Олово

DOC316.89.01054

LeadTrak™ Бърз метод за колонна екстракция

Метод 8317

5 до 150 µg/L

Обхват и приложение: За питейна вода

Подготовка на теста

Как се използва специфичната за инструмента информация

В таблица *Специфична за инструмента информация* са показани изисквания, които може да се различават при отделните инструменти. За да използвате тази таблица, изберете инструмент, след което намерете необходимата информация, преди да извършите теста.

Таблица 1 Специфична за инструмента информация

Инструмент	Кювета за проба	Ориентация на Кюветата
DR 5000	2495402	Линията за пълнене сочи към потребителя
DR 3900	2495402	Линията за пълнене сочи към потребителя
DR 3800, DR 2800, DR 2700	2495402	Линията за пълнене сочи надясно

Преди да започнете теста:

За по-точни резултати определете стойност за контролния реагент за всяка нова партида реагенти. Следвайте процедурата, като използвате дейонизирана вода вместо проба. Извадете стойността на контролния реагент от крайните резултати или извършете регулиране на контролния реагент.

Изискванията за вземане на проба за анализ на „първо добиване“ са описани подробно в *Събиране, запазване и съхранение на пробите*.

Реагентите ще оцветят кюветите за проби, изплакнете кюветите с 1:1 азотна киселина , LeadTrak, след което с дейонизирана вода.

Набавете следните артикули:

Описание	Количество
Комплект реагенти LeadTrak™	1
Чаша, полипропилен, 150 mL	2
Чаша, полипропилен, 250 mL	1
Щипка, удължение с 2 зъба, със стойка за щипката	1
Цилиндър, градуиран, полипропилен, 25 mL	1
Цилиндър, градуиран полипропилен, 100 mL	1
Капкомер, означения 0,5 и 1,0 mL	1
Клетки за проби (вижте *Специфична за инструмента информация*)	1
Подпора за кръгла стойка	1

Вижте *Консумативи и резервни компоненти* за информация за преподреждане.

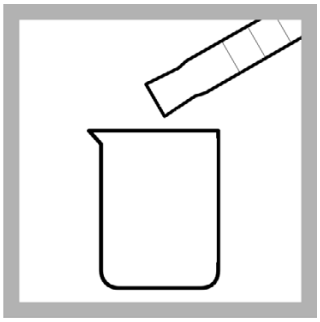
LeadTrak бърза колонна екстракция



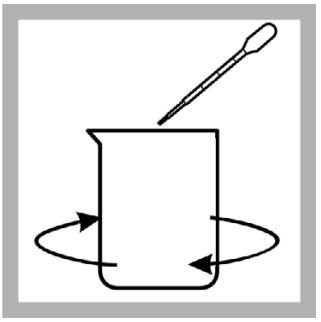
1. Изберете тест.

Вкарайте адаптер, ако е необходимо (вижте *Специфична за инструмента информация*).

Вижте ръководството за потребителя за ориентация.



2. Напълнете пластмасов градуиран цилиндър от 100 mL със 100 mL проба. Налейте измерената проба в пластмасова чаша от 250 mL.



3. С помощта на пластмасовия капкомер от 1 mL добавете 1,0 mL киселинен консервиращ разтвор pPb-1 към пробата и завъртете, за да разбъркате.

Ако пробата е била консервирана преди това с киселинен консервиращ разтвор pPb-1 в съотношение 1,0 mL на 100 mL проба, пропуснете стъпки 3 и 4.

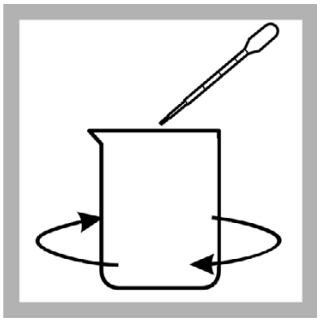
За пробите, консервирани с азотна киселина, са необходими стъпки 3 и 4.



4. Стартирайте таймера на инструмента.

