Aplikační list: Stanovení Sb v pitných, povrchových a spodních vodách s použitím paladia a hydroxylaminu

(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 Sb

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 Sb

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 Sb. Připravte si zásobní roztok o koncentraci 10 mg/l (s obsahem 1 ml HNO_3 na 100 ml roztoku). Pracovní standard s obsahem 20 ug/l připravíte napipetováním 0,2 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: Standardy se připravují čerstvé.

Postup analýzy:

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

RMI s.r.o.: Pernštýnská 116, 553 41 Lázně Bohdaneč
tel.& fax: 466 921 885, 466 921 404, e-mail: sale@rmi.cz

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 20 ug/l Sb 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 "Sb Pd+hydroxylamin.mth" nebo v případě použití SuperLampy "Sb SuperLamp Pd+hydroxylamin.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

Možné problémy:

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

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

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 vhodné použít pyrolytickou kyvetu s předinstalovanou platformou.

Jako modifikátor matrice použijte směs 0,1 g/l Pd + 0,2 % hydroxylamin hydrochlorid, přičemž Pd musí být v HCl, nelze v HNO3 !

Použitím SuperLampy pro Sb docílíte lepší citlivosti i linearity, pro žhavení SuperLampy pak zvolte Lamp Current 12 mA (ostatní parametry jsou shodné).

Argon používejte čistoty min. 4.8, nejlépe 5.0.

Parametry měření na přístroji GBC Avanta:

METHOD PROPERTIES	SYSTEM TYPE	*Furnace*
	SAMPLE INTRODUCTION	*Automatic*
	SAMPLE PREPARATION	*Autocalc*
INSTRUMENT PARAMETERS	LAMP CURRENT [mA]	*10*
	WAVELENGTH [nm]	*217,6*
	SLIT WIDTH [nm]	*0,2*
	SLIT HEIGHT	*Reduced*
	BACKGROUND CORRECTION	*On*
MEASUREMENT PARAMETERS	MEASUREMENT MODE	*Peak Area*
	TIME CONSTANT	*0,3*
	REPLICATES	*2*
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	*Yes*
	MEAS. SAMPLE BLANK AFTER CAL.	*No*
	AUTO SAVE METHOD AFTER CAL.	*Yes*
QUALITY PARAMETERS	CHECK SAMPLE CONC.	*0,01*
	ACCEPTABLE RANGE	*80 – 120 %*
	CHECK SAMPLE FAIL ACTION	*Stop*
	CHECK SAMPLE FLAG	*
SAMPLE PREP. PARAMETERS	SAMPLE VOLUME [ul]	*20*
	MODIF. VOLUME [ul]	*3*
	AUX MODIF. VOLUME [ul]	*0*
	TOTAL VOLUME [ul]	*23*
	BULK STANDARDS CONC.	*0.02*
	PICKUP SPEED [ul/s]	*4*
	DISPENSE SPEED [ul/s]	*4*

RMI s.r.o.: Pernštýnská 116, 553 41 Lázně Bohdaneč
tel.& fax: 466 921 885, 466 921 404, e-mail: sale@rmi.cz

GF PROGRAM:

STEP	FINAL TEMP.	RAMP TIME	HOLD TIME	GAS TYPE
1	60	5	5	Inert
2	60	0,1	1	None
3 injection				
4	110	15	5	Inert
5	130	15	15	Inert
6 injection				
7	300	10	5	Inert
8	900	8	5	Inert
9 graph	900	0,1	1	None
10 read, graph	2500	0,8	0.8	None
11 graph	2600	1	0	Inert