Aplikační list: Stanovení As ve vodném výluhu popílku

Zadání: *Stanovení As ve vodném výluhu dle vyhlášky MŽP č. 338 /1997 Sb. o podrobnostech nakládání s odpady*

Příprava vzorku:

1. Příprava vodného výluhu

Vodný výluh se připraví podle následujících zásad:

- poměr popílek : voda je 1 : 10 (přepočteno na sušinu)
- používá se láhev z inertního materiálu
- třepání se provádí otáčením láhve o 180° 5 - 10 krát za minutu po dobu 24 hodin
- pro oddělení kapalné a tuhé fáze po odstředění se použijí ultrafiltry z inertního materiálu s velikostí pórů 0,45 um

2. Uchovávání - konzervace výluhu

Připravený vodný výluh se zakonzervuje přídavkem 10 ml kyseliny dusičné p.p. na 1 litr výluhu. Je-li třeba, zvýší se přídavek kyseliny tak, aby bylo dosaženo hodnoty pH nižší než 2. Takto zakonzervované vzorky jsou stabilní minimálně 1 týden.

Slepý pokus (Sample Blank): spolu se vzorky se připravuje slepý pokus, který musí obsahovat stejný přídavek konzervačního činidla, tedy 10 ml HNO_3 p.p. na 1 l vzorku. Pozor: musí být použita kyselina z jedné láhve. V případě použití kyseliny z více lahví musí být ke každé proveden samostatný slepý pokus.

Příprava standardů:

Pro přípravu standardů použijte komerční standard s garantovaným obsahem 1 g/l As. Připravte si zásobní roztok o koncentraci 10 mg/l s obsahem 1 ml HNO_3 na 100 ml roztoku). Pracovní standard s obsahem 0,1 mg/l připravíte napipetováním 1 ml zásobního roztoku 10 mg/l do 100 ml odměrné baňky, přidáte 1 ml HNO_3 p.p. a doplníte destilovanou vodou po značku. Spolu s pracovním standardem se připravuje slepý pokus stejným postupem, pouze bez pipetování komerčního standardu.

Vlastní kalibrační řadu si v režimu „autocalc“ autosampler kyvety připravuje sám.

Životnost standardů: Pracovní standard se připravuje čerstvý, zásobní roztok má životnost minimálně 1 měsíc.

Parametry měření na přístroji GBC Avanta:

METHOD PROPERTIES

System Type	*Furnace*
Sample Introduction	*Automatic*
Sample Preparation	*Autocalc*

INSTRUMENT PARAMETERS

Lamp Current	*20 mA*
Wavelength	*188,6 nm*
Slit Width	*2 nm*
Slit Height	*Normal*
Background Correction	*On*

MEASUREMENT PARAMETRS

Measurement Mode	*Peak Area*
Time Constant	*0,5*
Replicates	*2*

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	*Yes*
Measure Sample Blank After Cal.	*No*
Auto Save Method After Cal.	*Yes*

QUALITY PARAMETERS

Second Fail Action	*Stop*
Range Checking	*On*
Minimum Sample Conc.	*0,005*
Low Sample Fail Action	*Continue*
Low Sample Flag	*POD*
Maximum Sample Conc.	*0,088*
High Sample Fail Action	*Continue*
High Sample Flag	*NAD*
Check Sample Conc.	*0,05*
Acceptable Range	*80 - 120 %*
Check Sample Fail Action	*Stop*
Check Sample Flag	*

SAMPLE PREP. PARAMETERS

Sample Volume	*30 ul*
Modif. Volume	*4 ul*
Aux. Modif. Volume	*0*
Total Volume	*34 ul*
Bulk Standards Conc.	*0,1*
Bulk Standards Position	*Std. 1*
Pickup Speed	*2 ul/s*
Dispense Speed	*4 ul/s*

GF PROGRAM

STEP	FINAL TEMP.	RAMP TIME	HOLD TIME	GAS TYPE
1 injection				
2	*100*	*15*	*5*	*None*
3	*120*	*20*	*10*	*Inert*
4	*250*	*10*	*5*	*Inert*
5	*1000*	*15*	*15*	*Inert*
6	*1000*	*0*	*2*	*None*
7 read	*2600*	*0,8*	*2,5*	*None*
8	*2750*	*1*	*1*	*Inert*
9	*40*	*25*	*0*	*Inert*

Postup analýzy:

Po nastavení uvedených parametrů proveďte optimalizaci polohy kyvety na maximální propustnost světelného paprsku a seřiďte ramínko autosampleru.

V sekvenci vzorků “Výluh II” zvolte start kalibrací. Po kalibraci zvolte pro každou sérii vzorků příslušný slepý pokus (Sample Blank) a zadejte názvy vzorků. Podle zadání vložte vzorky a slepé pokusy do nádobek autosampleru. V sekvenci je zadána automatická rekalibrace po každých deseti vzorcích. Kalibrační standard 0,1 mg/l As nalijte do nádobky autosampleru a vložte do pozice vyznačené v metodě ("sample preparation"). Ředící vodu a modifikátor matrice nalijte do

nádobek autosampleru a vložte do pozic uvedených v "samples properties".

Zapněte chladící vodu a pusťte argon.

V oddílu analýza si zvolte jméno metody Výluh popílek As1866.mth a zadejte název souboru kam chcete uložit výsledky. Po zadání těchto parametrů stlačte ikonu Start a spektrometr automaticky vykoná analýzu.

Validace metody:

Správnost této metody byla validována pomocí metody standardního přídavku a jinou metodou - hydridovou technikou. 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:

Pozor na problémy s čistotou kyseliny. V takových případech je nutné použít kyselinu čistoty Suprapur.

Špatně seřízený autosampler: kapilára musí být nastavena na výšku cca 1 mm nad platformu.

Kapilára autosampleru je kontaminována povrchově aktivními látkami: v tomto případě použijte k vyčištění ethanol, např následujícím postupem: Do pozice autosampleru 40 vložte nádobku s ethanolem. Klepněte na ikonu Instrument a pravým tlačítkem myši na obrázek napájecího zdroje elektrotermické atomizace. V nabídce, která se objeví zvolte Manual Control Furnace a zde zadejte pozici autosampleru Sample No 40 a stlačením Pickup Sample naplníte objem zvolený v Pickup Volume. Doporučujeme objem 50. Poté stlačte Pal Rinse a kapilára bude propláchnuta vodou ze zásobníku. Tuto operaci opakujte nejméně třikrát.

Na začátku kroku termické úpravy se ozve prsknutí: vzorek stále drží krystalovou vodu. Je nutné zvednout teplotu druhého kroku sušení o 10°C a prodloužit tento krok o 10 s.

Poznámky:

Používané laboratorní sklo musí být před použitím pečlivě vylouženo v ředěné kyselině dusičné a vypláchnuto destilovanou vodou.

Je vhodné použít kyvetu s předinstalovanou platformou.

Jako modifikátor matrice použijte 1 g/l Ni.

Argon používejte čistoty min. 4.8, nejlépe 5.0.

Metoda používá Superlampu a vlnovou délku 188,6 nm kvůli eliminaci vlivu hliníku na běžně používaných čarách. Při takové vlnové délce musí být dokonale vyčištěna vstupní okénka optiky a hlavice atomizátoru!