**Лабораторна робота № 1 (тема 16)**

**Пробопідготовка рідких та твердих проб до рентгенофлуоресцентного аналізу**

Мета роботи: отримати навички підготовки зразків водних розчинів металів шляхом їх упарювання на полімерній плівці для подальшого рентгенофлуоресцентного аналізу.

Реактиви та матеріали: стандартні розчини металів Cu, Cd, Zn, Sr (1 г/дм3); діафрагми для рентгенофлуоресцентного аналізу, полімерна плівка Mylar.

Обладнання: мікродозатор 5-50 мкл, ІЧ-лампа, штатив.

**Порядок виконання роботи**

1. Підготувати 6 діафрагм із закріпленою полімерною плівкою для РФА.
2. З використанням мікродозатора приготувати 3 зразка, що містять по 10, 20 и 40 мкг кожного з двох металів (Cu-Cd или Zn-Sr).
   1. розташувати 3 діафрагми під вимкненою ІЧ-лампою;
   2. послідовно нанести на кожну з діафрагм по 10, 20 та 40 мкл розчину одного з металів (за вибором викладача);\*
   3. послідовно нанести на кожну з діафрагм по 10, 20 та 40 мкл розчину іншого металу (за вибором викладача);
   4. ввімкнути ІЧ-лампу та висушувати проби до повного видалення вологи.
3. Аналогічним чином приготувати 3 паралельних зразка для наступного аналізу шляхом упарювання 50 мкл розчину, що видає викладач.
4. Після закінчення робіт за пп. 1-3 отримані зразки розмістити під скляним ковпаком або в чашках Петрі.

\* При нанесенні уникати контакту розчину з діафрагмою і забезпечити кількісний перенесення розчину з Мікродозатори на полімерну плівку

**Лабораторна робота № 2 (тема 17)**

**Якісний аналіз методом рентгенофлуоресцентної спектрометрії з енергетичною дисперсією**

Мета роботи: навчитись проводити якісний аналіз зразків методом рентгенофлуоресцентної спектрометрії з енергетичною дисперсією.

Обладнання: рентгенофлуоресцентний спектрометр Elvax Light.

**Порядок виконання роботи**

1. Ввімкнути спектрометр і керуючий комп’ютер та запустити програмне забезпечення спектрометра.
2. Після виходу спектрометра на режим за допомогою програмного забезпечення провести енергетичну калібровку спектрометра.
3. Розташувати в камері спектрометра зразок, виданий викладачем. В програмному забезпеченні спектрометра вибрати метод «Default» та встановити такі параметри проведення вимірювань:
   * прискорююча напруга – 45 кВ;
   * спосіб на бору спектра – звичайний;
   * час набору – 100 секунд «живого» часу.
4. Провести набір спектру.
5. За допомогою програмного забезпечення спектрометра в ручному режимі ідентифікувати піки, присутні в спектрі, та віднести їх до певних елементів, вказуючи серії ліній.
6. Зробити висновок щодо якісного складу зразка.

**Лабораторна робота № 3 (тема 18)**

**Кількісний аналіз методом рентгенофлуоресцентної спектрометрії з енергетичною дисперсією**

Мета роботи: навчитись проводити кількісний аналіз зразків методом рентгенофлуоресцентної спектрометрії з енергетичною дисперсією.

Обладнання: рентгенофлуоресцентний спектрометр Elvax Light.

**Порядок виконання роботи**

1. Ввімкнути спектрометр і керуючий комп’ютер та запустити програмне забезпечення спектрометра.
2. Після виходу спектрометра на режим за допомогою програмного забезпечення провести енергетичну калібровку спектрометра.
3. За допомогою програмного забезпечення створити власний метод вимірювань та дати йому назву «Метал1-Метал2», де замість слів «Метал» використати символи елементів, що присутні в пробах, отриманих під час виконання лабораторної роботи № 1 (наприклад, «Cu-Cd»).
4. В створеному методі встановити такі параметри проведення вимірювань:
   * прискорююча напруга – 45 кВ;
   * спосіб на бору спектра – звичайний;
   * час набору – 100 секунд «живого» часу.
5. В методі ввести інформацію про градуювальні зразки: назву та концентрації елементів (лабораторна робота № 1).
6. Виконати вимірювання градуювальних зразків та зберегти отримані спектри.
7. За допомогою програмного забезпечення спектрометра отримати градуювальні залежності для кожного з двох елементів.
8. Провести вимірювання трьох паралельних зразків (п.3 лабораторної роботи № 1).
9. Розрахувати середні значення концентрацій елементів та довірчий інтервал (P = 0,95).

**Лабораторна робота № 4 (тема 19)**

**Приготування багатоелементних стандартних розчинів**

Мета роботи: отримати навички приготування багатоелементних розчинів для побудови градуювальних залежностей в методі ICP-AES.

Реактиви та матеріали: вода бідистильована, стандартні розчини елементів (1 г/дм3), мірні колби.

Обладнання: набір мікродозаторів з діапазоном 1-1000 мкл.

**Порядок виконання роботи**

1. Кожен із студентів отримує персональну задачу із приготування багатоелементного розчину, що містить Na, K, Ca, Mg, Fe, P, об’ємом 100 см3.
2. Скласти план виконання роботи.
3. Виходячи із заданої концентрації кожного з елементів, приготувати проміжні розчини з використанням не більше одного розведення.
4. Приготувати кінцевий багатоелементний розчин об’ємом 100 см3.

**Лабораторна робота № 5 (тема 20)**

**Мікрохвильова підготовка проб**

Мета роботи: отримати практичні навички застосування системи мікрохвильового розкладання для розчинення проб різної природи.

Реактиви та матеріали: вода бідистильована, неорганічні кислоти.

Обладнання: – система мікрохвильового розкладання проб MDS 2000 (CEM Corp.), ваги аналітичні.

**Порядок виконання роботи**

1. В залежності від матеріалу, запропонованого для розкладання, вибрати кислоту (або суміш кислот).
2. Скласти програму мікрохвильового розкладання.
3. Зважити та перенести пробу і реагенти в судини для розкладання.
4. Встановити судини в мікрохвильову піч і виконати програму розкладання.
5. Охолодити судини і переконатися в повному розкладанні проби.
6. На підставі результатів візуальної оцінки зробити висновок про правильність вибору реагентів і умов розкладання.

**Лабораторна робота № 6 (тема 21)**

**Багатоелементний аналіз водних розчинів методом ICP-AES**

Мета роботи: отримати практичні навички проведення кількісного аналізу методом ICP-AES.

Реактиви та матеріали: вода бідистильована, лабораторні стакани, мірний посуд.

Обладнання: – атомно-емісійний спектрометр з індуктивно-зв’язаною плазмою TRACE SCAN Advantage.

**Порядок виконання роботи**

1. Підготувати спектрометр до роботи згідно з інструкцією для приладу.
2. Завантажити в програмному забезпеченні спектрометра метод Lab6 та за необхідності внести зміни до переліку стандартів та відповідних концентрацій елементів (використовуються розчини, приготовлені при виконанні лабораторної роботи № 4).
3. Виконати вимірювання стандартів та побудувати градуювальні залежності. Розрахувати межу виявлення для кожного з елементів.
4. Провести аналіз зразка природної води не менш як з трьома репліками. В разі перевищення знайдених концентрацій за будь-яким з елементів, провести розбавлення проби та повторити аналіз.