Aplikační list: Stanovení Pb v pitných, povrchových a spodních 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 konzervace 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..

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.

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). Pracovní standard s obsahem 0,05 mg/l připravíte napipetováním 0.5 ml zásobního roztoku 10 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.

Parametry měření na přístroji GBC Avanta:

Viz. soubor „vody Pb.mth!

Postup analýzy:

Zapněte chladící jednotku a pusťte argon. Stlačením ikony „Methods“ zvolte metodu Voda Pb.mth. Po nastavení uvedených parametrů proveďte optimalizaci polohy ramínka autosampleru a odvzdušnění stříkačky 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 0,05 mg/l Ni nalijte do nádobky autosampleru a vložte do pozice vyznačené v metodě ("sample preparation" – „bulk standard“). Ředící vodu a modifikátor matrice nalijte do nádobek autosampleru a vložte do pozic uvedených v "samples properties". Pokud používáte Superlampu, dbejte na to, aby její předžhavení trvalo minimálně 20 minut.

V oddílu analýza zadejte název souboru kam chcete uložit výsledky. Po zadání těchto parametrů stlačte ikonu Start a spektrometr automaticky vykoná analýzu.

Validace metody:

Správnost této metody byla validována pomocí metody standardního přídavku a druhou nezávislou metodu ICP OES v rozsahu 0.05 až 0.01 mg/l. 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:

Pozor na problémy s čistotou kyseliny a modifikátoru, v případě Pb jsou velmi časté. V takových případech je nutné použít kyselinu čistoty Suprapure. Špatně seřízený autosampler: kapilára musí být nastavena na výšku cca 1 mm nad stěnu atomizátoru.

Kapilára autosampleru je kontaminována povrchově aktivními látkami: v tomto případě použijte k vyčištění ethanol, např následujícím postupem: Do pozice autosampleru 150 vložte nádobku s ethanolem. Klepněte na ikonu manuálního ovládání autosampleru. V nabídce, která se objeví zadejte pozici autosampleru Sample No 150 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.

Jako modifikátor matrice použijte 0.25 % $NH_4H_2PO_4$ s 0.02% Tritonem.

Argon používejte čistoty min. 4.8, nejlépe 5.0