

Nebojte se měření nízkých absorbancí při plamenové AAS – cesta k snadné analýze nízkých koncentrací.

V posledních letech došlo k výraznému zlepšení také v oblasti plamenové AAS. Tato zlepšení vedla na jedné straně ke zvýšení odolnosti systémů při analýze zasolených roztoků, ke zmenšení paměťových efektů a na straně druhé ke zlepšení detekčních limitů (DL). Zlepšení DL je způsobeno několika faktory:

- zvýšením účinnosti zmlžování a zejména transportu aerosolu
- snížením přístrojového šumu (zlepšení kvality elektroniky, snížení šumu detektorů)
- snížením šumu vlastního plamenového systému (snížení šumu zmlžování, zlepšení stability plamene)
- použitím Superlamp

Další nutnou podmínkou pro dosažení co nejlepších DL je možnost použití delších integračních časů (typicky 3 až 10 s) a většího počtu opakovaných měření – replikací (5 až 10). To klade značné nároky na stabilitu atomového absorpčního spektrometru, je nutné aby spektrometr vykazoval drift v řádu desetitisícin jednotek absorbance i po dobu delší než 1 minuta.

Všechny výše zmíněné předpoklady splňují AA spektrometry GBC řady Avanta. Jedná se o plně dvoupraskové spektrometry s vysokou modulační frekvencí, vybavené velkým optickým systémem (33 cm) v Ebertově uspořádání, uloženém v trojdimenzionálním kovovém odlitku. Tyto

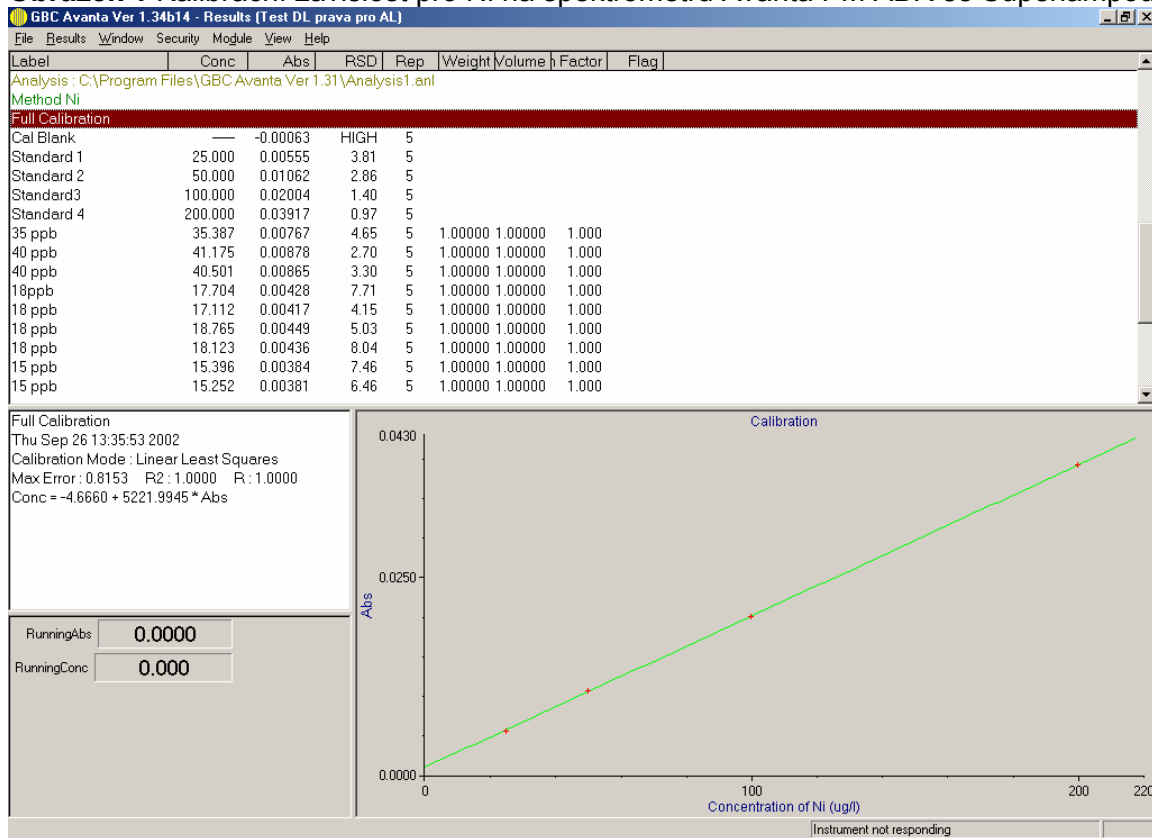
spektrometry jsou standardně vybaveny zmlžovacím systémem o vysoké účinnosti, titanovými hořáky, tříděnými fotonásobiči a mohou být osazeny interními PC řízenými zdroji Superlamp. Spektrometry dosahují vysoké citlivosti (typická absorbance pro 5 mg/l Cu je mezi 1.0 až 1.3 absorbance v závislosti na typu spektrometru) a nízké hladiny šumu (typické RSD pro 25 ug/l Ni je pod 5% pro 5 třísekundových replikací a pod 0.5% pro koncentraci 1 mg/l Cu a 5 dvousekundových replikací).

