Aplikační list: Stanovení Mg 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

a) Stanovení celkového obsahu Mg

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 Mg

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.

Ke vzorkům se po úpravě přidá ionizační pufr chlorid lanthanitý (20g La/l) v množství 10 ml na 100 ml 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 Mg. Z něj si připravte zásobní roztok 100 mg/l. Standardy s obsahem 20, 10, 5 a 2 mg/l připravíte napipetováním 20, 10, 5 a 2 ml zásobního roztoku do 100 ml odměrných baněk, přidáte po 1 ml HNO3 p.a. a doplníte redestilovanou vodou po značky. Ke každému z kalibračních roztoků přidáte ionizační pufr chlorid lanthanitý (20 g La/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: takto připravené standardy mají životnost minimálně jeden 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 20 mg/l Mg.

V oddílu analýza si zvolte jméno metody „pitné vody Mg 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 Mg 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.

Parametry měření na přístroji GBC Avanta:

METHOD PROPERTIES	SYSTEM TYPE	*Flame*
	SAMPLE INTRODUCTION	*Manual*
	OVERRANGE SAMPLES	*-*
INSTRUMENT PARAMETERS	LAMP CURRENT [mA]	*3*
	WAVELENGTH [nm]	*285,2*
	SLIT WIDTH [nm]	*0,5*
	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]	*10,0*
	ACCEPTABLE RANGE	*80 – 120 %*
	CHECK SAMPLE FAIL ACTION	*Stop*
	CHECK SAMPLE FLAG	*
FLAME CONTROL PARAMETERS	FLAME TYPE	*Air – Acetylen*
	FUEL FLOW [l/min]	*1,3*
	AIR FLOW [l/min]	*10,0*
	BURNER ANGLE [°]	*25*
	WORKHEAD HEIGHT [mm]	*10,8*

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.

Možné problémy:

Špatně nastavené průtoky plynu (musí být velmi oxidační plamen) vedou ke vzniku interference způsobené vápníkem.

Poznámky:

U vzorků s vysokou koncentrací rozpuštěných látek, fosforečnanů, síranů, hliníku a křemíku použijte přednostně plamen acetylén/oxid dusný. Pak namísto chloridu lanthanitého použijte chlorid draselný nebo cesný.

Metoda je v souladu s ČSN ISO 7980.