



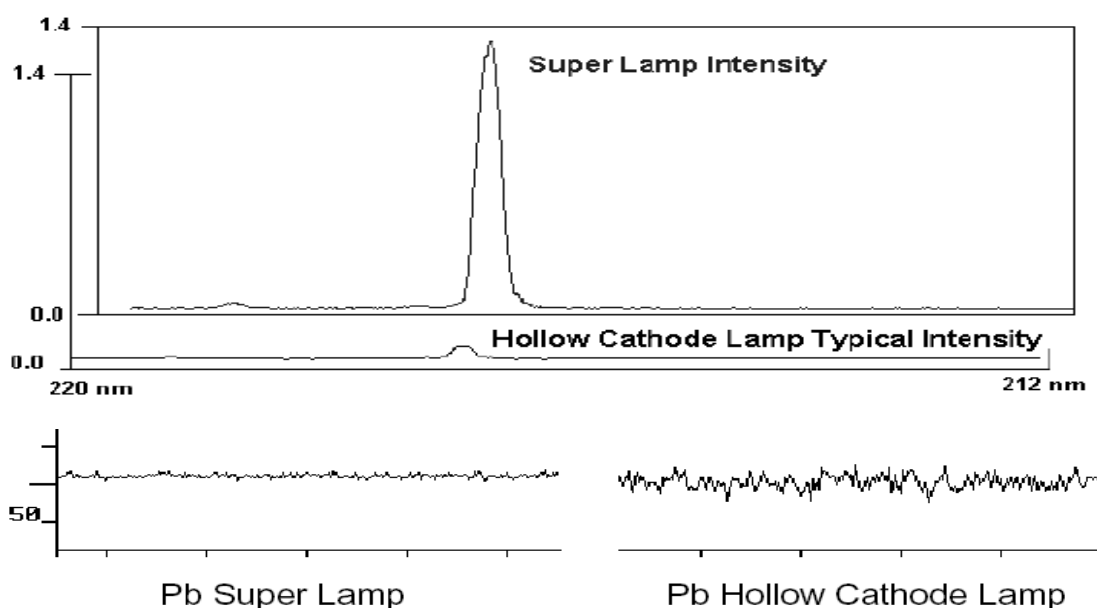
Demonstrace výkonnosti AA spektrometrů GBC Avanta

Část 1. Atomizace v plameni – vliv použití Superlamp

Superlamps jsou jedním z typů tzv. „boosted“ výbojek, prošly však ze všech nabízených typů nejdelším vývojem (prvotní myšlenka pochází od prof. Walshe – otce AAS) a v současné době jsou rutinně používány již déle jak deset let pro širokou škálu prvků.

