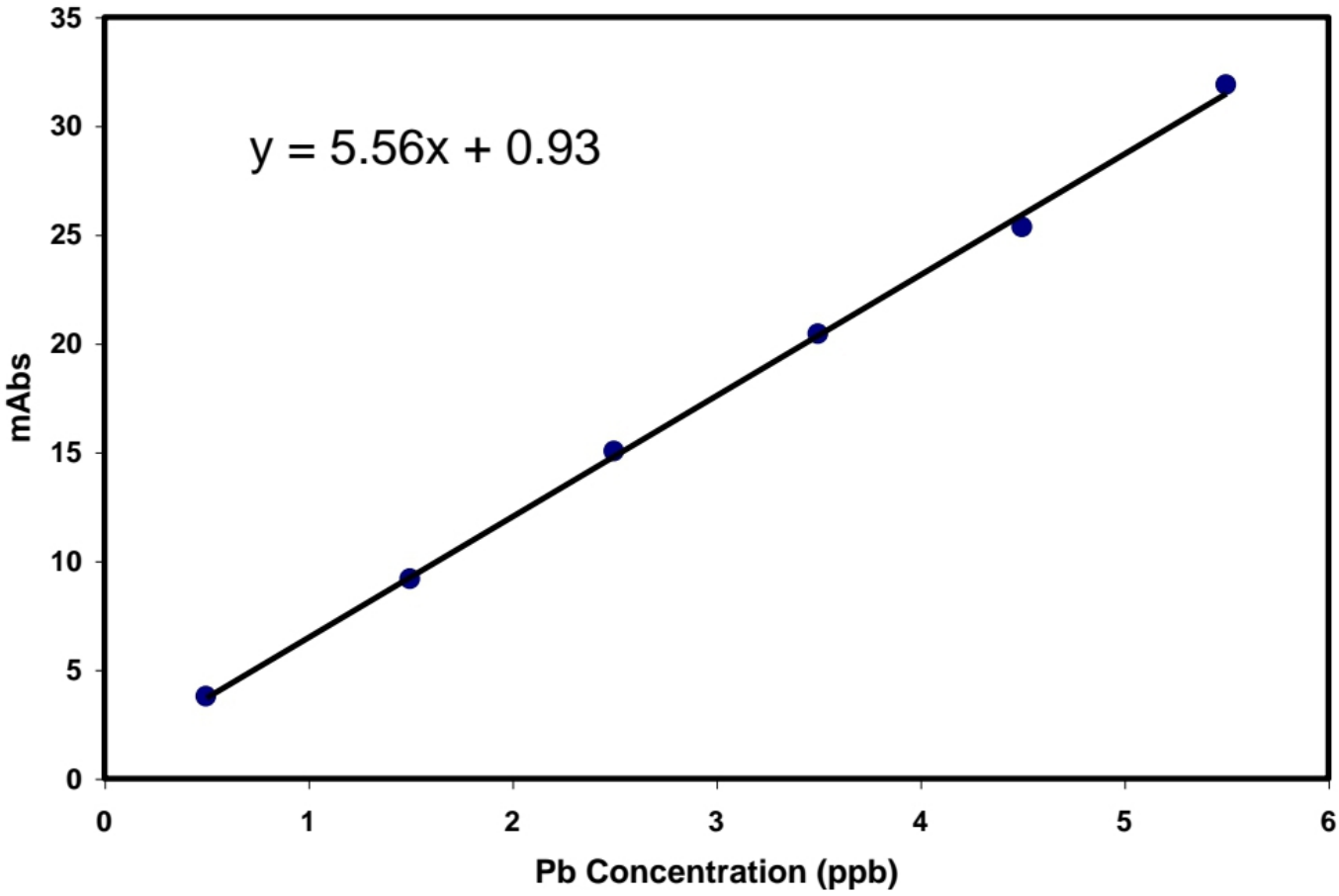
Results of linear regression:

$S = mC \pm b$

$m = 5.56$ mAbs/ppb

$b = 0.93$ mAbs

Easy PDF



33

3

Calculate the LOD for Pb

20 blank measurements gives an average signal

0.92 mAbs

with a standard deviation (Sb) of

σ_{bl} = 0.36 mAbs

LOD = 3 Sb/m = 3 x 0.36 mAbs / 5.56 mAbs/ppb

LOD = 0.2 ppb

Easy PDF

Find the LOL for Pb

Lower end = LOD = 0.2 ppb

(include this point on the calibration curve)

S_{LOD} = 5.56 x 0.2 + 0.93 = 2.0 mAbs

(0.2 ppb (X) , 2.0 mAbs (Y))

4

Find the LOL for Pb

Upper end = collect points beyond the linear region and estimate the 95% point.