Díky těmto vlastnostem se tak otevírá cesta pro spolehlivé měření i nízkých koncentrací, doposud typických spíše pro analýzu s elektrotermickou atomizací. Analýza je ale podstatně rychlejší než při použití elektrotermické atomizace, levnější a často méně ovlivněná vlivy matrice vzorku.

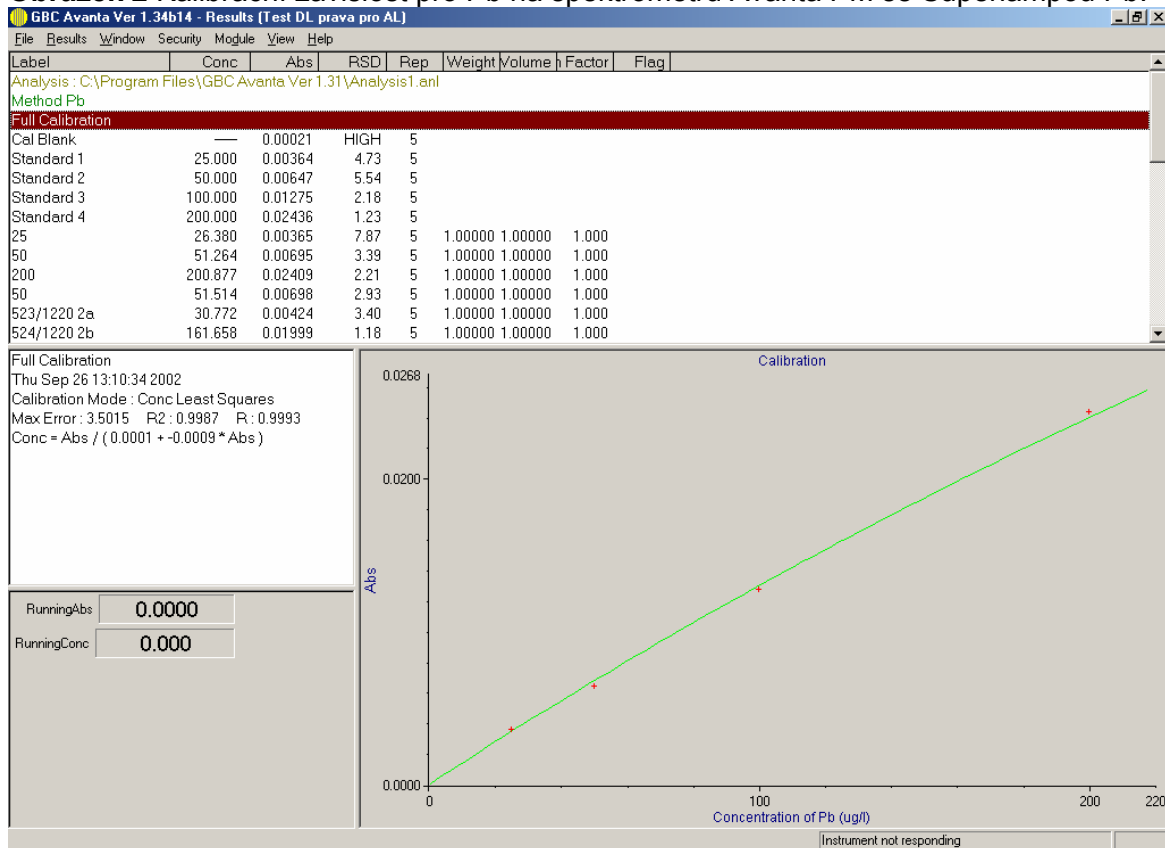
Na obrázku 1 je „hardcopy“ obrazovky software spektrometru Avanta s kalibrační závislostí pro Ni v nízkých koncentracích. Je vidět, že kalibrace v rozsahu standardů 25, 50, 100 a 200 ug/l je zcela bezproblémová. Dosažený DL je 5.6 ug/l a mez stanovení pak 18.5 ug/l. Následně byly analyzovány standardy v oblasti těsně pod mezí stanovení, na mezi stanovení a nad mezí stanovení (15, 18, 35, 40 ug/l Ni v prostředí 1% HNO₃) a relativní odchylka v žádném z případů nepřesáhla 10% (viz. obr. 1).

