Aplikační list:

Stanovení Ca v rostlinách, krmivech a biologických materiálech

Princip metody:

Celkový obsah Ca v biologickém materiálu se po předúpravě vzorku (sušení, homogenizace) stanoví v mineralizátu vzorku. Ten může být připraven různými způsoby.

a) mineralizací na suché cestě spalováním a následným vyloužením popela v HCl

b) mineralizací na mokré cestě varem se směsí kyselin a případně dalších látek a to jak v otevřeném, tak v uzavřeném systému

c) mikrovlnnou mineralizací

Kyseliny a další chemikálie používejte čistoty minimálně p.a..
Ke každému mineralizátu se přidá ionizační pufr chlorid lanthanitý (20 g La/l), případně Sr (20 g Sr/l) v množství 10 ml na 100 ml vzorku.

Slepý pokus (Sample Blank): spolu se vzorky se připravuje slepý pokus.

Příprava standardů:

Pro přípravu standardů použijte komerční standard s garantovaným obsahem 1 g/l Ca. Připravte si zásobní roztok o koncentraci 100 mg/l (s obsahem 1 ml HNO_3 na 100 ml roztoku). Standardy s obsahem 20, 15, 10, 5, 2 a 1 mg/l připravíte napipetováním 20, 15, 10, 5, 2 a 1 ml zásobního roztoku 100 mg/l do 100 ml odměrných baněk, přidáte kyseliny, případně další látky v množství odpovídající úpravám vzorku a doplníte destilovanou vodou po značky. Ke každému ze standardů přidáte ionizační pufr chlorid lanthanitý (20 g La/l) případně Sr (20 g Sr/l) v množství 10 ml na 100 ml standardu. 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 "Rostliny" 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 Ca.

V oddílu analýza si zvolte jméno metody "rostliny Ca 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 Ca klikněte na ikonu Start a spektrometr Vás bude automaticky vyzývat k vložení příslušného roztoku. Po ukončení analýzy před vypnutím přístroje proveďte promytí vzorkovacího systému spektrometru destilovanou vodou (10 minut). Promytí systému je nutné modifikovat v případě kritických vzorků.

Dlouhodobá validace metody ve vlastní laboratoři:

Doporučuje se používat pravidelnou analýzu vnitřního standardu a sestavování regulačního diagramu.

Poznámky:

V případě vysokých koncentrací lze natáčet hořák nebo vzorek ředit.

Používané laboratorní sklo musí být před použitím pečlivě vylouženo v ředěné kyselině dusičné a vypláchnuto destilovanou vodou.

U vzorků s vysokou koncentrací rozpuštěných látek, fosforečnanů, síranů, hliníku a křemíku použijte přednostně plamen acetylén/oxid dusný. Pak namísto chloridu lanthanitého použijte chlorid cesný, případně K. Standardy pak použijte v rozsahu 5 až 100 mg/l. Parametry měření s N_2O pak budou následující:

FLAME CONTROL PARAMETERS	FLAME TYPE	*N_2O – Acetylen*
	FUEL FLOW [l/min]	*5,0*
	N_2O FLOW [l/min]	*10,0*
	BURNER ANGLE [°]	*70*
	WORKHEAD HEIGHT [mm]	*11,5*

Parametry měření na přístroji GBC Avanta:

METHOD PROPERTIES	SYSTEM TYPE	*Flame*
	SAMPLE INTRODUCTION	*Manual*
	OVERRANGE SAMPLES	*-*
INSTRUMENT PARAMETERS	LAMP CURRENT [mA]	*10*
	WAVELENGTH [nm]	*422,7*
	SLIT WIDTH [nm]	*0,5*
	SLIT HEIGHT	*Normal*
	BACKGROUND CORRECTION	*Off*
MEASUREMENT PARAMETERS	MEASUREMENT MODE	*Integration*
	READ TIME [s]	*3*
	TIME CONSTANT	*0,5*
	REPLICATES	*3*
CALIBRATION PARAMETERS	CALIBRATION MODE	*Conc Least Squares*
	CONC. UNITS	*mg/l*
	CONC. DECIMAL PLACES	*2*
	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]	*5,0*
	ACCEPTABLE RANGE	*80 – 120 %*
	CHECK SAMPLE FAIL ACTION	*Stop*
	CHECK SAMPLE FLAG	*
FLAME CONTROL PARAMETERS	FLAME TYPE	*Air – Acetylen*
	FUEL FLOW [l/min]	*1,5*
	AIR FLOW [l/min]	*10,0*
	BURNER ANGLE []	*0*
	WORKHEAD HEIGHT [mm]	*11,5*