Aplikační list: Stanovení Na v energosádrovci dle firmy Bishof

Zadání: *Stanovení Na 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 sodíku! Poté se do 100 ml odměrné baňky přidá 6 ml HCl p.p., 2 ml ionizačního pufru (1 g/l CsCl) 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. Do 100 ml odměrné baňky odpipetujte 2 ml ionizačního pufru a doplňte filtrátem vzorku po značku.

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 Na. Z něj si připravte 100 ml zásobního roztoku o koncentraci 10 mg/l. Standardy s obsahem 1,5, 1, 0,6, 0,4 a 0,1 mg/l připravíte odpipetováním 15, 10, 6, 4 a 1 ml zásobního roztoku do 100 ml odměrné baňky, přidáte 6 ml HCl p.p., 2 ml ionizačního pufru

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*
Sample Introduction	*Manual*
INSTRUMENT PARAMETERS	
Lamp Current	*5 mA*
Wavelength	*589,6 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	*4*
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.	*0,05*
Low Sample Fail Action	*Continue*
Low Sample Flag	*Pod*
Maximum Sample Conc.	*1,65*
High Sample Fail Action	*Continue*
High Sample Flag	*Nad*
Check Sample Conc.	*0,4*
Acceptable Range	*80 - 120 %*
Check Sample Fail Action	*Stop*
Check Sample Flag	*
FLAME CONTROL PARAMETERS	
Flame Type	*Air - Acetylene*
Fuel Flow	*1,20 l/min*
Air Flow	*10,1 l/min*
Burner Angle	*0*

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 0,4 mg/l Na.

V oddílu analýza si zvolte jméno metody Bishof Na.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 3 minutách nutné stabilizace systému při stanovení Na 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. V případě, že je používáno skleněné nádobí, hrozí problém s vyluhováním Na ze stěny u nových nádob.

Možné problémy:

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

Pro analýzu velmi nízkých koncentrací se doporučuje používat pouze plastové nádobí (nejlépe PTFE).

Při použití skleněného nádobí je třeba používat pouze nádobky dobře vyloužené 6 M HCl.