Suppose a standard containing 18.5 ppb gives rise to s signal of (Y practical= 98.52 mAbs)

This is approximately 5% below the expected value of (Y theoretical=103.71 mAbs)

(18.50 ppb , 98.52 mAbs)

Easy PDF

طريقة الحل : عبارة عن معادلة خط مستقيم تستخدم لحل تركيز مجهول

Y=mx+b

المعطيات قيمة x هي تراكيز للعينة و y signal العينة بالجهاز بطلعلهم 1- slope. ٢-intercept ٣- r ٤-sd

وبعد هيك بطلب :- مثلا :- LoD :- هي اقل تركيز يتم التحسس عنده :-LoQ

:-LOL بداية الانحراف عن linearity

:-sd LOL / Loq /lod الهم هي نفسها ال intercept(blank)

طبعا بكون طالع معي y والميل والانترسبت بضل عندي مجهول واحد الي هو التركيز بعمله موضوع قانون وبحل المعادلة وبطلع معي quantity

Easy PDF

Standard Addition Method
Reduce matrix effect

1. Most convenient when a small number of samples are to be analyzed.

للارقام الصغيرة

2. Useful when the analyte is present in a complicated matrix and no ideal blank is available.

6 لما تكون العينة ب matrix خليط

Standard Addition Procedure

1. Add one or more increments of a standard solution to sample aliquots of the same size. Each mixture is then diluted to the same volume.

2. Prepare a plot of Analytical Signal versus:
   a) volume of standard solution added, or
   b) concentration of analyte added.

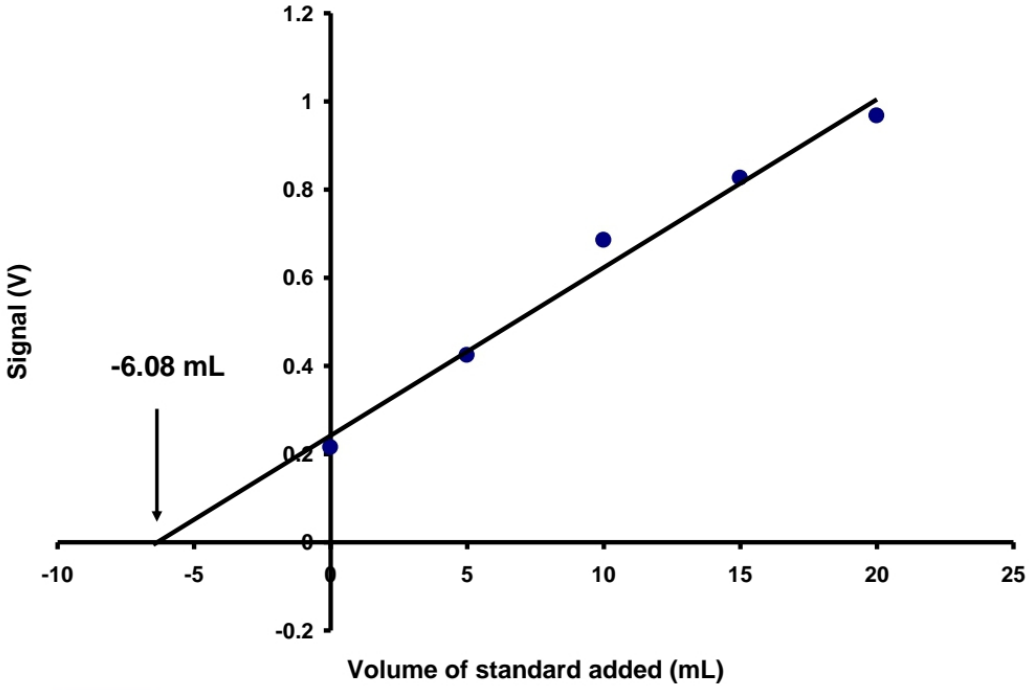
Easy PDF

Sample Volume (mL)	Standard Volume (mL)	Signal (V)
10	0	0.215
10	5	0.424
10	10	0.685
10	15	0.826
10	20	0.967

