Aplikační list: Stanovení K v energosádrovci dle firmy Bishof

Zadání: *Stanovení K 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. Pozor: je nutné dodržet to, že vzorek se pouze přivede k varu, nesmí se delší dobu vařit. Jestliže dojde k prodloužení varu, dochází vždy ke zkreslení vodorozpustného obsahu draslíku! 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 K. Z něj si připravte 100 ml zásobního roztoku o koncentraci 10 mg/l. Standardy s obsahem 1, 0,8, 0,5, 0,3 a 0,1 mg/l připravíte napipetováním 10, 8, 5, 3 a 1 ml zásobního roztoku do 100 ml odměrné baňky, přidáte 6 ml HCl p.p. a doplníte destilovanou

vodou po značku. Spolu se standardy se připravuje slepý pokus stejným postupem, pouze bez pipetování komerčního standardu.

Životnost standardů: takto připravené standardy mají životnost minimálně jeden týden.

Parametry měření na přístroji GBC Avanta:

METHOD PROPERTIES	
System Type	*Flame - **Emission Mode***
Sample Introduction	*Manual*
INSTRUMENT PARAMETERS	
Lamp Current	*10 mA*
Wavelength	*766,5 nm*
Slit Width	*0,5 nm*
Slit Height	*Normal*
Background Correction	*Off*
MEASUREMENT PARAMETRS	
Measurement Mode	*Integration*
Read Time	*1 s*
Time Constant	*0,4*
Replicates	*5*
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	*No*
Measure Sample Blank After Cal.	*No*
Auto Save Method After Cal.	*Yes*

QUALITY PARAMETERS	
Second Fail Action	*Stop*
Range Checking	*On*
Minimum Sample Conc.	*0,02*
Low Sample Fail Action	*Continue*
Low Sample Flag	*Pod*
Maximum Sample Conc.	*1,1*
High Sample Fail Action	*Continue*
High Sample Flag	*Nad*
Check Sample Conc.	*0,5*
Acceptable Range	*80 - 120 %*
Check Sample Fail Action	*Stop*
Check Sample Flag	*
FLAME CONTROL PARAMETERS	
Flame Type	*Air - Acetylene*
Fuel Flow	*1,25 l/min*
Air Flow	*10,1 l/min*
Burner Angle	*90*

Postup analýzy:

V sekvenci vzorků (Sample Sequence) ”SádrovecII” 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. V případě většího počtu vzorků počítejte s tím, že přístroj Vás po každých deseti vzorcích vyzve k vložení rekalibračního standardu 0,5 mg/l K.

V oddílu analýza si zvolte jméno metody Bishof K emisně.mth a zadejte název souboru kam chcete uložit výsledky. Po zadání těchto parametrů provedete automatické zapálení plamene stisknutím žlutého tlačítka na spektrometru nebo stlačením ikony ze software. Po 5 minutách nutné stabilizace systému při stanovení K stlačte ikonu Start a spektrometr Vás bude automaticky vyzývat k vložení příslušného roztoku. Po ukončení analýzy před vypnutím přístroje proveďte dokonalé promytí vzorkovacího systému spektrometru 2 molární HCl (5 minut) a

následně destilovanou vodou (10 minut). Promytí systému je kritické zejména při stanovení pseudototálních obsahů.

Validace metody:

Správnost této metody byla validována pomocí metody standardního přídavku a další metodou - ICP OES spektrometrií. 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.

Mozné problémy:

Nedostatečná absorbance v důsledku zakrystalování dávkovací kapiláry způsobená nedostatečným proplachem nebo delší dobu stojícím vzorkem pro pseudototální obsahy.