Aplikační list: Stanovení Cd ve vodném výluhu sádrovce

Zadání: *Stanovení Cd 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.

Rušivé vlivy:

Stanovení neruší následující ionty, nejsou-li překročeny jejich uvedené koncentrace:

10 000 mg/l: sírany, chloridy, fosforečnany, sodík, draslík, hořčík, měď, kobalt, olovo;

3 000 mg/l: vápník, železo, nikl, titan;
1 000 mg/l: křemík;

Celkový obsah solí v měřeném vzorku má být menší než 15 g/l a vodivost nižší než 20 000 mS/m.

Výše uvedená omezení lze řešit zředěním vzorku nebo použitím metody standardního přídavku.

Příprava standardů:

Pro přípravu standardů použijte komerční standard s garantovaným obsahem 1 g/l Cd. Připravte si zásobní roztok o koncentraci 10 mg/l (s obsahem 1 ml HNO_3 na 100 ml roztoku). Standardy s obsahem 0,5, 0,3, 0,1, 0,05 a 0,02 mg/l připravíte napipetováním 5, 3, 1, 0,5 a 0,2 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 se standardy se připravuje slepý pokus stejným postupem, pouze bez pipetování komerčního standardu.

Životnost standardů: takto připravené standardy mají životnost minimálně jeden týden s výjimkou standardů 0,05 a 0,02 mg/l, které se vždy připravují čerstvé. 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	*4 mA*
Wavelength	*228,8 nm*
Slit Width	*0,5*
Slit Height	*Normal*
Background Correction	*On*
MEASUREMENT PARAMETRS	
Measurement Mode	*Integration*
Read Time	*2 s*
Time Constant	*0,8*
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.	*0,005*
Low Sample Fail Action	*Continue*
Low Sample Flag	*POD*
Maximum Sample Conc.	*0,55*
High Sample Fail Action	*Continue*
High Sample Flag	*NAD*
Check Sample Conc.	*0,3*
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	*10,1 l/min*
Burner Angle	*0*

Postup analýzy:

V sekvenci vzorků "Výluh I" zvolte start kalibrací. Po kalibraci zvolte pro každou sérií 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 0,3 mg/l Cd.

V oddílu analýza si zvolte jméno metody Výluh sádrovec Cd.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 Cd 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 α=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 menší 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.

Uvedená metoda je v souladu s ČSN EN ISO 5961.