The concentration of the Fe standard solution is 11.1 ppm

All solutions are diluted to a final volume of 50 mL

41



42

7

[Fe] = ?

x-intercept = -6.08 mL

Therefore, 10 mL of sample diluted to 50 mL would give a signal equivalent to 6.08 mL of standard diluted to 50 mL.

$$V_{sam} \times [Fe]_{sam} = V_{std} \times [Fe]_{std}$$

10.0 mL x [Fe] = 6.08 mL x 11.1 ppm

[Fe] = 6.75 ppm

Easy PDF

من اسمها نستخدها لتقليل تأثيرات العينات الاخرى

١-اول إشي بحضر stock solution من مادة معلومة التركيز (مُعطى)

٢- بضيف عينات من الـsample المجهول التركيز

٣- وبخففه ب ماء (solvent)

4- بصير عندي مثل بالجدول حجوم لمادة معلومة standard

٥- وبعمللهم curve كل حجم من standerd مع مقابلو من signal المقروء من الجهاز

٦- نقطة التقاطع مع x-axis هي vs الي رح نستخدمها بالقانون الاتي

C1v1=c2v2

C1:-تركيز المادة standard

vs-:V1 طلعناها من المنحنى

:- v2حجم المادة المجهول.

C2:- تركيز المادة المجهولة وهي المطلوب

Easy PDF

Internal Standard Method

Reduce matrix and instrument effects

1. Most convenient when variations in analytical sample size, position, or matrix limit the precision of a technique.
2. May correct for certain types of noise.

هاي الطريقة بتخفف
تاثير العينات الاخرى والجهاز

Internal Standard Procedure

1. Prepare a set of standard solutions for analyte (A) as with the calibration curve method, but add a constant amount of a second species (B) to each solution.

2. Prepare a plot of S_A/S_B versus [A].

3. External calibration equation

$$S_A/S_B = mC + b$$

9

هاي الطريقة ما بتعتمد

Notes

لا على حجم العينة ولا مكانها

1. The resulting measurement will be independent of sample size and position.

2. Species A & B must not produce signals that interfere with each other. Usually they are separated by wavelength or time.

