

Przygotowanie roztworów wzorcowych

1.) Opis postępowania:

Roztwór wzorcowy bazowy o stężeniu 10 mg/ml do przygotowania roztworów wzorcowych do krzywej kalibracyjnej jest sporządzany poprzez naważenie 1g certyfikowanego wzorca mieszaniny olejów mineralnych lekkiego i ciężkiego BAM-K010e, oraz rozpuszczenie go w 50ml n-heksanu w kolbie miarowej klasy A.

Z roztworu bazowego o stężeniu 10 mg/ml przygotowywane są roztwory o stężeniach: 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0,9; 1,0; 2,0 mg/ml.

Roztwory te przygotowuje się w 10ml fiolkach poprzez rozcieńczenie roztworu bazowego w odpowiednich proporcjach.

2.) Przeliczanie stężeń roztworów wzorcowych z objętościowych na masowe:

Znając gęstość n-heksanu w temperaturze przygotowania roztworu wzorcowego bazowego, uzyskaną na podstawie równania opisującego przebieg zmian gęstości od temperatury, obliczamy stężenie masowe tego roztworu.

Na podstawie obliczeń proporcji uzyskujemy odpowiednie stężenia roztworów wzorcowych do krzywej kalibracyjnej.

Przygotowanie roztworów do walidacji

1.) Opis postępowania:

Roztwór wzorcowy bazowy o stężeniu 10 mg/ml do przygotowania roztworów do walidacji metody sporządzany poprzez naważenie wagą Sartorius ED224 0,5 g certyfikowanego wzorca mieszaniny olejów mineralnych lekkiego i ciężkiego BAM-K010e, oraz rozpuszczenie go w 50ml n-acetonu w kolbie miarowej klasy A.

Z roztworu bazowego o stężeniu 10 mg/ml przygotowywane są roztwory o stężeniach: 0; 2; 10; 25; 50; 100; mg/l.

Roztwory te przygotowuje się w 1l butelkach do poboru próbek poprzez rozcieńczenie roztworu bazowego wodą demineralizowaną w odpowiednich proporcjach.

Ślepa próba to woda demineralizowana.

Stężenia 2 i 10 mg/l przygotowuje się pipetą 0,1-1ml dodając odpowiednio 0,2 i 1,0 ml wzorca 10mg/l do 1l wody demineralizowanej.

Stężenia 25, 50 i 100 mg/l przygotowuje się pipetą 1-5ml HTL dodając odpowiednio 2,5; 5,0; oraz 10 ml roztworu wzorcowego 10mg/ml do 1l wody demineralizowanej.

Ilość wody demineralizowanej była oznaczona wagowo za pomocą wagi Vibra AJH4200. Błąd względny takiego oznaczenia około 1%.

W próbkach o stężeniach 25, 50 i 100 mg/l trzeba rozcieńczać uzyskany koncentrat ekstrahenta. We wzorze, który Panu podałem na kartce współczynnik f czyli krotność rozcieńczenia wynosił będzie odpowiednio 5, 10 i 20. Rozcieńczenia te uzyskaliśmy w następujący sposób: dla $f = 5$ pipetą 1-5ml HTL pobieramy 1 ml ekstrahenta i dodajemy 4 ml heksanu również tą pipetą i odpowiednio dla $f = 10$ 1ml ekstrahenta i 9 ml heksanu pipetą 1-5 HTL, dla $f = 20$ 0,5 ml ekstrahenta pipetą 0,1-1ml i 9,5 ml heksanu pipetą 1-5 ml HTL.