

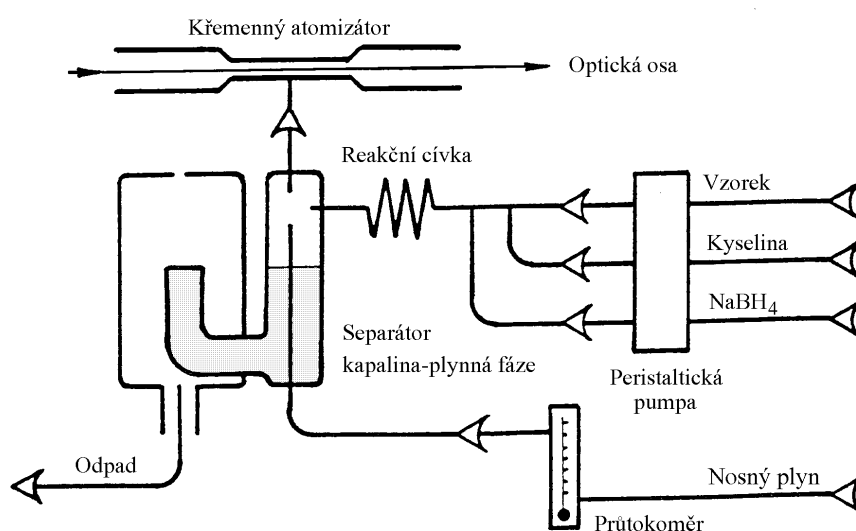
# Hydridová technika v metodě atomové absorpční spektrometrie

**Úkol:** Nalezněte optimální podmínky pro kontinuální generaci a separaci arsenovodíku. Zjistěte koncentraci  $\text{As}^{3+}$  ve vzorku.

**Přístroje a pomůcky:** atomový absorpční spektrometr AAS 3, vícekanálová peristaltická pumpa, hydrostatický separátor plynné a kapalné fáze, odporově vyhřívaný křemenný atomizátor, spojovací a čerpací hadičky, spojky, průtokoměr, argon.

**Chemikálie:** Zásobní roztok  $\text{As}^{3+}$  o koncentraci 100 ppm v 1 M HCl, 4% roztok  $\text{NaBH}_4$  v 0,4% NaOH, 36% roztok HCl.

**Postup:** 1. Určení optimální koncentrace redukčního činidla  $\text{NaBH}_4$   
2. Určení koncentrace HCl pro optimální generaci hydridu  
3. Vliv průtoku nosného plynu  
4. Kalibrační závislost a stanovení koncentrace  $\text{As}^{3+}$  v neznámém vzorku



Pro měření použijte sestavenou aparaturu pro kontinuální generování hydridů spojenou s AA spektrometrem (viz. obr). Pedagogický dozor pokročilého praktika vás seznámí s funkcí aparatury a ovládáním AA spektrometru. Pro experimenty 1-3 připravte ze zásobního roztoku roztok  $\text{As}^{3+}$  o koncentraci 5,0 ng/ml (250 ml).

1. Připravte do 50 ml odměrek tyto koncentrace  $\text{NaBH}_4$  v 0,4%  $\text{NaOH}$ : 0,1%, 0,5%, 1,0%, 1,5%, 2,0%, 3,0% a 4,0%. Zároveň připravte 500 ml 5 M  $\text{HCl}$ , kterou použijete pro měření. Proměřte závislost absorbance na stoupající koncentraci redukčního činidla  $\text{NaBH}_4$  a nalezněte optimální koncentraci  $\text{NaBH}_4$  pro generování arsenovodíku.
2. Připravte do 50 ml odměrek tyto koncentrace  $\text{HCl}$ : 0,1M, 0,2M, 0,5M, 1,0 M, 3,0M, 5,0M a 8,0M. Koncentraci  $\text{NaBH}_4$  volte podle předchozího experimentu. Proměřte závislost absorbance na stoupající koncentraci  $\text{HCl}$ . Sledujte vliv koncentrace  $\text{HCl}$  na generování arsenovodíku.
3. Pro sledování vlivu průtoku nosného plynu (argon) na měřený signál použijte koncentrace  $\text{HCl}$  a  $\text{NaBH}_4$  zjištěné v předchozích experimentech. Proměřte 10 hodnot různých průtoků v intervalu 0 - 350 ml/min.
4. Připravte do 50 ml odměrek tyto koncentrace  $\text{As}^{3+}$ : 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 ng/ml. Proměřte kalibrační závislost a zjistěte koncentraci arsenu v předloženém vzorku.

#### Úkoly:

- Vyneste graficky závislost absorbance na koncentraci  $\text{NaBH}_4$ . Diskutujte její průběh.
- Vyneste graficky závislost absorbance na koncentraci  $\text{HCl}$ . Pokuste se vysvětlit její průběh.
- Vyneste graficky závislost absorbance na průtoku nosného plynu. Diskutujte její průběh.
- Zjistěte koncentraci arsenu v předloženém vzorku.