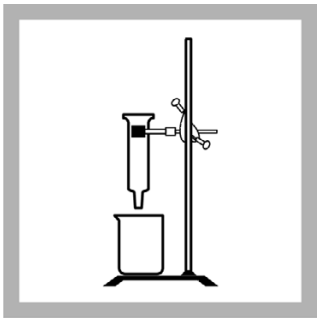
Ще започне да тече двуминутен период на реакция.

LeadTrak бърза колонна екстракция (продължава)



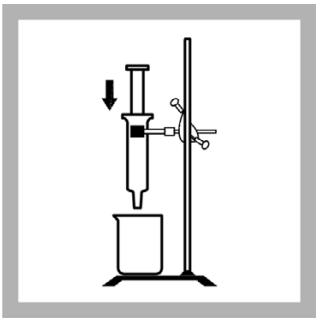
5. Когато времето изтече, използвайте втори пластмасов капкомер от 1 mL, за да добавите 2,0 mL pPb-2 фиксиращ разтвор. Завъртете, за да разбъркате.

Полеви проби, съхранение с азотна киселина, или проби, които са били изварени, може да надвишат буферния капацитет на фиксиращия разтвор. След стъпка 5 проверете нивото на pH на тези проби и регулирайте с 5 N натриев хидрооксид до pH 6,7–7,1, преди да преминете към стъпка 6.



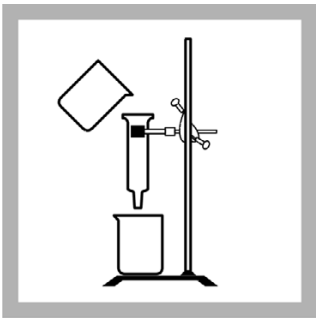
6. Поставете нов Бърз колонен екстрактор в кръглата стойка с щипка. Поставете пластмасова чаша от 150 mL под екстрактора.

В комплекта реагенти LeadTrak® е включен бърз колонен екстрактор. За всеки тест е необходим нов екстрактор.



7. Натопете памучната тапа с дейонизирана вода и я компресирайте с буталото. Извадете буталото. Ако памучната тапа се премести нагоре по колоната, натиснете я обратно до долу с чиста, тъпа пръчка.

Памучната тапа трябва да приляга удобно към вътрешната стена на колоната.

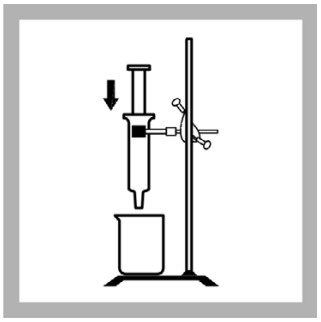


8. Налейте подготвената проба бавно в центъра на колонния екстрактор. Изчакайте, докато пробата изтече през него.

Разтворът на пробата трябва да тече сравнително бавно (2 капки в секунда) през колоната.

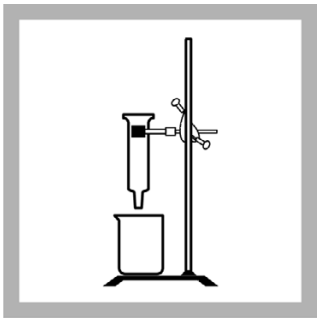
Поддържайте нивото на разтвора на пробата точно над памучната тапа.

LeadTrak бърза колонна екстракция (продължава)



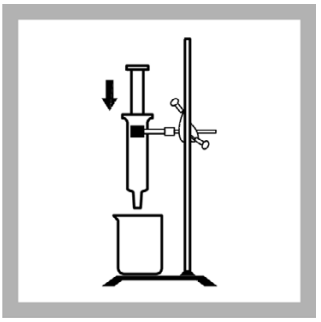
9. След като изтичането спре, натиснете докрай абсорбиращата подложка в екстрактора с буталото. Изхвърлете съдържанието на чашата. Бавно изтеглете буталото от екстрактора.

Абсорбиращата подложка трябва да остане на дъното на екстрактора, когато буталото се извади. Ако памучната тапа се премести нагоре по колоната, натиснете я обратно до долу с чиста, тъпа пръчка.



