

OBSAH

1	ÚVOD	7
2	ATOMOVÁ ABSORPČNÍ SPEKTROMETRIE	8
	2.1 Obecné základy	8
	2.2 Instrumentace	10
	2.2.1 Zdroj záření	11
	2.2.2 Atomizátor	11
	2.2.3 Monochromátor	12
	2.2.4 Detektor	12
	2.3 Práce se spektrometry GBC SensAA Dual	12
	2.3.1 Popis přístrojů	12
	2.3.2 Zapojení a uvedení přístroje do chodu	14
	2.3.2.1 Zapálení plamene	16
	2.3.2.2 Měření	16
	2.4 Pracovní postup	17
	2.4.1 Příprava kalibračních roztoků	17
	2.4.2 Vytvoření aplikace pro stanovení Cr, Cu, Ca nebo Mg	18
	2.4.3 Optimalizace podmínek měření	20
	2.4.3.1 Nastavení polohy VDK	20
	2.4.3.2 Nastavení horizontální polohy hořáku	21
	2.4.3.3 Nastavení vertikální polohy hořáku	21
	2.4.3.4 Nastavení složení plamene	21
	2.4.4 Měření kalibrační závislosti a vzorků	21
	2.5 Zpracování výsledků a protokolu	22
	2.6 Kontrolní otázky	22
3	STANOVENÍ RTUTI POMOCÍ ANALYZÁTORU DMA	24
	3.1 Obecné základy	24
	3.2 Instrumentace	24
	3.2.1 Spalovací pec	25
	3.2.2 Katalyzátor	25
	3.2.3 Amalgamátor	26
	3.2.4 Detekční systém	26
	3.3 Práce s přístrojem DMA-1	27
	3.3.1 Manipulace se vzorkem	27
	3.3.2 Uvedení přístroje do chodu	27
	3.3.3 Měření	28
	3.3.3.1 Čištění	28
	3.3.3.2 Ověření kalibrace	30
	3.3.3.3 Měření kapalných vzorků	30
	3.3.3.4 Měření pevných vzorků	30

3.4	Pracovní postup.....	31
3.4.1.1	Čištění	31
3.4.1.2	Ověření kalibrace	31
3.4.1.3	Stanovení meze detekce	31
3.4.1.4	Stanovení Hg ve vzorku	31
3.5	Zásady pro vypracování protokolu	32
3.6	Kontrolní otázky	32
4	HMOTNOSTNÍ SPEKTROMETRIE S INDUKČNĚ VÁZANÝM PLAZMATEM.....	33
4.1	Obecné základy	33
4.2	Instrumentace	33
4.2.1	Hlavní konstrukční prvky	33
4.2.1.1	Zmlžování vzorků	34
4.2.1.2	Plazmová hlavice	35
4.2.1.3	Odběr iontů z plazmatu a iontová optika.....	36
4.2.1.4	Iontový filtr (analyzátor iontů).....	38
4.2.1.5	Detektor iontů	38
4.2.2	Spektrální interference při měření metodou ICP-MS	39
4.2.2.1	Izobarický překryv	39
4.2.2.2	Tvorba polyatomických iontů	40
4.2.2.3	Tvorba oxidových iontů	40
4.2.2.4	Tvorba dvojnásobně nabitých iontů	41
4.2.2.5	Metody potlačení spektrálních interferencí	41
4.2.3	Nespektrální interference	42
4.3	Práce s ICP-MS Elan DRC-e	42
4.3.1	Ovládací prvky	42
4.3.1.1	Samples	44
4.3.1.2	Dataset.....	45
4.3.1.3	Real Time	45
4.3.1.4	CalibView	46
4.3.1.5	RptView	46
4.3.1.6	SmartTune	47
4.3.1.7	Instrument	47
4.4	Návod laboratorní práce	48
4.4.1	Příprava kalibračních roztoků	48
4.4.2	Rozklad vzorků biologických materiálů a hornin	49
4.4.3	Uvedení do chodu a základní optimalizace spektrometru PE Elan DRC-e	49
4.4.4	Stanovení obsahu stopových prvků v biologických a rudných materiálech ...	54
4.4.5	Úlohy	56
4.5	Zásady pro zpracování protokolu	56
4.6	Kontrolní otázky	57

