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

Odběr a úprava vzorku:

1. Odběr vzorku

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

2. Úprava a konzrvace vzorku

Vzorek vody není nutný konzervovat. V případě, že obsahuje nerozpuštěné látky, přefiltruje se přes membránový filtr (velikost pórů 0,45 um). Membránové filtry se musí před použitím důkladně vyloužit v ředěné kyselině dusičné min. p.a. a opláchnout destilovanou vodou.
Před měřením se ke vzorku přidá ionizační pufr (chlorid cesný 20 g Cs/l) v množství 10 ml na 100 ml vzorku.

Slepý pokus (Sample Blank): spolu se vzorky se připravuje slepý pokus.

Příprava standardů:

Pro přípravu standardů použijte komerční standard s garantovaným obsahem 1 g/l K. Z něj si připravte 100 ml zásobního roztoku o koncentraci 10 mg/l. Standardy s obsahem 2, 1, 0,5, 0,25 a 0,1 mg/l připravíte napipetováním 20, 10, 5, 2.5 a 1 ml zásobního roztoku do 100 ml odměrných baněk a doplníte destilovanou vodou po značky. Ke každému kalibračnímu roztoku přidáte ionizační pufr chlorid cesný (20 g Cs/l) v množství 10 ml na 100 ml roztoku.

Spolu se standardy se připravuje slepý pokus stejným postupem, pouze bez pipetování komerčního standardu.

Životnost standardů: standardy se připravují vždy čerstvé.

Parametry měření na přístroji GBC Avanta:

METHOD PROPERTIES	SYSTEM TYPE	*Flame – Emission Mode*
	SAMPLE INTRODUCTION	*Manual*
	OVERRANGE SAMPLES	*-*
INSTRUMENT PARAMETERS	LAMP CURRENT [mA]	*-*
	WAVELENGTH [nm]	*766,5*
	SLIT WIDTH [nm]	*0,2*
	SLIT HEIGHT	*Normal*
	BACKGROUND CORRECTION	*-*
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]	*2*
	ACCEPTABLE RANGE	*80 – 120 %*
	CHECK SAMPLE FAIL ACTION	*Stop*
	CHECK SAMPLE FLAG	*
FLAME CONTROL PARAMETERS	FLAME TYPE	*Air – Acetylen*
	FUEL FLOW [l/min]	*1,15*
	AIR FLOW [l/min]	*10,0*
	BURNER ANGLE [°]	*90*
	WORKHEAD HEIGHT [mm]	*12,4*

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 0,5 mg/l K.

V oddílu analýza si zvolte jméno metody „pitné vody K emisně.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. Klikněte na ikonu Start a spektrometr Vás bude automaticky vyzývat k vložení příslušného roztoku. Po ukončení analýzy před vypnutím přístroje proveďte dokonalé 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 standardního přídavku a další metodou - ICP OES spektrometrií. 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.

Poznámky:

Hořák se používá natočen o 90° - potlačení samoabsorpce.

Metoda je v souladu s ČSN ISO 9964-3.