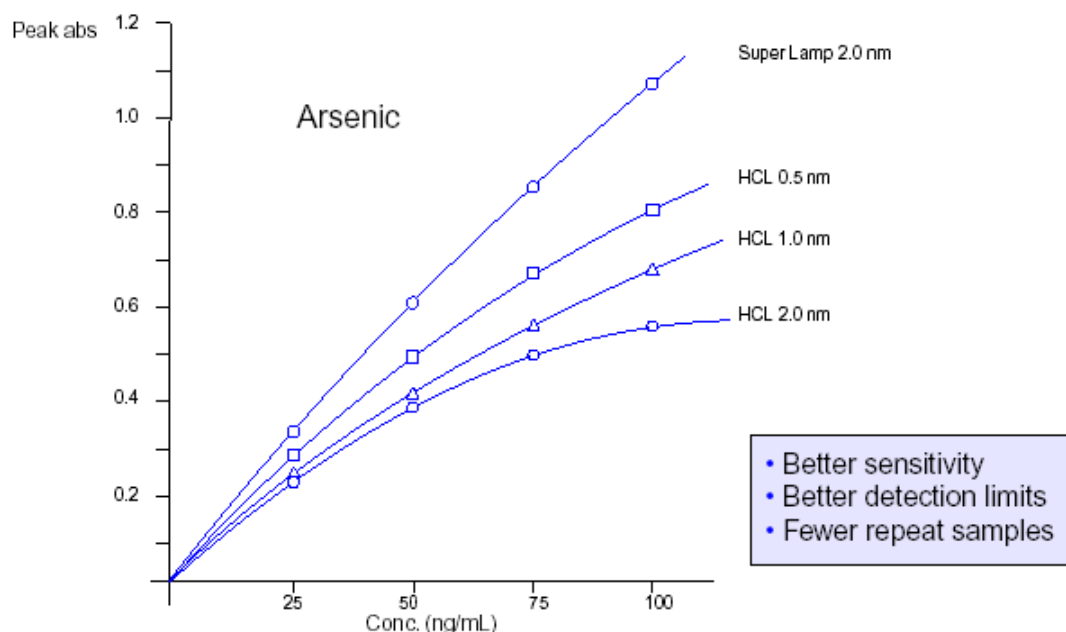
Výhody oproti klasickým výbojkám s dutou katodou jsou v mnohonásobně vyšší intenzitě záření – 10x až 60x (obr. 1) a užších čarách. Výhody oproti EDL nebo jiným typům „boosted“ výbojek je stále ještě větší intenzita záření (3 až 10x), širší spektrum prvků a lepší životnost.

Obr. 1 Porovnání intenzity a šumu SuperLampy a standardní HCL pro Pb 217.0 nm



Výsledný efekt pro analýzu je v tom, že na jedné straně dochází ke zlepšení DL (v některých případech až 10x) a na straně druhé i ke zlepšení linearit kalibrací a mírnému zlepšení citlivosti. Ukázka kalibračních závislostí As na čáře 193.7 nm při atomizaci v plameni je na obrázku 2. Tento případ demonstruje vliv šířky štěrbině a šířky spektrální čáry na linearitu a citlivost kalibrace. Při normální analýze s HCL (výbojka s dutou katodou) je nutné použít šířku štěrbině 0.5 nm, protože jen tehdy dostáváme akceptovatelnou linearitu kalibrace, dochází ale současně k velkému zhoršení detekčních limitů – velké ztráty záření na štěrbině monochromátoru. U Superlamps můžeme použít spektrální interval 2.0 nm (4x větší vstup světla než u štěrbině 0.5 nm) a přesto je linearita výrazně lepší. Vliv na detekční limit je evidentní – Superlampa As poskytuje cca. 12 až 15x větší intenzitu záření, ve spojení se širší štěrbinou je pak výrazně nižší šum a tím lepší DL.

Obr.2 Ukázka kalibračních závislosti As na čáře 193.7 nm při atomizaci v plameni.