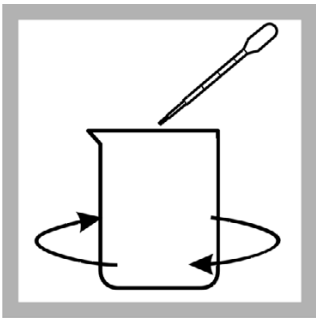
10. Поставете чиста, суха чаша от 150 mL под екстрактора. С помощта на пластмасов градуиран цилиндър от 25 mL добавете 25 mL pPb-3 елуиращ разтвор към екстрактора.

Поддържайте нивото на елуиращ разтвор точно над абсорбиращата подложка.

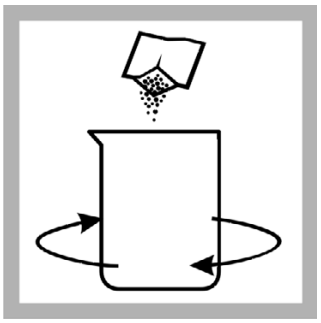


11. Оставете елуиращия разтвор да изкапе бавно от екстрактора.

След като изтичането спре, натиснете докрай абсорбиращата подложка.

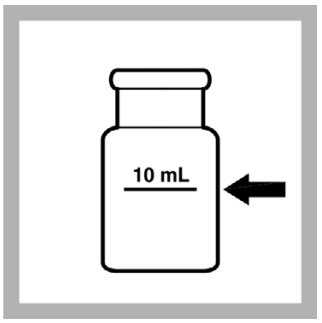


12. С помощта на пластмасов капкомер от 1 mL добавете 1,0 mL pPb-4 неутрализиращ разтвор към чашата. Завъртете внимателно, за да смесите, и преминете незабавно към стъпка 13.



13. Добавете съдържанието на една прахова подложка с индикатор pPb-5 към чашата и завъртете внимателно, за да смесите.

Разтворът ще стане кафяв.



14. Налейте 10 mL разтвор в Кюветата с пробата.



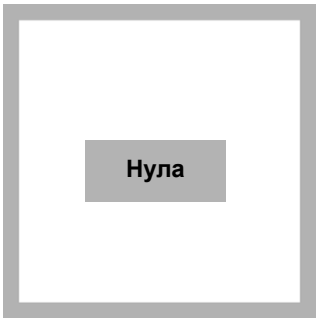
15. Стартирайте таймера на инструмента.

Ще започне да тече двуминутен период на реакция.



16. Когато таймерът изтече, вкарайте Кюветата с пробата.

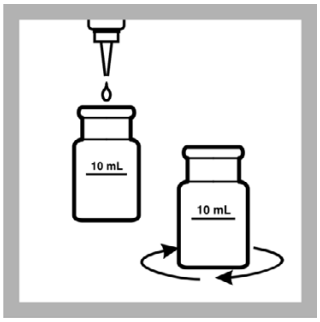
LeadTrak бърза колонна екстракция (продължава)



17. НУЛИРАЙТЕ инструмента.

На дисплея ще се покаже:

0 µg/L Pb



18. Извадете Кюветата за проби и добавете 3 капки pPb-6 обезцветяващ разтвор към Кюветата. Разклатете енергично, за да смесите



19. Поставете Кюветата за проба в държача за клетки.



20. ОТЧЕТЕТЕ резултатите в µg/L Pb.

Смущения

Проучванията на смущенията включват подготвяне на оловен разтвор от 25 µg/L, както и потенциалния смущаващ йон. Счита се, че йонът оказва смущение, когато произтичащата концентрация на олово се промени с ± 10%. Пробите, съдържащи нива над тези стойности на концентрацията, могат да бъдат разтворени 1:1 и анализирани. Умножете получената стойност с коефициент 2, за да определите наличното олово в първоначалната проба.

За да избегнете замърсяване, не използвайте черни гумени тапи, черни гумени колби и капкомери с мастилена скала. Използвайте предоставените в комплекта с регенти капкомери.

