

ATOMOWA SPEKTROMETRIA ABSORPCYJNA Z ATOMIZACJĄ W PŁOMIENIU

dr hab. Barbara Wagner: barbog@chem.uw.edu.pl,
dr Anna Ruszczyńska: aruszcz@chem.uw.edu.pl

Instrukcja wykonania opisu

Każdy student przygotowuje swój opis ćwiczenia indywidualnie.

1. Proszę sformułować **cel analityczny** ćwiczenia, np. *Oznaczanie całkowitej zawartości magnezu w ekstraktach roślinnych.*
2. Proszę przedstawić krótką charakterystykę metody instrumentalnej i cechy przyrządu: nazwa, zasada działania, główne elementy budowy przyrządu (schemat z uszczegółowieniem układu wprowadzania próbki, atomizera, stosowanych gazów)
3. **Krzywa wzorcowa (kalibracyjna).** Proszę przedstawić na wykresach zależność sygnału analitycznego (w postaci absorbancji, A) od stężenia oznaczanego pierwiastka w roztworach wzorcowych – wykreślić krzywą wzorcową, opisać ją **równaniem** ($y=ax+b$) i **współczynnikiem liniowości** (R^2). Jeżeli punkty są wynikiem z kilku powtórzeń, proszę umieścić słupki błędów (SD). Obok wykresu należy umieścić **tabelę** z zarejestrowanymi sygnałami dla ślepej próbki (woda dejonizowana) i kolejnych wzorców o wzrastających stężeniach oraz wyliczonymi średnimi i odchyleniami standardowymi (SD) lub precyzją (RSD, względne odchylenie standardowe w %).
4. Proszę umieścić tabelę z zarejestrowanymi wynikami dla mierzonych próbek: ślepej próbki (10 powtórzeń), materiałów odniesienia z certyfikowaną zawartością oznaczanego pierwiastka i próbek (zwykle 3 do 5 powtórzeń). Dla każdej próbki proszę podać średnią i błąd metody pomiarowej w postaci SD i/lub RSD. **Proszę pamiętać o właściwych jednostkach** – jeżeli dane zebrano w postaci sygnału analitycznego, to należy przeliczyć wyniki z równania krzywej na jednostkę stężenia (mg/L). Podobnie w przypadku SD, które podaje się w tej samej jednostce co średnią, a RSD w %. Proszę pamiętać o rozcieńczeniu próbek (o ile były rozcieńczane) i uwzględnić krotność rozcieńczenia w ostatecznych wynikach. I tak przy stukrotnym rozcieńczeniu próbki, otrzymany wynik w mg/L mnożymy razy 100, podobnie z SD – też mnożymy $\times 100$, tylko RSD się nie zmienia.
5. Proszę policzyć i wypisać takie parametry analityczne jak: **granica wykrywalności**, **granica oznaczalności** (należy napisać jakim sposobem zostały wyznaczone granice oraz pamiętać przedstawić je w mg/L), **zakres pomiarowy** metody (też w jednostkach stężenia), **czułość**, **odzysk** dla materiału odniesienia (podany w %).

6. **Metoda dodatku wzroca.** Proszę narysować prostą dla próbki i dla próbki z dodatkiem wzroca (ewentualnie dla drugiego dodatku wzroca, jeżeli dotyczy). Należy graficznie wyznaczyć stężenie w próbce (przecięcie prostej z osią x) oraz policzyć stężenie z równania wyznaczonej krzywej. Proszę pamiętać żeby pliczyć także SD lub RSD – tu pomiary też były kilkukrotne.
7. Proszę przedstawić tabelę zbiorczą z wynikami w postaci średniej oraz SD lub RSD oraz z wyliczoną różnicą pomiędzy wartościami uzyskanymi metoda krzywej i dodatku wzroca, a tymi przedstawionymi na etykietach próbek.
8. Proszę **podsumować i skomentować** uzyskane wyniki. Wymienić dostrzeżone **zalety** zastosowanej metody pomiarowej, ale także krytycznie wspomnieć o możliwych jej **ograniczeniach** w przypadku prowadzonego badania. Proszę o zwrócenie uwagi, czy otrzymane wyniki są powyżej obliczonych granic, czy są w zakresie pomiarowym metody, czy i jak bardzo różnią się od siebie (krzywa i dodatek) oraz od wyników z etykiet oraz czy badanie można uznać za ważne – proszę uzasadnić, a jeżeli nie, to zaproponować inną metodę pomiarową lub inne działanie analityczne.