Aplikační list: Stanovení Ca v odpadních vodách

Zadání: *Stanovení Ca v odpadních vodách.*

Protože v případě odpadních vod se můžeme setkat s velmi širokým rozsahem koncentrací Ca, je analýza rozdělena do dvou metod: "Odpadní Ca vysoký" s rozsahem od 2 do 400 mg/l a "Odpadní Ca nízký", která má základní rozsah od 0,01 do 5 mg/l a při použití ABR do 50 mg/l.

Příprava vzorku:

Ihned po odběru vzorku do předem vyloužených plastových lahví (polyethylen, polypropylen, PTFE) se přidají 2 ml HNO_3 p.p. na 100 ml vzorku jako konzervační činidlo. Pozor: u odpadních vod s obsahem některých snadno hydrolyzovatelných prvků (Sn, Sb) se musí stabilizace provést jiným způsobem, např. přídavkem 12 ml HCl p.p., případně v kombinaci s komplexotvorným činidlem.

Slepý pokus (Sample Blank): spolu se vzorky se připravuje slepý pokus, který musí obsahovat stejný přídavek konzervačního činidla, tedy např. opět 2 ml HNO_3 p.p. na 100 ml vzorku. Pozor: musí být použita kyselina z jedné láhve. V případě použití kyseliny z více lahví musí být ke každé udělán samostatný slepý pokus.

Stabilita vzorků: Vzorky připravené tímto postupem jsou až na výjimky stabilní minimálně jeden týden.

Příprava standardů:

1. Metoda "Odpadní Ca nízký"

Pro přípravu standardů použijte komerční standard s garantovaným obsahem 1 g/l Ca. Z tohoto standardu připravte ředěním zásobní roztok o koncentraci 10 mg/l. Standardy s obsahem 5, 2, 1 a 0,1 mg/l připravíte napipetováním 50, 20, 10 a 1 ml zásobního standardu 10 mg/l do 100 ml odměrné baňky, přidáte 2 ml HNO_3 p.p. a doplníte redestilovanou vodou po značku. Stnadard 10, 20 a 40 mg/l pro ABR připravíte napipetováním 4, 2, a 1 ml komerčního standardu 1 g/l do 100 ml odměrné baňky, přidáte 2 ml HNO_3 p.p. a doplníte redestilovanou vodou do 100 ml.

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

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

2. *Metoda "Odpadní Ca vysoký"*

Pro přípravu standardů použijte komerční standard s garantovaným obsahem 1 g/l Ca. Standardy s obsahem 400, 200, 100, 50 a 10 mg/l připravíte napipetováním 40, 20, 10, 5 a 1 ml standardu 1 g/l do 100 ml odměrné baňky, přidáte 2 ml HNO_3 p.p. a doplníte destilovanou vodou do 100 ml. 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 (Odpadní Ca nízký):

METHOD PROPERTIES			
Overrange Sample Action	*Auto Burner Rotation*	**QUALITY PARAMETERS**	
System Type	*Flame*	Second Fail Action	*Stop*
Sample Introduction	*Manual*	Range Checking	*On*
INSTRUMENT PARAMETERS		Minimum Sample Conc.	*0,01*
Lamp Current	*10 mA*	Low Sample Fail Action	*Continue*
Wavelength	*422,7 nm*	Low Sample Flag	*POD*
Slit Width	*0,5*	Maximum Sample Conc.	*55*
Slit Height	*Normal*	High Sample Fail Action	*Continue*
Background Correction	*Off*	High Sample Flag	*NAD*
MEASUREMENT PARAMETRS		Check Sample Conc.	*1*
Measurement Mode	*Integration*	Acceptable Range	*80 - 120 %*
Read Time	*1 s*	Check Sample Fail Action	*Stop*
Time Constant	*0,5*	Check Sample Flag	*
Replicates	*5*	**FLAME CONTROL PARAMETERS**	
CALIBRATION PARAMETERS		Flame Type	*Air - Acetylene*
Calibration Mode	*Conc Least Squares*	Fuel Flow	*1,30 l/min*
Conc. Units	*mg/l*	Air Flow	*10,1 l/min*
Conc. Decimal Places	*3*	Burner Angle	*0*
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*		

Parametry měření na přístroji GBC Avanta (Odpadní Ca vysoký):

METHOD PROPERTIES	
System Type	*Flame*
Sample Introduction	*Manual*
INSTRUMENT PARAMETERS	
Lamp Current	*10 mA*
Wavelength	*239,9 nm*
Slit Width	*0,5*
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	*1*
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.	*2*
Low Sample Fail Action	*Continue*
Low Sample Flag	*POD*
Maximum Sample Conc.	*440*
High Sample Fail Action	*Continue*
High Sample Flag	*NAD*
Check Sample Conc.	*100*
Acceptable Range	*80 - 120 %*
Check Sample Fail Action	*Stop*
Check Sample Flag	*
FLAME CONTROL PARAMETERS	
Flame Type	*Air - Acetylene*
Fuel Flow	*1,37 l/min*
Air Flow	*10,1 l/min*
Burner Angle	*0*

Postup analýzy:

V sekvenci vzorků (Sample Sequence) “Odpadníl” 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 1 mg/l Ca pro metodu Odpadní Ca nízký a 100 mg/l pro metodu Odpadní Ca vysoký.

V oddílu analýza si zvolte jméno metody 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 Ca stlačte ikonu Start a spektrometr Vás bude automaticky vyzývat k vložení příslušného roztoku. V případě, že se v sekvenci vzorků vyskytly vzorky přesahující limit koncentrace 5 mg/l u metody Odpadní Ca nízký, spektrometr po změření sekvence automaticky natočí hořák a vyzve obsluhu k změření standardů a vzorků, které byly přes rozsah. Po ukončení analýzy před vypnutím přístroje proveďte promytí vzorkovacího systému spektrometru destilovanou vodou (10 minut). Promytí systému je nutné modifikovat v případě kritických vzorků. U vzorků s vysokým obsahem Ca doporučujeme nejprve systém 5 min. proplachovat 2 M HCl.

Validace metody:

Správnost této metody byla validována pomocí metody ICP OES. 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:

Při dodržení všech parametrů analýzy nejsou pozorovány žádné problémy.

V případě vysokých obsahů povrchově aktivních látek může docházet ke zkreslení výsledků vlivem interference zmlžování. V takovémto případě přidejte ke standardům i ke vzorkům 0,2 ml na 100 ml přípravku TRITON X 100 z produkce firmy MERCK.

Pro vzorky s velmi vysokým obsahem fosfátů doporučujeme použít metodu využívající plamen acetylén-oxid dusný.