Prakticky stejných výsledků je možné dosáhnout při analýze olova na vlnové délce 217.0 nm (viz. obr.2).

Obrázek 1 Kalibrační závislost pro Ni na spektrometru Avanta PM ABR se Superlampou.



Obrázek 2 Kalibrační závislost pro Pb na spektrometru Avanta PM se Superlampou Pb.



V tabulce 1 jsou shrnuty reálně dosahované průměrné DL plamenových systémů Avanta ověřené naší firmou. DL byl určen z deseti opakovaných měření koncentrace blízke DL nebo desti opakovaných měření slepého pokusu, pokud tento prokazatelně obsahoval analyzovaný prvek. DL byl určen jako koncentrační ekvivalent trojnásobku směrodatné odchylky z deseti výše zmíněných měření. Směrnice kalibrační přímky byla určena minimálně ze tří bodů lineární části kalibrace, každý bod byl měřen při stejných podmínkách. Mez stanovení byla určena jako 3.3 násobek DL.

Je pochopitelné, že jednotlivé spektrometry se od sebe v rámci výrobních tolerancí liší, proto jsme provedli testování čtyř systémů Avanta při stanovení Pb a Ni. Variace DL mezi systémy byla od 6.3 do 9.2 ug/l pro Pb a od 5.6 do 8.8 ug/l pro Ni.

Dosažené hodnoty RSD a DL je možné dále mírně zlepšit použitím delších integračních časů (10 s). Na obrázku 3 je ukázka kalibrační závislosti při stanovení Na pro 5 desetisekundových replikací. Reálně dosažený DL je v tomto případě 0.56 ug/l. Tento typ analýzy je zajímavý pro kontrolu

napájecích vod v energetických provozech a kontrolu ultračisté vody.

Tabulka 1. Průměrné DL dosažené na nových systémech GBC Avanta.

prvek	DL (3s) ug.l ⁻¹	MS (10 s) ug.l ⁻¹
Cd	1,60	4,80
Cu	3,10	10,23
Na	0,85	2,80
Pb*	7,80	25,74
Ni*	7,20	23,80
Ag	1,90	6,27
Fe	12,10	40,00
Fe*	7.1	23,40
Cr	7,26	24,00
Mn	3,70	12,21
Zn	1,32	4,36

* tyto prvky byly analyzovány se Superlampou

Obrázek 3 Kalibrační závislost stanovení Na na spektrometru Avanta PM ABR

