

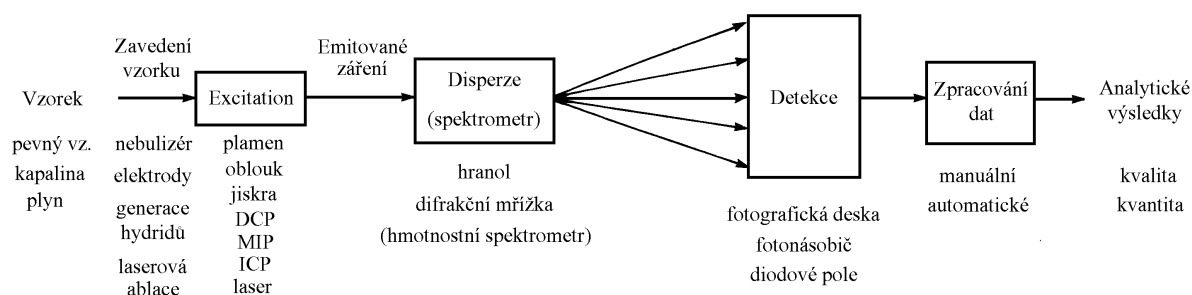
# Optimalizace podmínek měření při práci s ICP-AES

**Úkol:** Proměřte vliv důležitých přístrojových parametrů na citlivost stanovení vybraných prvků vzácných zemin metodou atomové emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmovým budícím zdrojem (ICP-AES). Analyzujte připravený vzorek.

**Přístroje a pomůcky:** AES-ICP spektrometr Plasma II, odměrné nádobí.

**Chemikálie:** standardní roztoky vybraných prvků vzácných zemin o koncentraci 1000  $\mu\text{g/ml}$

Přístroje pro emisní spektrální analýzu se obecně skládají z budícího zdroje, spektrálního přístroje (optického systému s disperzním prvkem) a detektoru s konečným vyhodnocením signálu. Základní blokové schéma přístrojů pro atomovou emisní spektrometrii je uvedeno na obr. č. 1.



**Obr č. 1:** Obecné schéma atomového emisní spektrometru

AES-ICP spektrometr využívá jako budící zdroj plazmový zdroj. Plazma vzniká indukčním přenosem vysokofrekvenční energie z budícího vysokofrekvenčního generátoru indukční cívkou. Indukční cívka je součástí plazmové hlavice (obr. č. 2), ve které se vytváří vlastní toroidní plazmový výboj. Vysokofrekvenční budící generátor daného přístroje pracuje na frekvenci 27,12 MHz a dává výkon v rozmezí 0,5 – 3,0 kW.

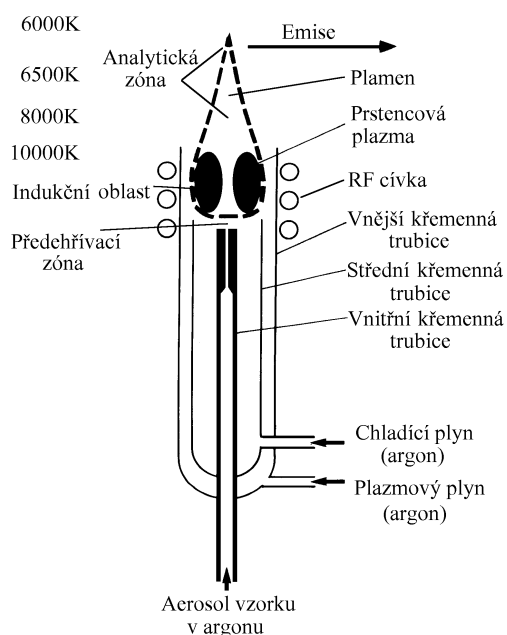
## Postup:

### 1. optimalizace pracovních podmínek (Gd)

nastavení parametrů vysokofrekvenčního generátoru, nastavení parametrů monochromátoru, nastavení detektoru, vliv výšky pozorování (axiální rozdělení intenzity), vliv průtoku nosného plynu aerosolu, vliv výkonu radiofrekvenčního zdroje

### 2. kalibrační závislosti (Eu, Gd, Dy, Yb, Nd)

### 3. analýza vzorku



**Obr. č. 2:** Schema plazmové hlavice s naznačeným prstencovým plazmovým výbojem

Pro měření použijte uvedený spektrometr, který je kompletně řízený počítačem. Ovládací software daného přístroje se liší od dnešních používaných ovládacích programů pod operačním systémem windows a proto vás s obsluhou a ovládáním přístroje seznámí pedagogický dozor pokročilého praktika. Pro nastavení výchozích podmínek měření použijte přednastavené parametry.

1. Připravte do 100 ml odměrky roztok Gd o koncentraci 20,0 µg/ml.

2. Připravte do 100 ml odměrek ze zásobních roztoků směsné standardy těchto prvků: Eu, Gd, Dy, Yb, Nd o koncentracích: 5,0; 10,0; 20,0; 30,0 µg/ml.

3. Pomocí proměřených kalibračních závislostí analyzujte obsahy jednotlivých prvků v předloženém vzorku.

**Úkoly:**

- Vyneste graficky závislost intenzity na následujících parametrech měření: výška pozorování, průtoku nosného plynu aerosolu, výkon radiofrekvenčního zdroje. Diskutujte jejich průběh.
- Vyneste graficky získané kalibrační závislosti.
- Zjistěte koncentraci uvedených prvků v předloženém vzorku.