

## **Téma praktika:**

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

1.změření absorbancí STD 1; STD 2; STD 3; kontrolní vzorek; vzorky sér. Výpočet faktoru a koncentrace Zn v kontrolním vzorku a ve 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-centrální distribuce**

Mechanický filtr nečistot; ukazatel tlaku

#### **VÝBOJKA S DUTOU KATODOU**

zapnutí; nastavení žhavicího proudu; centrování paprsku ŠTĚRBINA 0,7 nm; (0,2 nm; 2,0 nm - vliv na odezvu fotonásobiče)

VLNOVÁ DÉLKA Nastavení monochromátoru (Zn 213,86 nm; 307,59 nm)

#### **HOŘÁK**

Zapalovač elektrickou jiskrou

Délka absorpčního prostředí

Ovládací prvky pro nastavení polohy hořáku

Vertikální

Předožadní

V ose paprsku (rotační)

kontrola polohy paprsku z výbojky nad rovinou hořáku

## NEBULIZÉR

Nasávací kapilára

Příprava analytického vzorku

Sérum / kontrolní vzorek 0,2 ml

Ředící roztok (dávkovač) 1,8 ml

Zvortexovat

## MĚŘENÍ

Příprava standardních roztoků

STD č.	Koncentrace [umol/L]	Zásobní 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

Promíchat

Z odměrných baněk odlijeme standardy do čistých skleněných zkumavek (čištěné kyselinou dusičnou) a označíme je STD1-3. Do čtvrté zkumavky napipetujeme ředící roztok pro Zn, označíme ji "Blank".

Příprava vzorků

Kontrola/vzorek	Ředící roztok
200 ul	800 ul
Zvortexovat	

Příprava analyzátoru k práci

Zapnout počítač i analyzátor

Spuštění obslužného programu WinLab AA Flame

Vyvolání metody Zn (Wrkspc - ikonka na liště vlevo)

Zapnutí kombinované výbojky s dutou katodou (On/Off) (20 mA) a D2 výbojky (Background corrector)

Puštění plynů

Zapálení plamene (elektrickou jiskrou)

Nasávací kapilárou nasávat deionizovanou vodu (ustálení přístroje cca 5 minut).

### Kalibrace, analýza a hodnocení kontrol, analýza vzorků

Na stoleček si přichystáme stojánek se vzorky a kalibrátory.

Vezmeme nasávací hadičku a vložíme ji do zkumavky označené Blank -> stiskneme tlačítko Analyze Blank

Přístroj nás vyzve k nasávání standardu -> vložíme nasávací hadičku do STD3 a dáme OK

Počkáme než se přístroj automaticky seřídí (optimální optický tok – poloha hořáku, monochromátor)

Po chvíli se objeví hlášení, že vše proběhlo v pořádku. Vytáhneme hadičku a opláchneme ji v demiH<sub>2</sub>O. Potom ji vložíme do zkumavky Blank a odsouhlasíme hlášku.

V okně Results se objeví 2 výsledky (měříme v duplikátu). Poté můžeme hadičku vyjmout a vložit do demiH<sub>2</sub>O.

Následně můžeme měřit kalibrační roztoky STD1-3. Vložíme nasávací hadičku do zkumavky s roztokem STD1 a klikneme na tlačítko Analyze Standard. Po zobrazení 2 bodů v okně results můžeme hadičku vytáhnout. Stejně postupujeme i se STD 2 a 3.

Vyhodnotíme kalibrační křivku.

Pustíme kontrolní vzorky obdobným způsobem, jen klikáme na tlačítko Analyze Sample. Stejně tak i následující vzorky.

### VYPNUTÍ PŘÍSTROJE

Po ukončení práce nechat promývat cca 5 min roztokem 5% HNO<sub>3</sub>. Poté znovu demiH<sub>2</sub>O

V tabulce ovládání plamene stiskneme tlačítko OFF.

Uzavřeme přívody plynů a zadáme tlačítko Bleed Gases (2x).

Vytiskneme výsledky pomocí File -> Utilities -> Data Manager -> vybereme náš soubor vzorků -> Report -> Use Existing Design -> Next -> Preview -> ikonka tiskárny na liště nahoře

Nyní můžeme vypnout lampy a poté i přístroj.