

Praktické cvičení č. 10 datum _____ jméno _____

Téma praktika:

**Seznámit se s konstrukcí a funkcí atomového absorpčního spektrofotometru –
plamenová technika
Stanovení Zn ve vzorcích séra a v kontrolním vzorku.**

Přístroje a pomůcky:

Atomový absorpční spektrofotometr PYE UNICAME SP9
Pracovní standard (Zn) 76,47 umol/l
8% n-butanol (ředící roztok-stand.;vzorky;blank)
Pipety, laboratorní sklo

Úkoly:

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

a) Obeznamení 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 (Zn 213,9 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 Zn v kontrolním vzorku a ve vzorcích séra

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 (Zn) pozice 2

Nastavit žhavicí proud na hodnotu 7,5 mA

Nastavit štěrbinu 0,5 nm (0,2 nm)

Nastavit vlnovou délku (Zn) 213,9 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 (Zn) 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 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

Sérum / kontrolní vzorek 0,2 ml

Ředící roztok (dávkovač) 1,8 ml

****důkladně promíchat*****

MĚŘENÍ

Příprava standardních roztoků

Stand-č.	Koncentrace [umol/l]	Prac. standard [ml]	Ředící roztok
1	15,3	2,0	Doplnit do 100 ml
2	30,6	4,0	Doplnit do 100 ml
3	45,9	6,0	Doplnit do 100 ml

Nasávat blank (roztok 8% n-butanolu)

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.

	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 ZN VE VZORCÍCH.

Použijeme Stand-1 a Stand-2.

Přesvědčte 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 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

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.