Aplikační list: Stanovení Mg v energosádrovci dle firmy Knauf

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

Příprava vzorku:

1. Vodorozpustná forma: Naváží se X g energosádrovce v přepočtu na 50 g sušiny a převede se do 1000 ml destilované vody. Vzorek se přivede k varu a vaří se přesně 10 minut, ochladí se a zfiltruje na filtru s modrou páskou. Poté se do 100 ml odměrné baňky přidá 12 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 1 g energosádrovce v surové formě (přepočet na sušinu se provede až následně) a vaří se 30 ml koncentrované HCl p.p. po dobu deseti minut. Následně se vzorek převede do 250 ml odměrné baňky, doplní po značku destilovanou vodou 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 Mg. Z tohoto standardu si připravte ředěním zásobní roztok 100 mg/l Mg. Standardy 15, 10, 5 a 1 mg/l připravte ze zásobního roztoku ředěním redestilovanou vodou do 100 ml odměrných baněk, vždy přidáme také 12 ml HCl p.p.. 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	*6 mA*
Wavelength	*202,6 nm*
Slit Width	*1 nm*
Slit Height	*Normal*
Background Correction	*On*
MEASUREMENT PARAMETRS	
Measurement Mode	*Integration*
Read Time	*1 s*
Time Constant	*0,5*
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.	*0,3*
Low Sample Fail Action	*Continue*
Low Sample Flag	*Pod*
Maximum Sample Conc.	*16,5*
High Sample Fail Action	*Continue*
High Sample Flag	*Nad*
Check Sample Conc.	*10*
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	*13,0 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 10 mg/l Mg.

V oddílu analýza si zvolte jméno metody Knauf Mg.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 Mg stlačte ikonu Start a spektrometr Vás bude automaticky vyzývat k vložení příslušného roztoku. Po ukončnení 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 standartního 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.

Možné problémy:

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

Špatně nastavené průtoky plynu (musí být velmi oxidační plamen) vedou ke vzniku interference způsobené vápníkem.