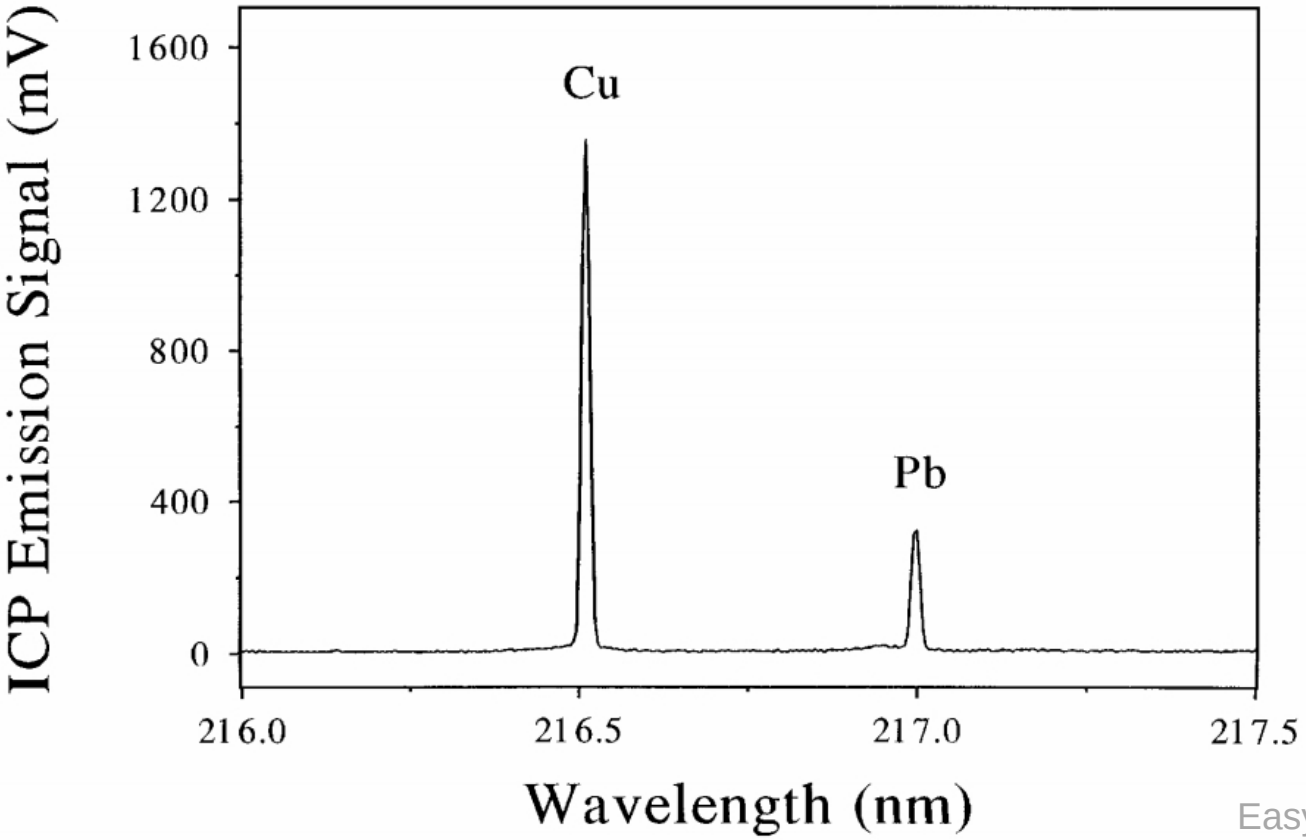
Easy PDF

Example: Pb by ICP Emission

Each Pb solution contains
100 ppm Cu.

