

12. Stanovení kovů na AAS

Úvod

Metoda atomové absorpční spektrometrie je založena na absorpci záření atomy analytu. Pro atomizaci analytu se většinou používá plamen acetylen/vzduch do kterého je přiváděn zmlžený vzorek. Atom analytu v základním stavu absorbuje záření vlnové délky odpovídající vlnové délce z čárového spektra prvku a přejde do vybuzeného (excitovaného) stavu. Toto záření je emitováno výbojkou s dutou katodou (hollow cathode lamp – HCL) jejíž katoda je vyrobena z daného prvku nebo jeho slitiny. Měříme pokles intenzity záření dané vlnové délky po průchodu plamenem. Většinou se jeho pokles uvádí v bezrozměrných jednotkách absorpce (A).

$$A = -\log T = -\log_{10} \frac{\phi}{\phi_0}$$

Ta je vyjádřena jako záporně vzatý logaritmus transmitance T , která udává podíl prošlého záření ϕ vůči záření vstupujícímu ϕ_0 . Absorbance 1 tak znamená, že prošlo jen 10% záření, 2 jen 1% atd. Pro nízké koncentrace prvku platí mezi absorbancí a koncentrací prvku lineární vztah – Lambertův-Beerův zákon.

$$A = \epsilon lc$$

Kde ϵ je absorpční koeficient, l délka absorpčního prostředí a c koncentrace prvku v příslušných jednotkách. Ačkoli jsou molární absorpční koeficienty tabelovány, není AAS absolutní metodou a vyžaduje kalibraci pomocí standardů známých koncentrací.

Kromě absorpční se používá i atomová emisní spektroskopie (AES), kdy se měří intenzita záření, emitovaná excitovanými atomy analytu. Na rozdíl od AAS zde není nutný žádný další zdroj záření. AAS spektrometry umí pracovat i v AES módu.

Hlavními kationty vyskytujícími se ve vodách jsou Na, K, Ca, Mg. Proto se stanovení těchto kationtů rutinně provádí při analýze vod. Pro Na a K, se většinou používá plamenová AES zatímco Ca a Mg se většinou stanovují chelatometricky jako suma – viz. Práce 3.

Kromě chelatometrie je možné pro Ca a Mg použít i plamenovou AAS. Ta umožňuje stanovit i většinu dalších běžně se vyskytujících kovů, kromě Hg¹.

Postup práce

Provedte analýzu dvou dodaných vzorů vody. Stanovte Ca, Mg a Cu pomocí AAS a Na a K pomocí AES. Při nastavení přístroje **vycházejte z návodu k obsluze a úvodní inštrukce**. Pro každý prvek:

- Provedte kalibraci přístroje pomocí standardů
- Změřte koncentraci prvku v obou vzorcích
- Případně zředte vzorky tak aby se koncentrace kovy pohybovaly v rozsahu kalibrace. (Např. pro stanovení koncentrace Mg je nutné vzorek zředit asi 25x)
- Pro Ca a Mg přepočtete² výsledky v mg/l na „tvrdost“ v mmol/l

Před zapálením plamene zkontrolujte, zda jste zapnuli příslušné plyny – acetylen a vzduch. Pokud, se zapálení nepodaří, věnujte pozornost chybovým hlášením.

Při výměně „lampy“, vždy nejdříve vypněte její žhavení pomocí tlačítka [Turn off lamps] ve „Flame facilities“. Ty vyvoláte přes menu, nebo pomocí klávesy F7 (viz. Návod k obsluze).

Po ukončení práce **uklidíte své pracovní místo, uzavřete přívod plynů a tlakovou láhev acetylenu a vypněte přístroj**.

Protokol

1. bude obsahovat Vaše jméno a kruh
2. stručný popis přístroje
3. postup práce
4. koncentrace Na, K, Ca, Mg, Cu
5. vypočtenou „tvrdost“ pro oba vzorky
6. Hodnocení, zdali vzorky vyhovují³ vyhlášce Vyhlášce č. 252/2004 Sb

¹ V případě rtuti je teplota v plameni acetylen/vzduch příliš vysoká a atomy Hg v základním stavu se zde prakticky nevyskytují a nedochází tudíž k absorpci záření. Hg se analyzuje ve formě studených par ve speciálních přístrojích.

² $M_{Ca} = 40,08 \text{ g/mol}$, $M_{Mg} = 24,31 \text{ g/mol}$

³ Vyhláška č. 252/2004 Sb stanovuje hygienické požadavky na pitnou a teplou vodu a četnost a rozsah kontroly pitné vody. K dispozici je i na internetu.