Aplikační list: Stanovení Be v pitných, povrchových a spodních vodách

(metoda s elektrotermickou atomizací)

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 konzervace vzorku

a) Stanovení celkového obsahu Be

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..

b) Stanovení rozpuštěného obsahu Be

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.

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 Be. Připravte si zásobní roztok o koncentraci 1 mg/l (s obsahem 1 ml HNO_3 na 100 ml roztoku). Pracovní standard s obsahem 5 ug/l připravíte napipetováním 0,5 ml zásobního roztoku 1 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.

Postup analýzy:

Po nastavení uvedených parametrů proveďte optimalizaci polohy kyvety na maximální propustnost světelného paprsku a seřiďte ramínko autosampleru.

V sekvenci vzorků “Voda” 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 5 ug/l Be 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 chlazení a pusťte argon.

V oddílu analýza si zvolte jméno metody "pitné vody Be.mth" a zadejte název souboru kam chcete uložit výsledky. Po zadání těchto parametrů klikněte na 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.

Parametry měření na přístroji GBC Avanta:

METHOD PROPERTIES	SYSTEM TYPE	*Furnace*
	SAMPLE INTRODUCTION	*Automatic*
	SAMPLE PREPARATION	*Autocalc*
INSTRUMENT PARAMETERS	LAMP CURRENT [mA]	*6*
	WAVELENGTH [nm]	*234,9*
	SLIT WIDTH [nm]	*0,5*
	SLIT HEIGHT	*Reduced*
	BACKGROUND CORRECTION	*On*
MEASUREMENT PARAMETERS	MEASUREMENT MODE	*Peak Height*
	TIME CONSTANT	*0,2*
	REPLICATES	*2*
CALIBRATION PARAMETERS	CALIBRATION MODE	*Conc Least Squares*
	CONC. UNITS	*ug/l*
	CONC. DECIMAL PLACES	*2*
	CALIBRATION FAILURE ON	*R Value*
	CALIBRATION FAILURE LIMIT	*0,950*
	CALIBRATION FAILURE ACTION	*Stop*
	ZERO BEFORE CALIBRATION	*Yes*
	ZERO BETWEEN SAMPLES	*Yes*
	MEAS. SAMPLE BLANK AFTER CAL.	*No*
	AUTO SAVE METHOD AFTER CAL.	*Yes*
QUALITY PARAMETERS	CHECK SAMPLE CONC.	*1*
	ACCEPTABLE RANGE	*80 – 120 %*
	CHECK SAMPLE FAIL ACTION	*Stop*
	CHECK SAMPLE FLAG	*
SAMPLE PREP. PARAMETERS	SAMPLE VOLUME [ul]	*20*
	MODIF. VOLUME [ul]	*2*
	AUX MODIF. VOLUME [ul]	*0*
	TOTAL VOLUME [ul]	*22*
	BULK STANDARDS CONC.	*5,0*
	PICKUP SPEED [ul/s]	*4*
	DISPENSE SPEED [ul/s]	*4*

GF PROGRAM:

STEP	FINAL TEMP.	RAMP TIME	HOLD TIME	GAS TYPE
1 injection				
2	100	15	5	None
3	120	25	10	Inert
4	250	10	5	Inert
5	900	13	5	Inert
6 graph	900	0	1	None
7 read, graph	2400	0,8	2	None
8 graph	2600	1	0	Inert
9	40	25	0	Inert

Možné problémy:

Pozor na problémy s čistotou kyseliny. V takových případech je nutné použít kyselinu čistoty Suprapure

Špatně seřízený autosampler: kapilára musí být nastavena na výšku cca 0,5 mm nad platformu nebo dno kyvety.

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 možné použít pyrolytickou kyvetu s předinstalovanou platformou i bez platformy. V případě použití Mo jako modifikátoru použijte kyvetu bez platformy.

Jako modifikátor matrice použijte 1% dusičnan hořečnatý nebo roztok Mo 0,1g/l.

Argon používejte čistoty min. 4.8, nejlépe 5.0