

Izotachoforéza (ITP)

Pracovný návod:

Izotachoforetický analyzátor pozostáva z kolóny, elektród, zdroja vysokého napätia, vodivostného detektora a riadiacej jednotky.

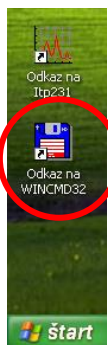
1) Príprava separačnej jednotky. (LABORANTKA)

Dávkovací kohút v polohe 1. 

- Upravenou polyetylénovou striekačkou vysajeme vodu z nádoby pre vodiaci elektrolyt (LE) a vypustíme nádobku so zakončujúcim elektrolytom (TE).
- Elektrolytové nádoby naplníme príslušnými elektrolytmi (TE – horná nádoba, LE – spodná nádoba).

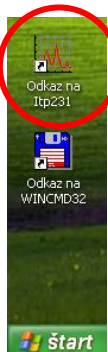
2) Pomocou striekačky **naplníme kolónu vodiacim elektrolytom** (V SYSTÉME SA NESMÚ NACHÁDZAŤ VZDUCHOVÉ BUBLINY!!!)

3) **Zapneme počítač.** Cez program Windows Comander otvoríme c:/Program Files/itp/Data a **vytvoríme nový priečinok** (cez F7), kde si budeme ukladať jednotlivé záznamy.

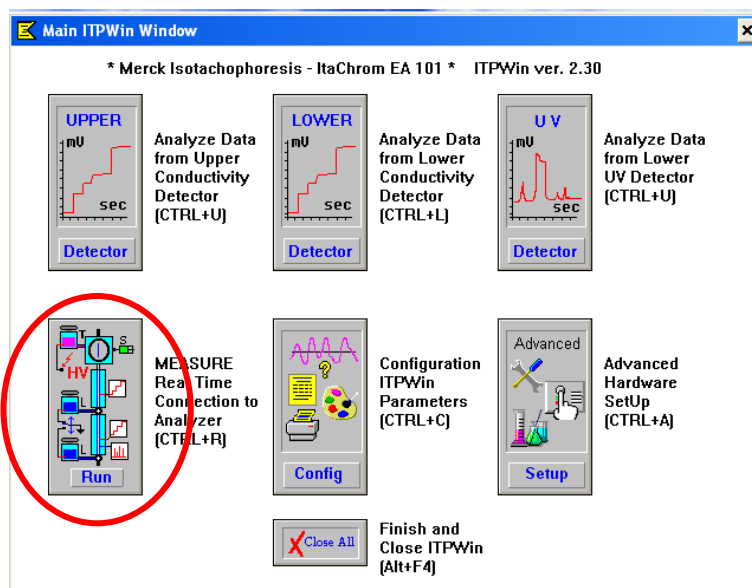


4) **Zapneme ITP analyzátor** tlačidlom ON/OFF.

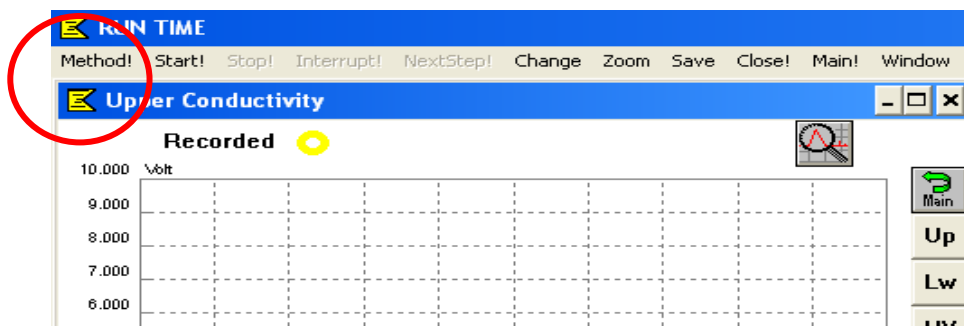
5) V počítači **otvoríme program ITP231.**



- Stlačíme **RUN**.



