Aplikační list:
Stanovení Pb v odpadních vodách

Odběr a úprava vzorku:

1. Odběr vzorku

Pro odběr vzorků se musí používat nádoby z polyethylenu nebo borosilikátového skla, které byly předem vylouženy v ředěné kyselině dusičné a následně pečlivě vypláchnuty destilovanou vodou.

2. Úprava a konzrvace vzorku

a) Stanovení celkového obsahu Pb

Bezprostředně po odběru musí být vzorek konzervován kyselinou dusičnou na pH 1-2 (obvykle stačí 2 ml kyseliny na 1 l vzorku). Čistota použité kyseliny musí být minimálně p.a.. Poté je většinou nutné podrobit vzorek mineralizaci postupem obvyklým ve Vaší laboratoři. Nejčastěji používanými způsoby jsou mineralizace na mokré cestě - var pod zpětným chladičem s kyselinou dusičnou a peroxidem vodíku nebo mikrovlnná mineralizace. Pracovní postupy mineralizace je třeba modifikovat s ohledem na charakter vzorku.

b) Stanovení rozpuštěného obsahu Pb

Co nejdříve po odběru se vzorek zfiltruje přes membránový filtr (velikost pórů 0,45 um) a bezprostředně poté se zakonzervuje kyselinou dusičnou na pH 1-2 (obvykle stačí 2 ml kyseliny na 1 l vzorku). Čistota použité kyseliny musí být minimálně p.a.. Membránové filtry se musí před použitím důkladně vyloužit v ředěné kyselině dusičné a opláchnout destilovanou vodou. Možnost následné mineralizace je třeba uvážit s ohledem na charakter vzorku.

Slepý pokus (Sample Blank): spolu se vzorky se připravuje slepý pokus, který musí obsahovat stejný přídavek konzervačního činidla, tedy kyseliny dusičné. Pozor: musí být použita kyselina z jedné láhve.

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). Standardy s obsahem 5, 2, 1, 0,5 a 0,25 mg/l připravíte napipetováním

50, 20, 10, 5 a 2,5 ml zásobního roztoku 10 mg/l do 100 ml odměrných baněk, přidáte po 1 ml HNO_3 p.p. 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 10 mg/l má životnost minimálně 1 měsíc.

Postup analýzy:

V sekvenci vzorků "Voda" 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 5 mg/l Pb.

V oddílu analýza si zvolte jméno metody „odpadní vody 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.

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	*0,3*
	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]	*0,25*
	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*

Validace metody:

Správnost této metody byla validována pomocí metody ICP OES. 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:

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:

V případě vysokých koncentrací lze vzorek ředit.

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