Измийте с киселина всички стъклени и пластмасови елементи, за да не допуснете замърсяване на пробата, особено ако предходната проба е имала високо ниво на олово (вижте *Подготовка на уреда и пробите*).

Буталото на екстрактора може да се използва отново за повече от един тест, но трябва да се изплаква с вода, несъдържаща олово, преди повторна употреба.

Таблица 2 Смущаващи вещества

Смущаващо вещество	Ниво на смущения
Алуминий, Al^{3+}	0,5 mg/L
Амоняк, NH_4^+	500 mg/L
Барий, Ba^{2+}	6 mg/L
Калций, Ca^{2+}	500 mg/L
Хлор, Cl^-	1000 mg/L
Мед, Cu^{2+}	2 mg/L
Флуорид, F^-	10 mg/L
Желязо, Fe^{2+}	2 mg/L
Магнезий, Mg^{2+}	500 mg/L
Манган, Mn^{2+}	0,5 mg/L

Таблица 2 Смущаващи вещества (продължава)

Смущаващо вещество	Ниво на смущения
Нитрат, NO_3^-	1000 mg/L
Сулфат, SO_4^{2-}	1000 mg/L
Цинк, Zn^{2+}	1 mg/L

Подготовка на уреда и пробите

Тъй като оловото е типичен елемент от околната ни среда, трябва да се внимава, за да се предотврати замърсяване на пробите. Изпълнете следните стъпки за възможно най-голяма точност на теста:

- Необходима е вода, несъдържаща олово, за да се намали до минимум замърсяването на пробата при изплакване на уреда или разреждане на пробата. Водата може да е дестилирана или дейонизирана. Ако водата е добита от хранителен магазин, уверете се от етикета, че концентрацията на олово е нула. Ако концентрацията на олово е неизвестна, определете я чрез теста LeadTrak.
- Пластмасовите или стъклените съдове за проби и капаците им трябва да се проверяват за замърсяване, като се изплакват с 1 mL киселинен консервиращ реагент pPb-1 *. Добавете 100 mL вода, несъдържаща олово. След 24 часа анализирайте този разтвор с LeadTrak® тест, за да се уверите, че няма олово.
- Изплакнете използваните в този тест стъклени прибори с малко количество разтворена, несъдържаща олово 0,1 N азотна киселина или киселинен консервиращ реагент pPb-1, след което изплакнете с вода, несъдържаща олово.
- Индикаторът pPb-5 може да се изплакне от стъклените клетки за проби с няколко капки киселинен консервиращ реагент pPb-1 или малко количество разредена азотна киселина, несъдържаща олово.
- Окислете разтворите, съдържащи олово, с азотна киселина или pPb-1 до под pH 2, за да предотвратите абсорбирането на олово в стените на съда. Вижте *Събиране, запазване и съхранение на пробите*.

Събиране, запазване и съхранение на пробите

- Пробите могат да се събират или от домакински тръби (битова вода) или от водоизточници.
- Запазените проби може да се съхраняват до шест месеца.
- Всеки тип проба обикновено изисква различни процедури за събиране. Свържете се с подходящата регулаторна агенция за повече информация за конкретните изисквания за събиране на проби.

Събиране на проби за замърсяване с олово в домакински тръби за битова питейна вода

- Пробата трябва да бъде събрана, след като е престояла в тръбите без поток в продължение на най-малко шест часа.
- Добавете 10 mL киселинен консервиращ разтвор pPb-1* към еднолитрова бутилка.
- Пуснете чешмата и съберете точно първия литър вода в бутилката, съдържаща киселинния консервиращ разтвор.
- Поставете капачката и обърнете няколко пъти, за да разбъркате.

* Вижте *Допълнителни реагенти и апарат*.

- След две минути пробата е готова за анализ. Стъпки 3 и 4 се пропускат в процедурата по анализ. Използвайте 100 mL от тази запазена проба директно в стъпка 5.

