Aplikační list: Stanovení Mg v odpadních vodách

Zadání: *Stanovení Mg v odpadních vodách.*

Protože v případě odpadních vod se můžeme setkat s velmi širokým rozsahem koncentrací Mg, je analýza rozdělena do dvou metod: "Odpadní Mg vysoký" s rozsahem od 5 do 50 mg/l a "Odpadní Mg nízký", která má rozsah od 0,3 do 5 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 Mg nízký"

Pro přípravu standardů použijte komerční standard s garantovaným obsahem 1 g/l Mg. Z tohoto standardu připravte ředěním zásobní roztok o koncentraci 10 mg/l. Standardy s obsahem 5, 3, 1 a 0,3 mg/l připravíte napipetováním 50, 30, 10 a 3 ml zásobního standardu 10 mg/l do 100 ml odměrné baňky, přidáte 2 ml HNO_3 p.p. a doplníte redestilovanou 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.

2. *Metoda "Odpadní Mg vysoký"*

Pro přípravu standardů použijte komerční standard s garantovaným obsahem 1 g/l Ca. Standardy s obsahem 50, 20 a 10 mg/l připravíte napipetováním 5, 2 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 Mg nízký):

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.	*5,5*
High Sample Fail Action	*Continue*
High Sample Flag	*NAD*
Check Sample Conc.	*1*
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*

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

METHOD PROPERTIES	
System Type	*Flame*
Sample Introduction	*Manual*
INSTRUMENT PARAMETERS	
Lamp Current	*6 mA*
Wavelength	*202,6 nm*
Slit Width	*1*
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	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.	*5*
Low Sample Fail Action	*Continue*
Low Sample Flag	*POD*
Maximum Sample Conc.	*55*
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	*
FLAME CONTROL PARAMETERS	
Flame Type	*Air - Acetylene*
Fuel Flow	*1,20 l/min*
Air Flow	*13,0 l/min*
Burner Angle	*25*

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 Mg pro metodu Odpadní Mg nízký a 20 mg/l pro metodu Odpadní Mg 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 Mg stlačte ikonu Start a spektrometr Vás bude automaticky vyzývat k vložení příslušného roztoku.

Po ukončení analýzy před vypnutím přístroje proveďte promytí vzorkovacího systému spektrometru destilovanou vodou (10 minut). Promytí systému je nutné modifikovat v případě kritických vzorků.

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:

Špatně nastavené průtoky plynu (musí být oxidační plamen) vedou ke vzniku interferencí způsobených vápníkem.

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.