# **Aplikační list:** Stanovení Ba ve vodném výluhu sádrovce

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

**Příprava vzorku:**

1. Předběžná úprava

Vzorek sádrovce se drtí jen tehdy, je-li to nezbytné pro odběr vzorku a provedení analýzy, zpravidla pouze v případech, kdy zrnitost materiálu je větší než 5 mm. Vzorek se nemele. Jemnozrnný materiál vzniklý při drcení se přimísí do vzorku.
(Způsob úpravy vzorku může být stanoven individuálně s ohledem na vlastnosti odpadu a technologii jeho vzniku osobou pověřenou dle §4 odst. 4 zákona č. 125/1997 Sb. o odpadech.)

2. Příprava vodného výluhu

Vodný výluh se připraví podle následujících zásad:

- poměr sádrovec : 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

3. 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 Ba. Připravte si zásobní roztok o koncentraci 10 mg/l (s obsahem 1 ml $HNO_3$ na 100 ml roztoku). Standardy s obsahem 5, 2 a 1 mg/l připravíte napipetováním 50, 20 a

10 ml zásobního roztoku 10 mg/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 týden. Zásobní roztok 10 mg/l má životnost minimálně 1 měsíc.

## Parametry měření na přístroji GBC Avanta:

| | |
|---|---|
| **METHOD PROPERTIES** | |
| System Type | *Flame* |
| Sample Introduction | *Manual* |
| **INSTRUMENT PARAMETERS** | |
| Lamp Current | *15 mA* |
| Wavelength | *553,6 nm* |
| Slit Width | *0,5 nm* |
| Slit Height | *Normal* |
| Background Correction | *Off* |
| **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. | *0,5* |
| Low Sample Fail Action | *Continue* |
| Low Sample Flag | *POD* |
| Maximum Sample Conc. | *11* |
| High Sample Fail Action | *Continue* |
| High Sample Flag | *NAD* |
| Check Sample Conc. | 5 |
| Acceptable Range | *80 - 120 %* |
| Check Sample Fail Action | *Stop* |
| Check Sample Flag | * |
| **FLAME CONTROL PARAMETERS** | |
| Flame Type | *$N_2O$ - Acetylene* |
| Fuel Flow | *4,51 l/min* |
| $N_2O$ Flow | *10,1 l/min* |
| Burner Angle | *0* |

## Postup analýzy:

V sekvenci vzorků "Výluh I" zvolte start kalibrací. Po kalibraci zvolte pro každou serii 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 5 mg/l Ba.

V oddílu analýza si zvolte jméno metody Výluh sádrovec Ba.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 Ba 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 $\alpha$=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.

**Poznámky:**

Rozsah užití metody je možno rozšířit směrem k nižším koncentracím zakoncentrováním vzorku výluhu (okyseleného) opatrným odpařením na nižší objem. V případě vysokých koncentrací lze vzorek ředit.

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