Aplikační list:
Stanovení Se ve vodném výluhu

Zadání: *Stanovení Se 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.

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 0,1 mg/l připravíte napipetováním 1 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.

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 Height*
	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.	*0,1*
	PICKUP SPEED [ul/s]	*4*
	DISPENSE SPEED [ul/s]	*4*

GF PROGRAM:

STEP	FINAL TEMP.	RAMP TIME	HOLD TIME	GAS TYPE
1 injection				
2	100	15	5	None
3	120	25	10	Inert
4	250	10	5	Inert
5	600	7	10	Inert
6 graph	600	0	1	None
7 read, graph	2300	0,9	1,5	None
8 graph	2500	1	0	Inert
9	40	25	5	Inert

Postup analýzy:

Po nastavení uvedených parametrů proveďte optimalizaci polohy kyvety na maximální propustnost světelného paprsku a seřiďte ramínko autosampleru.

V sekvenci vzorků “Výluh” 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 0,1 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 „výluh Se kyveta.mth“ a zadejte název souboru kam chcete uložit výsledky. Po zadání těchto parametrů klikněte na 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.

Možné problémy:

Pozor na problémy s čistotou kyseliny. V takových případech je nutné použít kyselinu čistoty Suprapure.

Špatně seřízený autosampler: kapilára musí být nastavena na výšku cca 1 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.