Събиране на проби за замърсяване с олово от източници на питейна вода, като вода от кладенци или от водозахранващата система

- Добавете 10 mL киселинен консервиращ разтвор pPb-1* към еднолитрова бутилка.
- Пуснете чешмата в продължение на 3–5 минути или докато температурата на водата остане стабилна за 3 минути.
- Съберете точно един литър в бутилката, съдържаща киселинния консервиращ разтвор.
- Поставете капачката и обърнете няколко пъти, за да разбъркате.
- След две минути пробата е готова за анализ. Стъпки 3 и 4 се пропускат в процедурата по анализ. Използвайте 100 mL от тази запазена проба директно в стъпка 5.
- Трябва да се събере поне един литър, за да се получи представителна проба. Ако е събран по-малко от един литър, използвайте 1 mL от киселинния консервиращ разтвор pPb-1 на 100 mL проба.
- Ако трябва да се замести pPb-1 с азотна киселина като консервиращ разтвор или ако пробата е изварена, буферирацията капацитет на фиксиращия разтвор pPb-2* може да се надвиши. Регулирайте pH на пробата до 6,7–7,1 pH с 5 N натриев хидрооксид* след стъпка 6.

Проверка на точността

Метод със стандартни добавки (проба с внесена добавка)
Необходимо за проверка на точността:

- 10 mg/L (10 000 µg/L) стандартен разтвор на олово
- Капкомер TenSette и върхове на капкомер

1. След отчитане на резултатите от теста оставете Кюветата за проба (проба без внесена добавка) в инструмента.
2. Изберете Options\>More\>Standard Adjust (Опции\>Още\>Стандартно регулиране) от менюто на инструмента.
3. Приемете стойностите по подразбиране за стандартна концентрация, обем на пробата и обеми на добавките. След като стойностите бъдат приети, отчитането на пробата без внесена добавка ще се покаже на горния ред. Вижте ръководството за потребителя за повече информация.
4. Отворете стандартния разтвор.
5. Използвайте капкомера TenSette, за да подготвите пробите с внесени добавки: добавете 0,1 mL, 0,2 mL и 0,3 mL от стандартната добавка към три порции от по 100 mL свежа проба.
6. Следвате тестовата процедура за *LeadTrak бърза колонна екстракция* за всяка от пробите с внесени добавки, като започнете с тази от 0,1 mL. Измерете всяка от пробите с внесени добавки в инструмента.
7. Изберете **GRAPH**, за да видите резултатите. Изберете **IDEAL LINE** (или най-добро съвпадение), за да сравните резултатите със стандартна добавка с теоретичното възстановяване на 100%.

Метод със стандартен разтвор

Забележка: *Вижте ръководството за потребителя на инструмента за конкретни указания за навигиране в софтуера.*

Необходимо за проверка на точността:

- Стандартен разтвор на олово, 1000 mg/L или стандартен разтвор на олово на ампула Voluette®, 50 mg/L като Pb
- Вода, несъдържаща олово, или дейонизирана вода
- 100 mL измерителна колба клас A или 100 mL пластмасова измерителна колба
- 1,0 mL измерителен капкомер клас A
- Капкомер TenSette и върхове на капкомер

1. Подгответе 100 µg/L стандартен разтвор на олово, както следва:
   a. Добавете с капкомер 1,0 mL стандартен разтвор на олово, 1000 mg/L, в 100 mL измерителна колба.
   b. Използвайте капкомера TenSette, за да добавите 0,2 mL концентрирана азотна киселина към колбата
   c. Разредете от знака с дейонизирана вода, несъдържаща олово.
   d. Добавете с капкомер 10,00 mL от този подготвен разтвор в 1 пластмасова измерителна колба.
   e. Добавете 2,0 mL азотна киселина към колбата.
   f. Разредете от знака с дейонизирана вода, несъдържаща олово.
   g. Подгответе този разтвор непосредствено преди употреба.