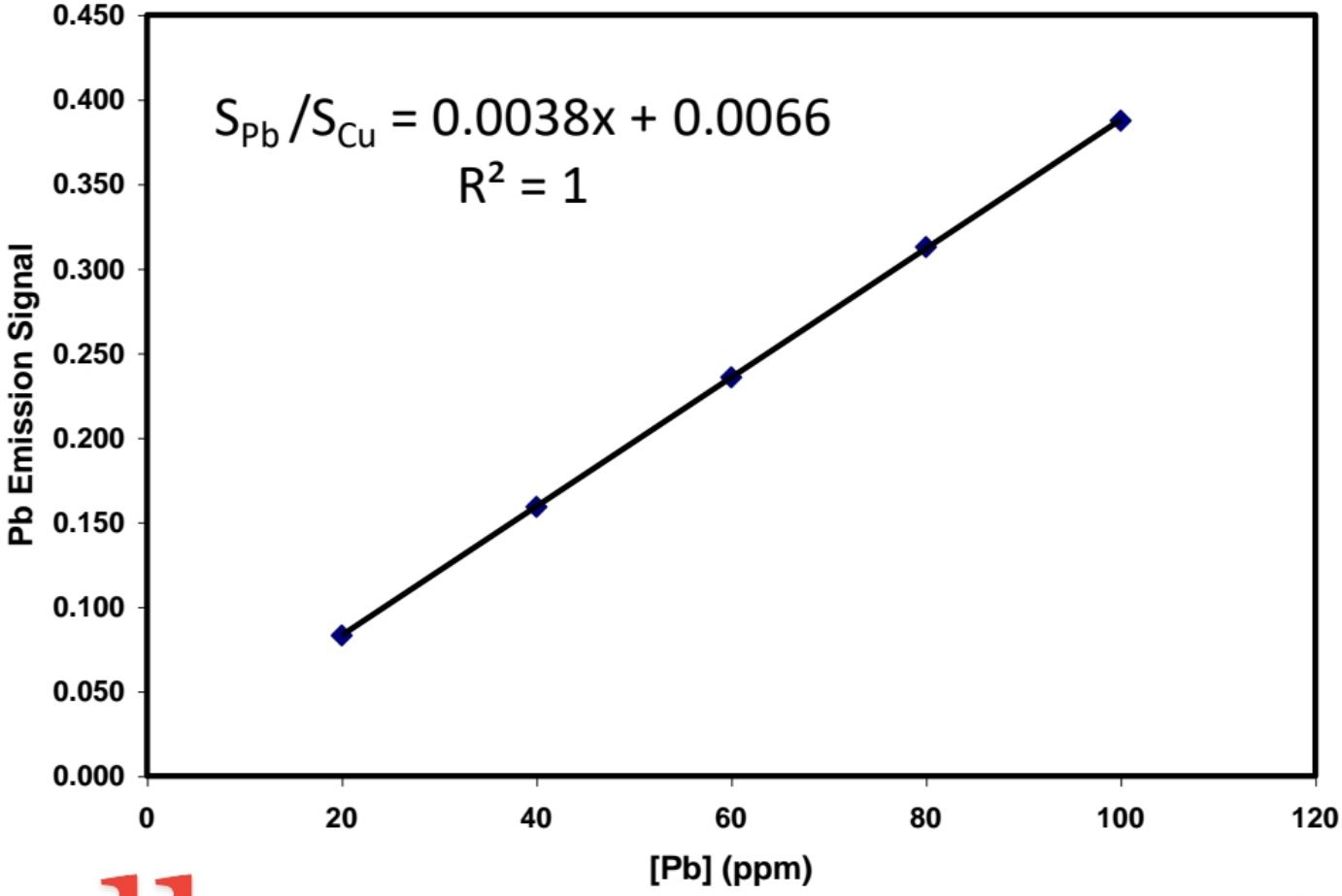
[Pb] (ppm)	Signal		
	Pb	100 ppm Cu	Pb/Cu
20	112	1347	0.083
40	243	1527	0.159
60	326	1383	0.236
80	355	1135	0.313
100	558	1440	0.388

10



Easy PDF

Internal Standard Correction



11

Results for an unknown sample after adding 100 ppm Cu

	Signal		
Run	Pb	Cu	Pb/Cu
1	346	1426	0.243
2	297	1229	0.242
3	328	1366	0.240
4	331	1371	0.241
5	324	1356	0.239
mean	325	1350	0.241

$$0.241 = 0.0038\ X + 0.0066$$

$$X = 61.684 \text{ ppm of Pb}$$

Easy PDF

Internal standard method
Rsduce matrix +instrument effect

مثلا بقلك احسب تركيز الرصاص بالدم

الرصاص بالدم اله تركيز معين اذا زاد بسبب toxicity وصعب

قياسو لانه بكون مرتبط بروتينات plasma الدم

عشان هيك بروح بجيب مادة بتشبه بنفس الخصائص الكيميائية

والفيزيائية وبشتغل عليها مثل النحاس لكن بتفرق عنه بقراءات

الجهاز

1-بحضر standard solution من مادة الرصاص وهي A

2- وبضيف على عينات الرصاص كمية ثابتة لكل عينة من النحاس

رمزها B

3- بقسم signal a على signal b

معلومات من الجدول

وبعديها بعمل معادلة الخط المستقيم بين

X-axis تراكيز الرصاص

Y-axis قسمة الرصاص على النحاس

بطلع ال slope وintercept

Y(مجهول)=m(معلوم)x معلومb+

بضل عندي مجهولين y هي الافريج لقسمة pb/cu

و x هي التركيز المجهول والوحيد وبطلعها وهي المطلوب

Easy PDF

(٧)

ext ernal

فقط

X ⟶ Y

(٨) طريقة معرفة أيهما أفضل استخدم

2) Standerd golution	3) مادة بتبقى معشوقات
عينة ثابتة نعرفها كل فتح مترجمة	علاوة هو مادة مجهول تركيزها

Easy PDF