5	SPECIAČNÍ ANALÝZA ARSENU V BIOLOGICKÝCH VZORCÍCH METODOU HPLC-ICP-MS	58
5.1	Obecné základy	58
5.2	Instrumentace	59
5.3	Práce s HPLC-ICP-MS	60
5.4	Pracovní postup.....	62
	5.4.1 Reagencie a základní roztoky	62
	5.4.1.1 Rostoky specií arsenu.	62
	5.4.1.2 Mobilní fáze pro chromatografické dělení specií arsenu.....	62
	5.4.1.3 Ostatní roztoky a činidla	62
	5.4.2 Extrakce vzorku	63
	5.4.3 Stanovení celkové koncentrace arsenu	63
	5.4.4 Speciační analýza arsenu pomocí on-line spojení ICP-MS a HPLC	63
	5.4.4.1 Výpočet ploch píků	65
5.5	Zásady pro vypracování protokolu	66
5.6	Kontrolní otázky	66
6	STANOVENÍ PRVKŮ RENTGENOVĚ FLUORESCENČNÍ SPEKTROMETRIÍ.....	67
6.1	Obecné základy	67
	6.1.1 Rentgenové záření, jeho vznik a interakce s hmotou.....	67
	6.1.2 Fluorescenční rentgenová spektroskopie	69
6.2	Instrumentace	71
6.3	Práce se stolním přístrojem Spectroscan U	74
	6.3.1 Charakteristika	74
	6.3.2 Ovládání.....	75
	6.3.2.1 Zapnutí přístroje a spuštění ovládacího programu	75
	6.3.2.2 Práce se softwarem Spectroscan	75
6.4	Práce s přenosným přístrojem X-Met 5110.....	79
	6.4.1 Charakteristika	79
	6.4.2 Ovládání.....	80
	6.4.2.1 Zapnutí přístroje a spuštění ovládacího programu	80
	6.4.2.2 Práce se softwarem X-MET	80
	6.4.3 Hlavní zásady bezpečnosti práce	82
6.5	Pracovní postup.....	85
	6.5.1 Stolní rtg. spektrometr Spectroscan	85
	6.5.2 Ruční rtg. spektrometr X-Met 5100.....	85
6.6	Zásady pro vypracování protokolu	86
6.7	Kontrolní otázky	86
7	LITERATURA	87

CONTENTS

1	INTRODUCTION	7
2	ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY	8
2.1	General.....	8
2.2	Instrumentation	11
2.2.1	Radiation source.....	11
2.2.2	Atomiser.....	12
2.2.3	Monochromator.....	12
2.2.4	Detector.....	12
2.3	Working with GBC SensAA Dual spectrometers	13
2.3.1	Description of spectrometers	13
2.3.2	Putting the instrument into operation.....	14
2.3.2.1	Ignition of the flame.....	16
2.3.2.2	Measurement.....	17
2.4	Instructions for laboratory tasks.....	17
2.4.1	Preparation of calibration solutions	17
2.4.2	Creating a method for the determination of Cr, Cu, Ca or Mg	18
2.4.3	Optimisation.....	20
2.4.3.1	HCL position setting	20
2.4.3.2	Adjusting the horizontal position of the burner.....	20
2.4.3.3	Adjusting the vertical position of the burner.....	21
2.4.3.4	Setting the flame composition.....	21
2.4.4	Measurement of calibration curve and samples	21
2.5	Instructions for drawing up a protocol.....	22
2.6	Control questions	22
3	DETEMINATION OF MERCURY USING A DMA ANALYSER.....	24
3.1	General.....	24
3.2	Instrumentation	24
3.2.1	Furnace.....	25
3.2.2	Catalyst	25
3.2.3	Amalgamator.....	26
3.2.4	Detection system.....	26
3.3	Working with the DMA-1 instrument.....	27
3.3.1	Sample handling.....	27
3.3.2	Putting instrument into operation.....	27
3.3.3	Measurement.....	28
3.3.3.1	Cleaning	28
3.3.3.2	Calibration verification	30
3.3.3.3	Measurement of liquid samples.....	30
3.3.3.4	Measurement of solid samples	30

