# Aplikační list:

## Stanovení Cr ve vodném výluhu

**Zadání:** *Stanovení Cr 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.

RMI, s.r.o.: Pernštýnská 116, 533 41 Lázně Bohdaneč, tel.& fax: 466 921 885, e-mail: sale@rmi.cz

**Rušivé vlivy:**

Stanovení neruší následující ionty, nejsou-li překročeny jejich uvedené koncentrace:
9 000 mg/l: sírany, chloridy, sodík, draslík;
2 000 mg/l: vápník, hořčík;
500 mg/l: železo;
100 mg/l: nikl, měď, kobalt, hliník, zinek;

Celkový obsah solí v měřeném vzorku má být menší než 15 g/l a vodivost nižší než 2 000 mS/m.

Výše uvedená omezení lze řešit zředěním vzorku nebo použitím metody standardního přídavku.

Je-li třeba, vliv matrice se snižuje přídavkem 10 ml roztoku chloridu lanthanitého (20 g/l) na 100 ml vzorku (nutno přidat i do kalibračních roztoků a do slepého vzorku).

**Příprava standardů:**

Pro přípravu standardů použijte komerční standard s garantovaným obsahem 1 g/l Cr. 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, 0,5 a 0,1 mg/l připravíte napipetováním 50, 20, 10, 5 a 1 ml zásobního roztoku 10 mg/l do 100 ml odměrných baněk, přidáte po 2 ml $HNO_3$ p.p. a doplníte destilovanou vodou po značky. 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.

## Parametry měření na přístroji GBC Avanta:

| | | |
|---|---|---|
| **METHOD PROPERTIES** | SYSTEM TYPE | *Flame* |
| | SAMPLE INTRODUCTION | *Manual* |
| | OVERRANGE SAMPLES | *-* |
| **INSTRUMENT PARAMETERS** | LAMP CURRENT [mA] | *6* |
| | WAVELENGTH [nm] | *357,9* |
| | SLIT WIDTH [nm] | *0,4* |
| | SLIT HEIGHT | *Normal* |
| | BACKGROUND CORRECTION | *Off* |
| **MEASUREMENT PARAMETERS** | MEASUREMENT MODE | *Integration* |
| | READ TIME [s] | *3* |
| | TIME CONSTANT | *0,1* |
| | 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. | *0,05* |
| | ACCEPTABLE RANGE | *80 – 120 %* |
| | CHECK SAMPLE FAIL ACTION | *Stop* |
| | CHECK SAMPLE FLAG | * |
| **FLAME CONTROL PARAMETERS** | FLAME TYPE | *$N_2O$ – Acetylen* |
| | FUEL FLOW [l/min] | *5,1* |
| | AIR FLOW [l/min] | *10,0* |
| | BURNER ANGLE [°] | *0* |
| | WORKHEAD HEIGHT [mm] | *12,0* |

**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 5 mg/l Cr.

V oddílu analýza si zvolte jméno metody „výluh Cr 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 Cr 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.

**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:**

Při dodržení všech parametrů analýzy nejsou pozorovány žádné 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. Ovšem vzhledem ke zvýšené možnosti působení rušivých látek je vhodnější použít metodu elektrotermické atomizace. V případě vysokých koncentrací lze vzorek ředit.

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

Uvedená metoda je v souladu s ČSN EN 1233.