- Cez METHOD vyberieme metódu „vody“ (prednastavená)
Anionický režim separácie.



krok	čas	prúd	Komparácia (10mV)	detekcia
1	200	250	-	-
2	2000	250	50	-
3	50	250	-	áno

Krok 1 – čas, počas ktorého sa neukladá záznam

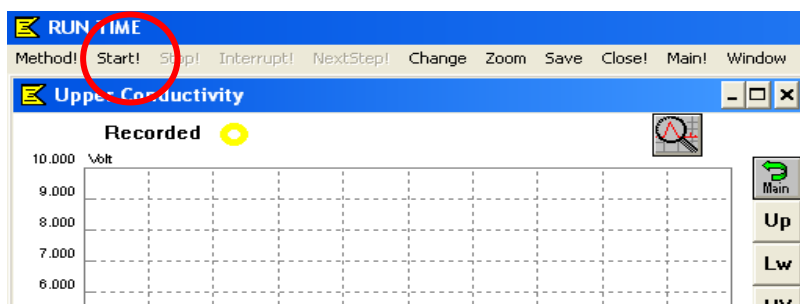
Krok 2 – komparačný krok (čas prepínania do kroku 3 – v mieste migrácie požadovanej zóny analytu)

Krok 3 – čas, počas ktorého sa ukladajú dáta (+ 50s pred komparáciou)

6) **Dávkovací kohút v polohe 1.**

- Pomocou striekačky **naplníme kolónu vodiacim elektrolytom** (V SYSTÉME SA NESMÚ NACHÁDZAŤ VZDUCHOVÉ BUBLINY!!!)
- **Dávkovač naplníme** zakončujúcim elektrolytom (pre kontrolu čistoty operačného systému, resp. **vzorkou** v ďalších meraniach).
približne 2 kvapky/0,2 ml

POZOR!!! Pri plnení kapiláry a dávkovaní vzorky musí byť dávkovací kohút vždy v polohe 1  POZOR!!! (Ak študent zabudne vrátiť dávkovací kohút do polohy 1 a vodiaci elektrolyt sa dostane do nádoby so zakončujúcim elektrolytom je potrebné nádobku vypustiť, premyť deionizovanou vodou a opäť naplniť zakončujúcim elektrolytom)

7) **Otočíme dávkovací kohút z polohy 1, cez medzipolohu** (v ktorej vykvapkajú 2-3 kvapky zakončujúceho elektrolytu - plynulé pomalé otáčanie dávkovacieho kohúta) **do pracovnej polohy** 8) Stlačíme **START**.

Môže sa objaviť hlásenie „Lower detector is out of range“, „Method not in system“, „Impossible to start“ – stlačíme **ANO/ENTER**

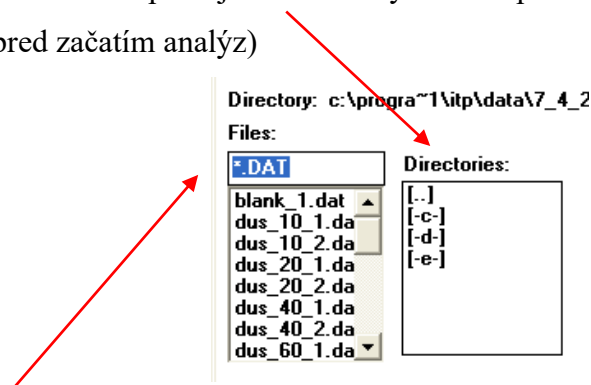
Separáčnou jednotkou začne tiecť prúd (príslušné napätie vidíme na zdroji napätia – na začiatku analýzy – približne 1 kV) a prebehne analýza. (analýza sa automaticky vypne po dobehnutí nastaveného času, alebo sa môže vypnúť manuálne cez tlačidlo **STOP**)

9) **Po skončení analýzy otočíme dávkovací kohút do polohy 1** !!! (NUTNÉ ABY SA PRI NÁSLEDNOM PLNENÍ KOLÓNY NEDOSTAL VODIACI ELEKTROLYT DO NÁDOBKY ZAKONČUJÚCEHO ELEKTROLYTU!!!)

10) Pred každou ďalšou analýzou opakujeme kroky 6-9.

Ukladanie záznamov:

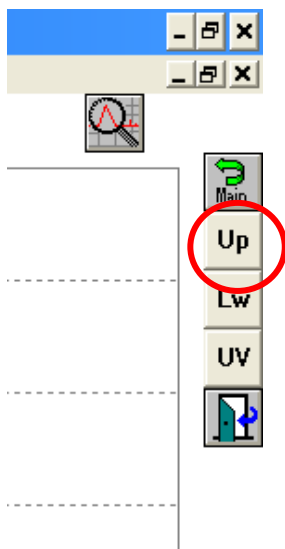
- Vytvorenie priečinku v c:/program Files/itp/DATA
- Po skončení analýzy sa otvorí okno, či chceme uložiť dáta – stačíme ANO/YES
- Otvorí sa nové okno. V pravej časti okna vyberieme priečinok kam chceme dáta uložiť (vytvorený pred začatím analýz)



