

Praktické cvičení č.          datum\_\_\_\_\_ jméno\_\_\_\_\_

***Téma praktika:***

**Seznámit se s konstrukcí a funkcí atomového absorpčního spektrofotometru –  
plamenová technika  
Stanovit koncentraci Ca ve vzorcích moče a v kontrolním vzorku.**

**Přístroje a pomůcky:**

Atomový absorpční spektrofotometr PYE UNICAME SP9  
Pracovní standard (Ca) 12,48 mmol/l  
0,3% roztok Sr(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> p.a. ( ředící roztok-stand.;vzorky;blank)  
Pipety, laboratorní sklo, dávkovač

***Úkoly:***

- a) **Obeznámení se se základními prvky AAS, jejich funkcí a optimálním nastavením**
- b) **Kalibrace přístroje a stanovení koncentrace Ca v kontrolním vzorku a ve vzorcích moče**
  1. **změření absorbancí stand-1; stand-2; stand-3; kontrolní vzorek; vzorky sér. Výpočet faktoru a koncentrace Ca v kontrolním vzorku a v vzorcích sér**
  2. **vytvoření kalibračního grafu (EXCEL) a odečtení koncentrace Ca ve vzorcích z grafu**
  3. **nastavení módu AAS měřícího přímo koncentrace Ca ve vzorcích**

**a) Obeznámení se se základními prvky AAS, jejich funkcí a optimálním nastavením**

**PLYNY:**

***Acetylén-tlaková nádoba***

Hlavní uzávěr; redukční ventil k nastavení redukovaného tlaku; uzávěr výstupu redukčního ventilu

***Vzduch-kompresor***

Nádobka pro zachycení kondenzované vody; ukazatel tlaku

**VÝBOJKA S DUTOU KATODOU**

Karusel; zapnutí; nastavení žhavicího proudu; centrování paprsku

**ŠTĚRBINA**

0,2 nm; 0,5 nm (vliv na odezvu fotonásobiče)

**VLNOVÁ DÉLKA**

Nastavení monochromátoru (Ca 422,7 nm); hrubé; jemné; aretace

**HOŘÁK**

Zapalovač elektrickou jiskrou

Délka absorpčního prostředí  
Ovládací prvky pro nastavení polohy hořáku

- vertikální
- předozadní
- v ose paprsku (rotační)

kontrola polohy paprsku z výbojky nad rovinou hořáku

## **NEBULIZÉR**

Nasávací kapilára

Nastavení polohy tříštivé kuličky nebulizéru

Změřit rychlost sání (ml/min)

## **b) Kalibrace přístroje a stanovení koncentrace Ca v kontrolním vzorku a ve vzorcích moče**

### **Zapnutí přístroje: POWER OFF/ON**

Optimalizace nastavení optické části

Vysunutí tlačítka AAS

Zapnutí tlačítka Bc (korekce pozadí) a D2 LAMP (zanutí Deuteriové lampy)

Zapnutí výbojky (Ca) pozice 1

Nastavit žhavicí proud na hodnotu 7,5 mA

Nastavit štěrbinu 0,5 nm (0,2 nm)

Nastavit vlnovou délku (Ca) 422,7 nm (hledat maximální výchylku ručičkového ukazatele ENERGY. Po každém zásahu spojeném s pohybem ručičky doprava vrátit její polohu otáčením knoflíku GAIN do středu modrého pole

Vycentrovat výbojku (Ca) pomocí stavěcích šroubů na maximální odezvu ukazatele ENERGY.

### **ZAPÁLENÍ A NASTAVENÍ PLAMENE – (Acetylén/vzduch)**

Přesvědčit se, zda v odpadní nádobce kompresoru není kondenzační voda, případně uvolnit spodní uzávěr nádoby a vodu vypustit.

