

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 PinAAcle 900F

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 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) 1,8ml

Zvortexovat

MĚŘENÍ

Příprava standardních roztoků

STD č.	Koncentrace [umol/L]	Pracovní 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

Vzorek/Kontrola*	Ředící roztok
200 ul	1800 ul
Zvortexovat	

*Kontrolu nutno naředit: 100 ul kontoly + 100 ul dH₂O

Příprava analyzátoru k práci

Pustit plyny (acetylén, vzduch)

Zapnout odtah

Zapnout analyzátor i počítač

Spustit obslužný program WinLab32 forAA

Vyvolat metodu Zn (Wrkspc - ikonka na liště vlevo)

Zapnout lampu – kombinovanou výbojku s dutou katodou (On/Off) (20 mA) a D2 výbojku (Background corrector)

Zapálit plamen (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

V okně Results se objeví 2 výsledky (měříme v duplikátu). Poté můžeme hadičku vyjmout a vložit do demiH₂O.

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% HNO₃. Poté znovu demiH₂O.

Vypnout lampy.

V tabulce ovládání plamene stiskneme tlačítko OFF.

Uzavřeme přívody plynů a zadáme tlačítko Bleed Gases (2x) - odvzdušnění. Vypneme odtah.

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 počítač i přístroj.