- V ľavej časti okna pomenujeme záznam - SAVE
- Popíšeme vzorku – OK

Prezeranie a vyhodnocovanie záznamov:

- V programe ITP231 stlačíme



- Otvorí sa nové okno
- Cez File – Open vyberieme v príslušnom priečinku daný záznam

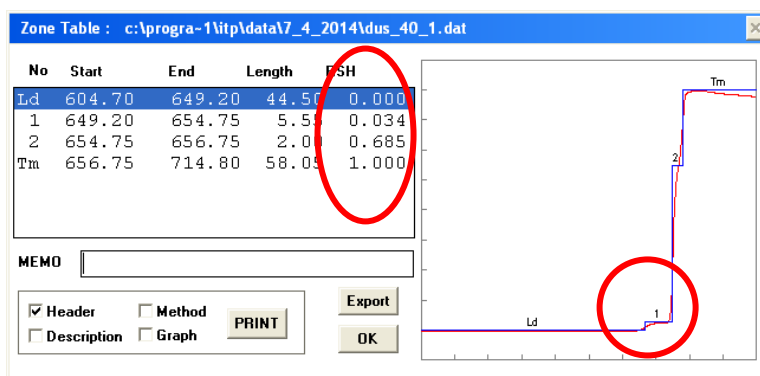
- Dĺžky zón zmeriame cez software



Zóna dusičnanov – prvá, zóna síranov – prvá pri štandarde, druhá ak sú prítomné aj dusičnany), treba sa riadiť kvalitatívnym parametrom, t.j. RSH hodnotou:

RSH pre dusičnany približne 0,03

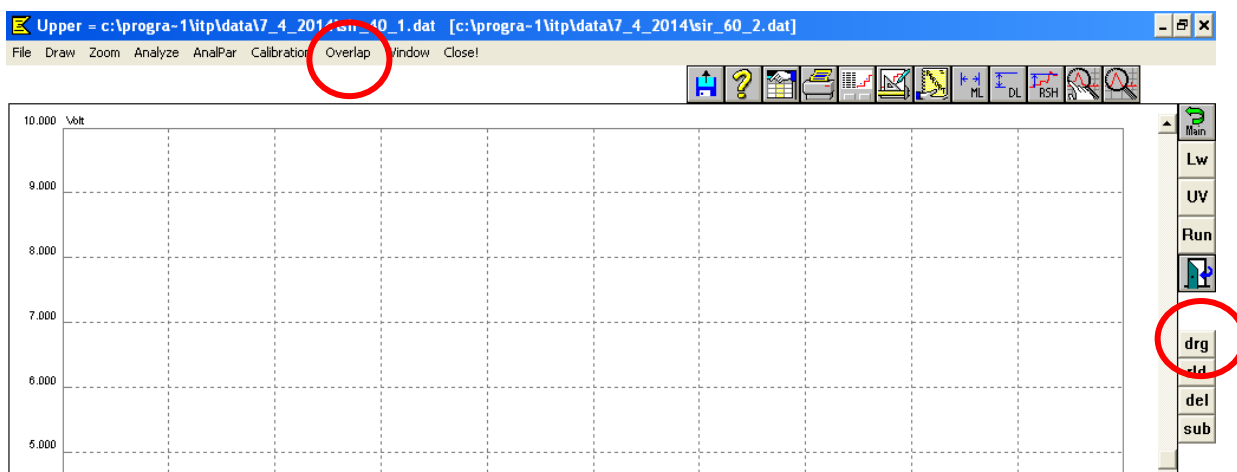
RSH pre sírany približne 0,08-0.1 v závislosti od analyzátora



Záznamy sa dajú zväčšovať



prekrývať (Overlap vybrať ďalší záznam) a posúvať (tlačidlo „drg“)



Cez tlačidlo „otáznik“ sa dá pozrieť komparačný čas



Analýzy:

1. Zmes farbičiek.
2. Farbička Berylon – nižšia koncentrácia, vyššia koncentrácia
3. Kalibračné roztoky dusičnanov / síranov
4. Vzorka(y) vody

Dĺžka jednej analýzy je cca 400 s.

Na konci dňa sa všetky nádobky a kapilára premyjú deionizovanou vodou (LABORANTKA).