# **Aplikační list:** Stanovení Se v pitných, povrchových a spodních vodách

(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.

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 "pitné vody Se.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.

## 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 | *0,3* |
| | 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] | *2* |
| | AUX MODIF. VOLUME [ul] | *0* |
| | TOTAL VOLUME [ul] | *22* |
| | 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 | 7 | 7 | |
| 2 injection | | | | |
| 3 | 100 | 15 | 5 | None |
| 4 | 120 | 25 | 10 | Inert |
| 5 | 250 | 10 | 5 | Inert |
| 6 | 600 | 7 | 5 | Inert |
| 7 graph | 600 | 0 | 1 | None |
| 8 read, graph | 2300 | 0,9 | 1,5 | None |
| 9 graph | 2500 | 1 | 0 | Inert |
| 10 | 40 | 25 | 5 | Inert |

**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 1 g/l Ni.

Argon používejte čistoty min. 4.8, nejlépe 5.0.