

Úloha 4: Stanovení kadmia v potravinách metodou ET-AAS

Teorie a princip

Atomová absorpční spektrometrie (AAS) náleží do skupiny optických metod. Využívá vlastnost absorpce záření volnými atomy sledovaného prvku. Úbytek primárního záření je mírou koncentrace volných atomů prvku, který záření absorboval. Elektronové přechody ze základního stavu se nazývají rezonanční. V AAS mají největší pravděpodobnost přechody mezi základním a nejbližším excitovaným stavem. Rezonanční čáry jsou pro atomy jednotlivých prvků nejcitlivější a zcela specifické. Atomizace analytu probíhá v grafitové kyvetě. Během teplotního programu je vzorek nejprve sušen, poté pyrolyzován (dochází k přeměně nebo odstranění matrice) a nakonec atomizován. Poté je měřena míra absorpce záření při průchodu kyvetou.

Princip

Vzorek mineralizovaný systémem mikrovlnného ohřevu (viz. úloha 3) je automatickým dávkovačem nanášen do kyvety. Je měřena míra absorpce záření kadmiové výbojky (228,8 nm) při průchodu kyvetou. Obsah kadmia ve vzorku je určen z hodnoty absorbance. Je nutné připravit a proměřit sadu kalibračních roztoků.

Postup

Atomový spektrometr Unicam 939 Solaar uvedeme do provozu v režimu elektrotermické atomizace (ET-AAS). Do programu analýzy zadáme vlnovou délku rezonanční čáry Cd a parametry teplotního programu grafitové pece; sušení 120 °C 20 s, pyrolýza 350 °C 20 s, atomizace 900 °C 4 s a čištění 2000 °C 3 s. Dávkovaný objem roztoku je 10 µl.

Připravíme sadu kalibračních roztoků kadmia o koncentraci 0, 0,4, 0,8, 1 a 2 µg.l⁻¹. Roztoky musí být okyseleny přidávkem HNO₃ (0,25 ml do 50ml baňky). Kalibrační roztoky a analyzované vzorky nalijeme do speciálních nádobek a umístíme do příslušných pozic v automatickém dávkovači. Spustíme sekvenci měření, přístroj proměří vzorky automaticky.

Z absorbancí kalibračních roztoků sestavíme kalibrační závislost (lineární regresní přímka) a podle rovnice regrese vypočteme obsah kadmia v neznámém vzorku. Se znalostí původní navážky vzorku dopočítáme obsah kadmia v kilogramu potraviny.

Pomůcky: atomový spektrometr, odměrné baňky, automatické pipety

Chemikálie: standardní roztok Cd, kyselina dusičná