

Praktické cvičení č. 10 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(NO₃)₂ p.a. (ředící roztok-stand.;vzorky;blank)
Pipety, laboratorní sklo, dávkovač

Úkoly:

- a) Obeznamení 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) Obeznamení se se základními prvky AAS, jejich funkcí a optimálním nastavením

PLYNY:

Acetylén-tlaková nádoba

Hlavní uzávěr; redukční ventil k nastavení redukováného 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

Vysunuté tlačítko AAS

Zapnuté tlačítko 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. N₂O)

Zapálení plamene (elektrickou jiskrou)

Stisknout tlačítko 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 | | | |
|-------------|------------|----------------|--------------|--------------|
| Stand-1 | | Faktor = | | |
| 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.

Přesvědčtete, 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 zapište absorbanci

Nasávejte Stand-2 a po stabilizaci zapište 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

Knoflíke 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.