Aplikační list: Stanovení Se 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 Se

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 Se

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 Se. 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.

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, www.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 ja zadána automatická rekalibrace po každých deseti vzorcích. Kalibrační standard 0,05 mg/l Se 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 chladící vodu a pusťte argon.

V oddílu analýza si zvolte jméno metody "Se Pd+hydroxylamin.mth" nebo v případě použití SuperLampy "Se SuperLamp Pd+hydroxylamin.mth" a 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 jinou metodou - hydridovou technikou. 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 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 Se docílíte lepší citlivosti i linearity, pro žhavení SuperLampy pak zvolte Lamp Current 18 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]	*196,0*
	SLIT WIDTH [nm]	*1,0*
	SLIT HEIGHT	*Reduced*
	BACKGROUND CORRECTION	*On*
MEASUREMENT PARAMETERS	MEASUREMENT MODE	*Peak Area*
	TIME CONSTANT	*0,2*
	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]	*4*
	AUX MODIF. VOLUME [ul]	*0*
	TOTAL VOLUME [ul]	*24*
	BULK STANDARDS CONC.	*0,05*
	PICKUP SPEED [ul/s]	*4*
	DISPENSE SPEED [ul/s]	*4*

GF PROGRAM:

STEP	FINAL TEMP.	RAMP TIME	HOLD TIME	GAS TYPE
1	60	5	5	None
2 injection				
3	110	15	5	Inert
4	130	15	5	Inert
5	300	10	5	Inert
6	1000	10	5	Inert
7 graph	1000	0,1	1	None
8 read, graph	2350	0,7	0,8	None
9 graph	2600	1	0	Inert