Aplikační list: Stanovení Pb ve vodném výluhu sádrovce

Zadání: *Stanovení Pb 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 Pb. 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	*5 mA*
Wavelength	*283,3 nm*
Slit Width	*0,5 nm*
Slit Height	*Reduced*
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	*20 ul*
Modif. Volume	*2 ul*
Aux. Modif. Volume	*0*
Total Volume	*22 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*	*10*	*0*	*None*
3	*120*	*15*	*5*	*Inert*
4	*250*	*10*	*5*	*Inert*
5	*700*	*9*	*10*	*Inert*
6	*700*	*0*	*2*	*None*
7 read	*2000*	*0,7*	*2,5*	*None*
8	*2500*	*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 Pb 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 sádrovec Pb.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. 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 pyrolytickou kyvetu s předinstalovanou platformou.

Jako modifikátor matrice použijte 1% dihydrogenfosforečnan amonný.

Argon používejte čistoty min. 4.8, nejlépe 5.0.