Aplikační list:

Stanovení K v rostlinách, krmivech a biologických materiálech

Princip metody:

Celkový obsah K 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 vzorku 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 cesný 20 g Cs/l) v množství 10 ml na 100 ml vzorku.

Slepý pokus (Sample Blank): spolu se vzorky se připravuje slepý pokus. Pozor: musí být použity kyseliny z jedné láhve.

Příprava standardů:

Pro přípravu standardů použijte komerční standard s garantovaným obsahem 1 g/l K. Připravte si zásobní roztok o koncentraci 100 mg/l (s obsahem 1 ml HNO_3 na 100 ml roztoku). Standardy s obsahem 20, 10, 5, 2, 1 a 0,5 mg/l připravíte napipetováním 20, 10, 5, 2, 1 a 0,5 ml zásobního roztoku 100 mg/l do 100 ml odměrných baněk, přidáte ionizační pufr chlorid cesný (20 g Cs/l) v množství po 10 ml na 100 ml standardu, kyseliny, případně další látky v množství odpovídající úpravám vzorku a doplníte destilovanou vodou po značky. Spolu se standardy se připravuje slepý pokus stejným postupem, pouze bez pipetování komerčního standardu.

Životnost standardů: standardy se připravují vždy čerstvé.

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 K.

V oddílu analýza si zvolte jméno metody "rostliny K emisně.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. 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.

Možné problémy:

Při dodržení všech parametrů analýzy nejsou pozorovány žádné problémy.

Poznámky:

Hořák se používá natočen o 90° - potlačení samoabsorpce.

V případě vysokých koncentrací lze vzorek ředit.

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

Parametry měření na přístroji GBC Avanta:

METHOD PROPERTIES	SYSTEM TYPE	*Flame – Emission Mode*
	SAMPLE INTRODUCTION	*Manual*
	OVERRANGE SAMPLES	*-*
INSTRUMENT PARAMETERS	LAMP CURRENT [mA]	*-*
	WAVELENGTH [nm]	*766,5*
	SLIT WIDTH [nm]	*0,2*
	SLIT HEIGHT	*Normal*
	BACKGROUND CORRECTION	*-*
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	*3*
	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]	*0,5*
	ACCEPTABLE RANGE	*80 – 120 %*
	CHECK SAMPLE FAIL ACTION	*Stop*
	CHECK SAMPLE FLAG	*
FLAME CONTROL PARAMETERS	FLAME TYPE	*Air – Acetylen*
	FUEL FLOW [l/min]	*1,15*
	AIR FLOW [l/min]	*10,0*
	BURNER ANGLE [°]	*90*
	WORKHEAD HEIGHT [mm]	*12,4*