Aplikační list: Stanovení As v energosádrovci dle firmy Bishof

Zadání: *Stanovení As v energosádrovci dle doporučení firmy Bishof. Určuje se jak vodorozpustná forma tak pseudototální obsah.*

Příprava vzorku:

1. Vodorozpustná forma: Naváží se 25 g energosádrovce v surové formě (přepočet na sušinu se provede až následně) a převede se do 500 ml destilované vody. Vzorek se přivede k varu, ochladí a zfiltruje na filtru s modrou páskou. Poté se do 100 ml odměrné baňky přidá 6 ml HCl p.p. a doplní se filtrátem vzorku.

Slepý pokus (Sample Blank) : spolu se vzorky se připravuje stejným postupem slepý pokus (stejný postup bez navážky sádrovce).

2. Pseudototální obsah: Naváží se 0,5 g energosádrovce v surové formě (přepočet na sušinu se provede až následně) a vaří se 150 ml destilované vody a 15 ml koncentrované HCl p.p. po dobu deseti minut. Následně se vzorek převede do 250 ml odměrné baňky, doplní po značku a zfiltruje na filtru s modrou páskou.

Slepý pokus (Sample Blank): spolu se vzorky se připravuje stejným postupem slepý pokus (stejný postup bez navážky sádrovce).

Stabilita vzorků: Vzorky připravené postupem pro vodorozpustnou formu vykazují velmi dobrou stabilitu a je možné je měřit i druhý den po přípravě. Vzorky pro pseudototální obsah vykazují horší stabilitu a je nutné je změřit v co nejkratší době po přípravě.

Příprava standardů:

Pro přípravu standardů použijte komerční standard s garantovaným obsahem 1 g/l As. Z tohoto standardu připravte zásobní roztok 10 mg/l. Standard s obsahem 0,1 mg/l připravte odpipetováním 1ml zásobního roztoku do 100 ml odměrné baňky s 6 ml HCl p. p. a doplňte destilovanou vodou po značku.

Životnost standardů: takto připravený standard má životnost minimálně jeden týden.

Parametry měření na přístroji GBC Avanta:

METHOD PROPERTIES

System Type	*Furnace*
Sample Introduction	*Automatic*
Sample Preparation	*Autocalc*

INSTRUMENT PARAMETERS

Lamp Current	*20 mA*
Wavelength	*188,6 nm*
Slit Width	*2 nm*
Slit Height	Normal
Background Correction	*On*

MEASUREMENT PARAMETRS

Measurement Mode	*Peak Area*
Time Constant	*0,5*
Replicates	*2*

CALIBRATION PARAMETERS

Calibration Mode	*Conc Least Squares*
Conc. Units	*mg/l*
Conc Decimal Places	*3*
Calibratin Failure On	*R Value*
Calibration Failure Limit	*0,950*
Calibration Failure Action	*Stop*
Zero Before Calibration	*Yes*
Zero Between Samples	*Yes*
Measure Sample Blank After Cal.	*No*
Auto Save Method After Cal.	*Yes*

QUALITY PARAMETERS

Second Fail Action	*Stop*
Range Checking	*On*
Minimum Sample Conc.	*0,005*
Low Sample Fail Action	*Continue*
Low Sample Flag	*POD*
Maximum Sample Conc.	*0,088*
High Sample Fail Action	*Continue*
High Sample Flag	*NAD*
Check Sample Conc.	*0,05*
Acceptable Range	*80 - 120 %*
Check Sample Fail Action	*Stop*
Check Sample Flag	*

SAMPLE PREP. PARAMETERS

Sample Volume	*20 ul*
Modif. Volume	*2 ul*
Aux. Modif. Volume	*0*
Total Volume	*22 ul*
Bulk Standards Conc.	*0,1*
Bulk Standards Position	*Std. 1*
Pickup Speed	*2 ul/s*
Dispense Speed	*4 ul/s*

GF PROGRAM

STEP	FINAL TEMP.	RAMP TIME	HOLD TIME	GAS TYPE
1	*50*	*20*	*5*	*None*
2 injection				
3	*230*	*10*	*15*	*Inert*
4	*250*	*10*	*15*	*Inert*
5	*800*	*10*	*5*	*Inert*
6 read	*800*	*0*	*2*	*None*
7	*2100*	*0,8*	*2*	*None*
8	*2500*	*1*	*2*	*Inert*

Postup analýzy:

V sekvenci vzorků (Sample Sequence) “Sádrovec” zvolte start kalibrací. Po kalibraci zvolte pro každou sérii vzorků příslušný slepý pokus (Sample Blank) a zadejte názvy vzorků. V sekvenci je zadána automatická rekalibrace po každých deseti vzorcích. Kalibrační standard 0,1 mg/l As nalijte do nádobky autosampleru a vložte do pozice vyznačené v poznámkách k metodě.

V oddílu analýza si zvolte jméno metody Bishof As.mth a zadejte název souboru kam chcete uložit výsledky. Po zadání těchto parametrů stlačte ikonu Start a spektrometr automaticky vykoná analýzu.

Validace metody:

Správnost této metody byla validována pomocí metody standardního přídavku a další metodou - AAS s hydridovou technikou.

Rozdíly mezi metodami na úrovni spolehlivosti alfa=0,05 nebyly statisticky významné.

Dlouhodobá validace metody ve vlastní laboratoři:

Doporučuje se používat pravidelnou analýzu vnitřního standardu a sestavování regulačního diagramu, protože analýza As v energosádrovci je velmi náročná. Přípravu vnitřního standardu doporučujeme provést v součinnosti s dalším externím pracovištěm.

Možné problémy:

Pozor na problémy s čistotou kyseliny. V takových případech je nutné použít kyselinu čistoty Suprapure.

Špatně seřízený autosampler, kapilára musí být nastavena na výšku cca 1 mm nad platformu.

Kapilára autosampleru je kontaminována povrchově aktivními látkami. V tomto případě použijte k vyčištění ethanol, např následujícím postupem: Do pozice autosampleru 40 vložte nádobku s ethanolem. Klepněte na ikonu Instrument a pravým tlačítkem myši na obrázek napájecího zdroje elektrotermické atomizace. V nabídce, která se objeví zvolte Manual Control Furnace a zde zadejte pozici autosampleru Sample No 40 a stlačením Pickup Sample naplníte objem zvolený v Pickup Volume. Doporučujeme objem 50. Poté stlačte Pal Rinse a kapilára bude propláchnuta vodou ze zásobníku. Tuto operaci opakujte nejméně třikrát.

Na začátku kroku termické úpravy se ozve prsknutí, vzorek stále drží krystalovou vodu. Je nutné zvednout teplotu druhého kroku sušení o 10°C a prodloužit tento krok o 10 s.

Pozor: metoda používá Superlampu a vlnovou délku 188,6 nm, kvůli eliminaci vlivu Al na běžně používaných čarách. Při 188,6 nm musí být dokonale vyčištěná vstupní okénka optiky a hlavice atomizátoru!