3.4	Instructions for laboratory task	31
3.4.1.1	Cleaning	31
3.4.1.2	Calibration verification	31
3.4.1.3	Determination of the detection limit	31
3.4.1.4	Determination of Hg in samples.....	31
3.5	Instruction for drawing up a protocol	32
3.6	Control questions	32
4	INDUCTIVELY COUPLED PLASMA MASS SPECTROMETRY.....	33
4.1	General.....	33
4.2	Instrumentation	33
4.2.1	Basic components	33
4.2.1.1	Sample nebulisation	34
4.2.1.2	Plasma torch	35
4.2.1.3	Interface and ion optics	36
4.2.1.4	Ion filter (ion analyser).....	38
4.2.1.5	Ion detector	38
4.2.2	Spectral interference in ICP-MS	39
4.2.2.1	Isobaric overlap.....	39
4.2.2.2	Polyatomic ions.....	40
4.2.2.3	Oxide ions	40
4.2.2.4	Doubly charged ions	41
4.2.2.5	Spectral interference elimination methods	41
4.2.3	Non-spectral interference	42
4.3	Working with the Elan DRC-e ICP-MS instrument.....	42
4.3.1	Controls.....	42
4.3.1.1	Samples	44
4.3.1.2	Dataset.....	45
4.3.1.3	RealTime	45
4.3.1.4	CalibView	46
4.3.1.5	RptView	46
4.3.1.6	SmartTune.....	47
4.3.1.7	Instrument	47
4.4	Instructions for laboratory task	48
4.4.1	Preparation of calibration solutions	48
4.4.2	Mineralisation of biological samples and rocks.....	49
4.4.3	Putting the instrument into operation and basic optimisation of the PE Elan DRC-e	49
4.4.4	Determination of trace elements in biological and rock samples.....	54
4.4.5	Tasks	56
4.5	Instructions for drawing up the protocol.....	56
4.6	Control questions	57

5	SPECIATION ANALYSIS OF ARSENIC IN BIOLOGICAL SAMPLES BY HPLC-ICP-MS	58
5.1	General.....	58
5.2	Instrumentation	59
5.3	Working with HPLC-ICP-MS.....	60
5.4	Instructions for laboratory task	62
5.4.1	Reagents and stock solution.....	62
5.4.1.1	Solutions of arsenic species.....	62
5.4.1.2	Mobile phase for chromatographic separation of arsenic species	62
5.4.1.3	Other solutions and reagents	62
5.4.2	Sample extraction.....	63
5.4.3	Determination of the total arsenic concentration	63
5.4.4	Speciation analysis of arsenic using the HPLC-ICP-MS.....	63
5.4.4.1	Calculation of peak areas	65
5.5	Instructions for drawing up a protocol.....	66
5.6	Control questions	66
6	DETERMINATION OF ELEMENTS USING X-RAY FLUORESCENCE SPECTROMETRY.....	67
6.1	General.....	67
6.1.1	X-ray radiation, its origin and interaction with matter.....	67
6.1.2	X-ray fluorescence spectrometry	69
6.2	Instrumentation	71
6.3	Working with the Spectroscan U desktop instrument.....	74
6.3.1	Characteristics.....	74
6.3.2	Control of the instrument.....	75
6.3.2.1	Switch on the device and start the software	75
6.3.2.2	Working with Spectroscan software.....	75
6.4	Working with the X-Met 5110 handheld instrument	79
6.4.1	Characteristics.....	79
6.4.2	Control of the Instrument.....	80
6.4.2.1	Switch on the device and start the software	80
6.4.2.2	Working with X-MET software	80
6.4.3	Principles of work safety	82
6.5	Instructions for laboratory task	85
6.5.1	Desktop Spectroscan U instrument.....	85
6.5.2	Handheld X-Met 5100 instrument	85
6.6	Instructions for drawing up a protocol.....	86
6.7	Control questions	86
7	REFERENCES	87