Zapnout kompresor

Otevřít hlavní uzávěr tlakové nádoby s acetylénem a otevřít výstupní uzávěr redukčního ventilu (Manometr ukazuje na značku, případně upravit redukčním ventilem.)

SUPPORT Gas (vzduch)- průtok je nastaven automaticky  
(AUX. SUPPORT GAS (např. N<sub>2</sub>O)

### **Zapálení plamene (elektrickou jiskrou)**

Stisknout tlačítka SART (AIR / FUEL)

Úprava průtoku acetylénu na 18-20 mm (sledovat změnu charakteru plamene).

Nasávací kapilárou nasávat deionizovanou vodu (ustálení přístroje).

### **Příprava analytického vzorku**

Moč / kontrolní vzorek 0,1 ml

Ředící roztok (dávkovač) 3,9 ml

\*\*\*\* důkladně promíchat\*\*\*\*\*

## MĚŘENÍ

Příprava standardních roztoků (Ca)

Stand-č.	Koncentrace [umol/l]	Prac. standard [ml]	Ředící roztok
1	1,25	10,0	Doplnit do 100 ml
2	5,00	40,0	Doplnit do 100 ml
3	12,50	---	---

Nasávat blank (0,3% roztok  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ )

Vynulování – opakované krátké stisknutí tlačítka AUTOZERO

Nasávat Snad-1; Stand-2; Stand-3 a zapisovat hodnotu absorbancí

Nasávat kontrolní vzorek a vzorky – zapsat změřené absorbance.

Ca	absorbance	Faktor =		
Stand-1				
Stand-2				
Stand-3				
		Konc. (faktor)	Konc. (graf)	Konc.(přímo)
Kontrola-K1				
Kontrola-K2				
Vzorek č.1				
Vzorek č.2				

**Po skončení měření nasávat deionizovanou vodu.**

### PŘÍMÉ MĚŘENÍ KONCENTRACE **Ca** VE VZORCÍCH.

Použijeme Stand-1 a Stand-2.

Presvědčte se, že tlačítka CONC/ABS a FES/AAS jsou uvolněna (platí funkce ve jmenovateli) a knoflíky EXPANSION a CURVATURE jsou nadoraz v krajní poloze otáčení proti směru hodinových ručiček.

Nastavte DAMPING na 1,0 s.

Nasávejte blank

Po stabilizaci stiskněte tlačítko AUTOZERO a držte dokud se hodnoty na display nepohybují v rozmezí 0,000+/-0,002.

Vytáhněte nasávací hadičku.

Nasávejte Stand-1 a po stabilizaci запиšte absorbanci

Nasávejte Stand-2 a po stabilizaci запиšte absorbanci.

Za stálého nasávání Stand-2 stlačte tlačítko CONC/ABS a knoflíkem EXPANSION nastavte na display hodnotu absorbance Stand-2.

Knoflíkem CURVATURE nastavte na display hodnotu (Stand-2\*) 0,078

Knoflíkem EXPANSION nastavte na display hodnotu koncentrace Stand-2.

K ověření správnosti nastavení kalibrační křivky nasávejte postupně Blank, Stand-1 a Stand-2

Na display by se měly objevovat koncentrace standardů.

Nasávejte vzorky a zaznamenávejte změřené hodnoty koncentrace Zn.

*Po skončení měření nasávat deionizovanou vodu.*

Výpočet hodnoty Stand-2\*

$$\text{Stand-2}^* = 2 \log x \frac{(10^{\text{abs.Stand-1}} - 1)}{(1 - 10^{\text{abs.Stand-1} - \text{abs.Stand-2}})}$$

### **VYPNUTÍ PŘÍSTROJE**

Stiskneme tlačítko FLAME OFF

Přístroj řízeně uzavře přívod paliva a po několika vteřinách i vzduchu.

Uzavřeme hlavní uzávěr na tlakové nádobě s acetylénem, výstup z redukčního ventilu.

Vypneme kompresor.

Vypneme přístroj ON/OFF.