Aplikační list:
Stanovení Pb v kalech

Princip metody:

Celkový obsah Pb v kalech se po úpravě vzorku (sušení, homogenizace) stanoví ve výluhu lučavkou královskou – směsí koncentrovaných kyselin HNO_3 a HCl v poměru 3:1. Výluh se provádí za varu dle různých metodik (LUFA, ÚKZÚZ, DIN, tlakové a mikrovlnné mineralizace, ...). Kyseliny používejte čistoty minimálně p.a..

Slepý pokus (Sample Blank): spolu se vzorky se připravuje slepý pokus. Pozor: musí být použity kyseliny z jedné láhve.

Příprava standardů:

Pro přípravu standardů použijte komerční standard s garantovaným obsahem 1 g/l Pb. Připravte si zásobní roztok o koncentraci 100 mg/l (s obsahem 1 ml HNO_3 na 100 ml roztoku). Standardy s obsahem 10, 5, 2, 1 a 0,5 mg/l připravíte napipetováním 10, 5, 2, 1 a 0,5 ml zásobního roztoku 100 mg/l do 100 ml odměrných baněk, přidáte HNO_3 a HCl v množství odpovídající provedeným výluhům a doplníte destilovanou vodou po značky. 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 100 mg/l má životnost minimálně 1 měsíc.

Postup analýzy:

V sekvenci vzorků "kaly" 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 10 mg/l Pb.

V oddílu analýza si zvolte jméno metody „kaly Pb plamen.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 Pb klikněte na 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.

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.

Poznámky:

V případě vysokých koncentrací lze vzorek ředit.

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

Parametry měření na přístroji GBC Avanta:

METHOD PROPERTIES	SYSTEM TYPE	*Flame*
	SAMPLE INTRODUCTION	*Manual*
	OVERRANGE SAMPLES	*-*
INSTRUMENT PARAMETERS	LAMP CURRENT [mA]	*5*
	WAVELENGTH [nm]	*217,0*
	SLIT WIDTH [nm]	*1,0*
	SLIT HEIGHT	*Normal*
	BACKGROUND CORRECTION	*On*
MEASUREMENT PARAMETERS	MEASUREMENT MODE	*Integration*
	READ TIME [s]	*3*
	TIME CONSTANT	*0,4*
	REPLICATES	*3*
CALIBRATION PARAMETERS	CALIBRATION MODE	*Conc Least Squares*
	CONC. UNITS	*mg/l*
	CONC. DECIMAL PLACES	*3*
	CALIBRATION FAILURE ON	*R Value*
	CALIBRATION FAILURE LIMIT	*0,950*
	CALIBRATION FAILURE ACTION	*Stop*
	ZERO BEFORE CALIBRATION	*Yes*
	ZERO BETWEEN SAMPLES	*No*
	MEAS. SAMPLE BLANK AFTER CAL.	*No*
	AUTO SAVE METHOD AFTER CAL.	*Yes*
QUALITY PARAMETERS	CHECK SAMPLE CONC. [mg/l]	*0.5*
	ACCEPTABLE RANGE	*80 – 120 %*
	CHECK SAMPLE FAIL ACTION	*Stop*
	CHECK SAMPLE FLAG	*
FLAME CONTROL PARAMETERS	FLAME TYPE	*Air – Acetylen*
	FUEL FLOW [l/min]	*1,5*
	AIR FLOW [l/min]	*10,0*
	BURNER ANGLE [°]	*0*
	WORKHEAD HEIGHT [mm]	*11,7*