Aplikační list:

Stanovení Al ve vodném výluhu

Zadání: *Stanovení Al ve vodném výluhu dle vyhlášky MŽP č. 338/1997 Sb. O podrobnostech nakládání s odpady*

Příprava vzorku:

1. Předběžná úprava

Vzorek se drtí jen tehdy, je-li to nezbytné pro odběr vzorku a provedení analýzy, zpravidla pouze v případech, kdy zrnitost materiálu je větší než 5 mm. Vzorek se nemele. Jemnozrnný materiál vzniklý při drcení se přimísí do vzorku.
(Způsob úpravy vzorku může být stanoven individuálně s ohledem na vlastnosti odpadu a technologii jeho vzniku osobou pověřenou dle §4 odst. 4 zákona č. 125/1997 Sb. o odpadech.)

2. Příprava vodného výluhu

Vodný výluh se připraví podle následujících zásad:

- poměr tuhá fáze : voda je 1 : 10 (přepočteno na sušinu)
- používá se láhev z inertního materiálu
- třepání se provádí otáčením láhve o 180° 5 - 10 krát za minutu po dobu 24 hodin
- pro oddělení kapalné a tuhé fáze po odstředění se použijí ultrafiltry z inertního materiálu s velikostí pórů 0,45 um

3. Uchovávání - konzervace výluhu

Připravený vodný výluh se zakonzervuje přídavkem 10 ml kyseliny dusičné p.p. na 1 litr výluhu. Je-li třeba, zvýší se přídavek kyseliny tak, aby bylo dosaženo hodnoty pH nižší než 2. Takto zakonzervované vzorky jsou stabilní minimálně 1 týden.

Slepý pokus (Sample Blank): spolu se vzorky se připravuje slepý pokus, který musí obsahovat stejný přídavek konzervačního činidla, tedy 10 ml HNO_3 p.p. na 1 l vzorku. Pozor: musí být použita kyselina z jedné láhve. V případě použití kyseliny z více lahví musí být ke každé proveden samostatný slepý pokus.

Rušivé vlivy:

Pro potlačení ionizace je vhodné, aby každý vzorek i kalibrační standard (vztaženo na 100 ml) obsahoval 10 ml roztoku K (20 g/l) (nejlépe ve formě KCl nebo KNO3).

Příprava standardů:

Pro přípravu standardů použijte komerční standard s garantovaným obsahem 1 g/l Al. Připravte si zásobní roztok o koncentraci 10 mg/l (s obsahem 1 ml HNO_3 na 100 ml roztoku). Standardy s obsahem 5, 2, 1 a 0,5 mg/l připravíte napipetováním 50, 20, 10 a 5 ml zásobního roztoku 10 mg/l do 100 ml odměrných baněk, přidáte po 2 ml HNO_3 p.p. a doplníte destilovanou vodou do 100 ml. Spolu se standardy se připravuje slepý pokus stejným postupem, pouze bez pipetování komerčního standardu.

Životnost standardů: takto připravené standardy mají životnost minimálně jeden týden. Zásobní roztok 10 mg/l má životnost minimálně 1 měsíc.

Postup analýzy:

V sekvenci vzorků "Výluh" zvolte start kalibrací. Po kalibraci zvolte pro každou serii 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 10 mg/l Al.

V oddílu analýza si zvolte jméno metody "výluh Al 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 Al 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.

Parametry měření na přístroji GBC Avanta:

METHOD PROPERTIES	SYSTEM TYPE	*Flame*
	SAMPLE INTRODUCTION	*Manual*
	OVERRANGE SAMPLES	*-*
INSTRUMENT PARAMETERS	LAMP CURRENT [mA]	*10*
	WAVELENGTH [nm]	*309,3*
	SLIT WIDTH [nm]	*0,5*
	SLIT HEIGHT	*Normal*
	BACKGROUND CORRECTION	*On*
MEASUREMENT PARAMETERS	MEASUREMENT MODE	*Integration*
	READ TIME [s]	*3*
	TIME CONSTANT	*0,4*
	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.	*0,2*
	ACCEPTABLE RANGE	*80 – 120 %*
	CHECK SAMPLE FAIL ACTION	*Stop*
	CHECK SAMPLE FLAG	*
FLAME CONTROL PARAMETERS	FLAME TYPE	*N_2O – Acetylen*
	FUEL FLOW [l/min]	*5,5*
	AIR FLOW [l/min]	*10,0*
	BURNER ANGLE [°]	*0*
	WORKHEAD HEIGHT [mm]	*15,0*

Validace metody:

Správnost této metody byla validována pomocí metody ICP OES. 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:

V případě vysokých obsahů povrchově aktivních látek může docházet ke zkreslení výsledků vlivem interference zmlžování. V takovémto případě přidejte ke standardům i ke vzorkům 0,2 ml na 100 ml přípravku TRITON X 100 z produkce firmy MERCK.

Poznámky:

Rozsah užití metody je možno rozšířit směrem k nižším koncentracím zakoncentrováním vzorku výluhu (okyseleného) opatrným odpařením na nižší objem. V případě vysokých koncentrací lze vzorek ředit.

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