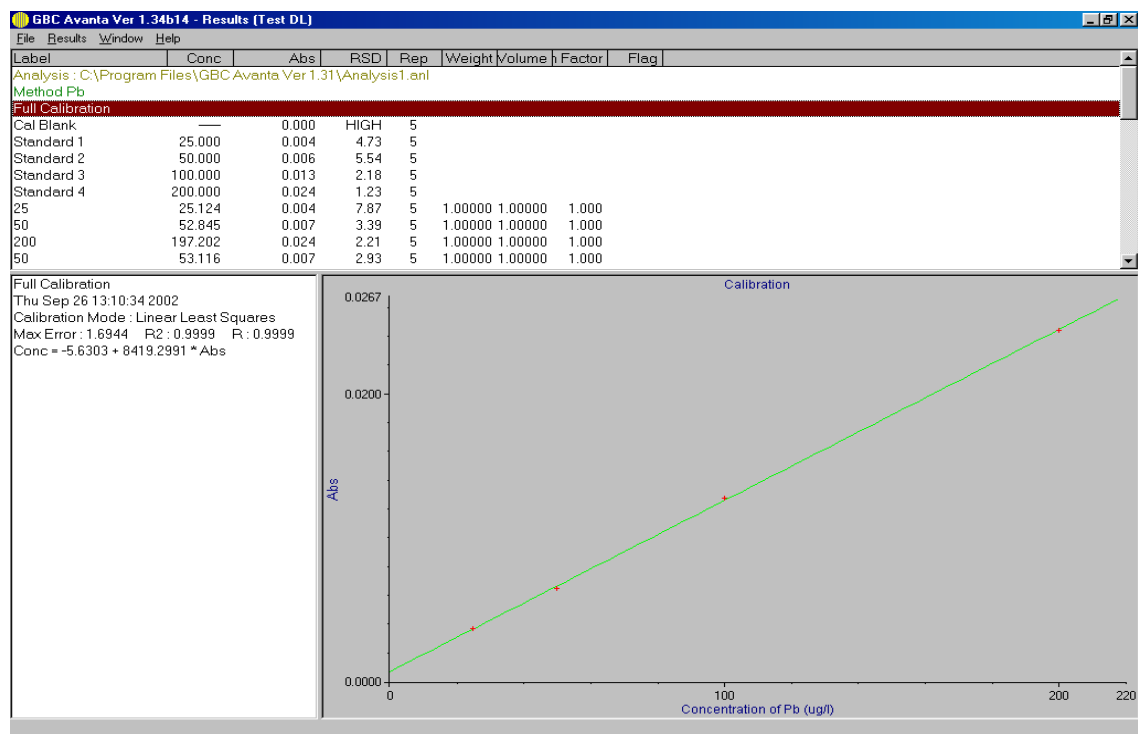
Následující obrázky jsou „Hardcopy“ software spektrometru Avanta a prezentují kalibrační závislosti a zpětně naměřená data modelových roztoků.

Analýza Pb na čáře 217.0 nm.

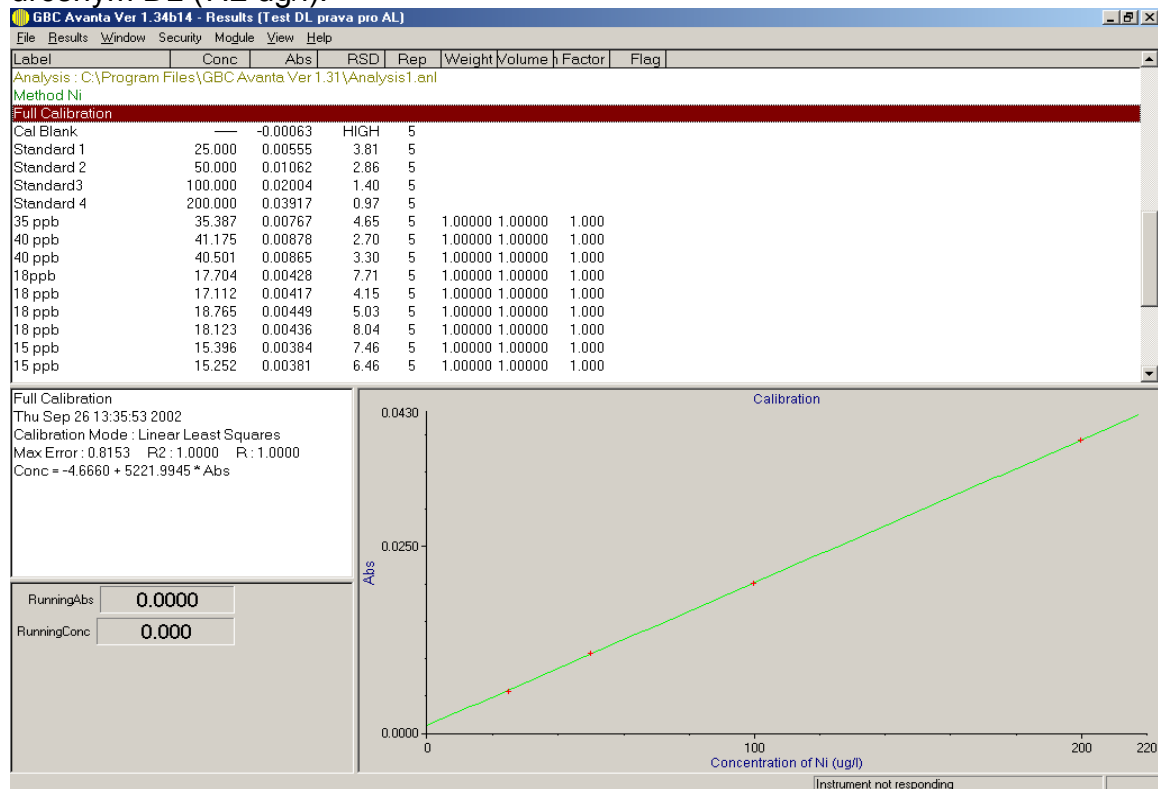
Tato čára je nejcitlivější dostupnou čarou pro olovo, není však vždy využívána vzhledem k vyššímu šumu oproti čáře 283.3 nm. Při použití Superlampy (má cca. 50x vyšší intenzitu než standardní lampa Pb) je tento problém eliminován.