ИЛИ

1. Подгответе 100 µg/L стандартен разтвор на олово, както следва:
   a. Използвайте капкомер TenSette, за да добавите 0,2 mL стандартен разтвор на олово на ампула Voluette®, 50 mg/L като Pb в 100 mL пластмасова измерителна колба.
   b. Разтворете до обема с дейонизирана вода. Подгответе разтвора непосредствено преди употреба.
2. Използвайте стандартен разтвор вместо пробата. Следвайте тестовата процедура за *LeadTrak бърза колонна екстракция*.
3. За да регулирате кривата за калибриране с показанието, получено с 100 mg/L стандартен разтвор, изберете Options\>More\>Standard Adjust (Опции\>Още\>Стандартно регулиране) от менюто на инструмента.
4. Включете функцията за стандартно регулиране и приемете показаната концентрация. Ако се използва алтернативна концентрация, въведете концентрацията и регулирайте кривата спрямо тази стойност.

Изпълнение на метода

Програма	Стандарт	Прецизност 95% доверителен интервал на разпределение	Чувствителност Промяна на концентрацията на 0,010 Abs промяна	
			Точка от кривата	Концентрация
283	50 µg/L Pb^{2+}	45–55 µg/L Pb^{2+}	Цяла крива	4 µg/L Pb^{2+}

Обобщение на метода

Окислено разтворимо олово, като Pb^{2+}, в проба от питейна вода се концентрира първо в Бърз колонен екстрактор. След това оловото се елуира от екстрактора и се определя колориметрично с индикатор. Резултатите от теста се измерват при 477 nm.

Консумативи и резервни компоненти

Необходими реагенти

Описание	Количество/ Тест	Единица	Каталожен номер
Комплект реагенти LeadTrak™	1	20/pkg	2375000

Необходими компоненти

Описание	Количество	Единица	Каталожен номер
Чаша, полипропилен, 150 mL	2	за 1 бр.	108044
Чаша, полипропилен, 250 mL	1	за 1 бр.	108046
Щипка, удължение с 2 зъба	1	за 1 бр.	2114500
Стойка за щипката	1	за 1 бр.	32600
Цилиндър, градуиран полипропилен, 25 mL	1	за 1 бр.	108140
Цилиндър, градуиран полипропилен,100 mL	1	за 1 бр.	108142
Капкомер, означения 0,5 и 1,0 mL	1	20/pkg	2124720
Кювета за проба, 10 mL квадратна, съвпадаща двойка	2	2/pkg	2495402
Подпора за кръгла стойка	1	за 1 бр.	56300

Препоръчителни стандарти и апарат

Описание	Единица	Каталожен номер
Колба, измерителна, полипропилен, 1000 mL	за 1 бр.	2099553
Колба, измерителна, полипропилен, 100 mL	за 1 бр.	2099542
Стандартен разтвор на олово, 1000 mg/L като Pb	100 mL	1279642
Стандартен разтвор на олово, 50-mg/L 10 mL ампули Voluette®	16/pkg	1426210
Стандартен разтвор на олово, 10 mg/L	25 mL	2374820
Азотна киселина, ACS	500 mL	15249
Капкомер, TenSette®, 0,1 до 1,0 mL	за 1 бр.	1970001
Върхове за капкомер, за капкомер TenSette 1970001	50/pkg	2185696
Върхове за капкомер, за капкомер 1970001	1000/pkg	2185628
Капкомер, измерителен, клас A, 1,00 mL	за 1 бр.	1451535

Препоръчителни стандарти и апарат (продължава)

Описание	Единица	Каталожен номер
Филтър за капкомер, защитна колба	за 1 бр.	1465100
Капкомер, измерителен, клас A, 10,00 mL	за 1 бр.	1451538
Вода, дейонизирана	4 L	27256

Допълнителни реагенти и апарат

Описание	Единица	Каталожен номер
Киселинен консервиращ реагент pPb-1	236 mL	2368531
Фиксиращ разтвор pPb-2	43 mL	2368655
Натриев хидрооксид, 5,0 N	1 L	245053

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company, 2007, 2010. All rights reserved. Printed in the U.S.A.

Edition 6