Aplikační list: Stanovení Si v energosádrovci dle firmy Bishof

Zadání: *Stanovení Si 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 naváží 0,5 g KCl p.a., 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. Poté se naváží 0,5 g KCl p.a. do 100 ml odměrné baňky a doplní filtrátem vzorku.

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 Si. Standardy s obsahem 200, 100, 50, 20 a 10 mg/l Si připravíte odpipetováním 20, 10, 5, 2 a 1 ml standardu 1g/ l do 100 ml odměrné baňky, přidejte 0,5 g KCl p.a., 6 ml HCl p. p. a doplňte 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 měsíc.

Parametry měření na přístroji GBC Avanta:

METHOD PROPERTIES	
System Type	*Flame*
Sample Introduction	*Manual*
INSTRUMENT PARAMETERS	
Lamp Current	*15 mA*
Wavelength	*251,6 nm*
Slit Width	*0,2 nm*
Slit Height	*Normal*
Background Correction	*On*
MEASUREMENT PARAMETRS	
Measurement Mode	*Integration*
Read Time	*2 s*
Time Constant	*0,8*
Replicates	*5*
CALIBRATION PARAMETERS	
Calibration Mode	*Conc Least Squares*
Conc. Units	*mg/l*
Conc. Decimal Places	*2*
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.	*1*
Low Sample Fail Action	*Continue*
Low Sample Flag	*POD*
Maximum Sample Conc.	*220*
High Sample Fail Action	*Continue*
High Sample Flag	*NAD*
Check Sample Conc.	*20*
Acceptable Range	*80 - 120 %*
Check Sample Fail Action	*Stop*
Check Sample Flag	*
FLAMECONTROLPARAMETERS	
Flame Type	*N_2O - Acetylene*
Fuel Flow	*4,80 l/min*
N_2O 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 20 mg/l Si.

V oddílu analýza si zvolte jméno metody Bishof Si.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 Si 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, protože analýza Si v energosádrovci je nutně zatížena horší dlouhodobou stabilitou analýzy („bohatý“ plamen acetylén - oxid dusný).

Možné problémy:

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

U vodorozpustné formy nesmí filtrát zůstat stát déle než jednu hodinu bez doplnění HCl. Doporučuje se provést tuto operaci ihned po ukončení filtrace. V některých případech může totiž docházet k vypadávání gelu kyseliny křemičité ve formě mikročástic a k jejich urychlené sorpci na stěny nádoby.

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

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