Následující obrázek ukazuje kalibraci pro Pb na čáře 217.0 nm a pro 5 x 3s integraci, tedy běžně používané parametry analýzy, kdy doba měření jednoho vzorku je 15 s. Je vidět, že při zpětném měření standardů o koncentraci 25, 50 a 200 ug/l je odchylka velmi nízká a je dána spíše chybou proložení, než nereprodukovatelností měření. Reprodukovatelnost ukazuje opakované měření 50 ug/l, kde relativní odchylka byla pouze 0.5%.

Obr. 3 Kalibrační závislost pro Pb na čáře 217.0 nm. Hardcopy obrazovky software – původní data chráněná softwarem (není možné je editovat).



Další obrázek demonstruje měření Ni za optimalizovaných podmínek a s použitím Superlampy. Byly připraveny standardy 15, 18, 36 a 40 ug/l, které byly zpětně měřeny. Z prezentovaných výsledků opět vyplývá, že se jedná o měřitelné obsahy, měření má dobrou stabilitu (viz. opakovaná měření) a odpovídá reálně určeným DL (7.2 ug/l).



Z prezentovaných výsledků vyplývá, že použití Superlamp přináší celou řadu významných výhod i v případě plamenové AAS. Zejména dochází ke snížení DL, což v řadě případů umožňuje eliminaci elektrotermické atomizace. Zvýšení linearit kalibrací pak rozšiřuje pracovní rozsah kalibrací a zejména rozšiřuje oblast, kde je použitelná metoda standardních přídavek. Tato vlastnost je sice podstatně důležitější v případě AAS s elektrotermickou atomizací, ale u nejnovějších systémů firmy GBC je možná automatizace metody standardních přídavek i v plameni a tím snadná kontrola interferenčních efektů u matričně komplikovaných vzorků.

Přehled průměrných DL dosažených na posledních čtyřech instalovaných systémech Avanta přináší tabulka 1. DL byly určeny jako 3s koncentrace blízké DL (konvence IUPAC).

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

Superlampsy jsou dostupné i pro Cd, Mn, Zn, v našem testu jsme je ale neměli k dispozici. Z našich starších testů se Superlampou pro Cd a Zn vyplývá zejména výrazný vliv na linearitu kalibrací.

Závěr: *Superlampsy jsou výrazným přínosem, v případě, že spektrometr je vybaven interním PC řízeným zdrojem Superlamp (provádí vždy automatickou justaci poměru žhavicích proudů), je práce se Superlampami prakticky ekvivalentní náročnosti práce se standardními HCL, dosažené výsledky již ale ekvivalentní nejsou – jsou výrazně lepší.*