

Metodický postup stanovení Hg v půdách volných hracích ploch na jed noučelovém atomovém spektrofotometru AMA 254

Počet listů : 3
Strana : 1
Datum : 20.3.2001
Zpracoval:

Schválil: MUDr. Zimová

1. Úvod

1.1. Předmět a vymezení působnosti.

- Stanovení Hg v půdě.
- Koncentrační rozsah – mez detekce 0,1 µg/l, maximální koncentrace kalibrační křivky pro 1. rozsah kalibrace 0,5 mg/l, pro druhý rozsah kalibrace 6 mg/l

1.2. Definice

- Mez detekce - minimální koncentrace analytu, která může být identifikována (odpovídá trojnásobku směrodatné odchylky slepého pokusu)
- Slepý pokus – alikvot demineralizované vody
- Kalibrační blank – alikvot demineralizované vody, okyselený stejně jako kalibrační standardy
- Kontrolní vzorek – vzorek o známém obsahu analytu, stanoveném na základě externího referenčního materiálu

1.3. Princip

- Rtuť se stanoví metodou AAS využitím techniky generování par kovové rtuti při vlnové délce 254,6 nm přímo ve vzorku prašného spadu nebo v půdním vzorku.

1.4. Bezpečnost při práci

- Viz „Zásady pro bezpečnou práci v chemických laboratořích ČSN 018003“

2. Chemikálie a spotřební materiál

2.1. Základní chemikálie

2.1.1. zásobní roztok standardu rtuti o koncentraci 1000 ± 2mg Hg/l v 0,5mol/l HNO₃

Suprapur, dodavatel MERCK Praha, katal.č. 1.19795.0100

2.1.2 dvojchroman draselný p.p. (1% roztok se připraví navážením 1 g preparátu a jeho rozpuštěním v 100 ml demineralizované vody)

2.1.3. kyselina dusičná Suprapur, 65%, MERCK Praha

2.1.4. kyselina chlorovodíková Suprapur, 30%, MERCK Praha

2.2. Kalibrační roztoky

- vycházíme z komerčního standardu MERCK Praha uvedeným v 2.1.1.
- standardní roztok rtuti o koncentraci 10 mg Hg/l, se připraví ředěním roztoku uvedeným pod bodem 2.1.1. (1 ml roztoku o koncentraci 1000mg/l se odpipetuje do 100 ml odměrné baňky, přidá se 3 ml HNO₃ Suprapur, 1 ml 1% roztoku K₂Cr₂O₇ a doplní se demineralizovanou vodou po značku)

Metodický postup stanovení Hg v půdách volných hracích ploch na jed noučelovém atomovém spektrofotometru AMA 254

Počet listů : 3
Strana : 2
Datum : 20.3.2001
Zpracoval:

Schválil: MUDr. Zimová

- standardní roztok rtuti o koncentraci 0,10 mg Hg/l se připraví odpipetováním 1 ml roztoku o koncentraci 10 mg Hg/l, 3 ml HNO₃ , 1ml 1% roztoku K₂Cr₂O₇ a doplněním v odměrné baňce demineralizovanou vodou na 100 ml.
- Standardní roztok Hg o koncentraci 0,01 mg Hg/l se připraví odpipetováním 10 ml roztoku o koncentraci 0,01 mg Hg/l, 1 ml 1% roztoku K₂Cr₂O₇ a 3 ml HNO₃ do 100 ml odměrné baňky a doplněním po značku demineralizovanou vodou
- Všechny roztoky se uchovávají v tmavých skleněných lahvičkách

3. Přístroje a pomocná zařízení

- 3.1. Jednoučelový atomový absorpční spektrofotometr AMA 254, Altec Praha

4. Postup

4.1. Sběr a uchovávání vzorků

Vzorky půdy a se odebírají a uchovávají dle metodických pokynů pro odběr vzorků půdy.

4.2. Úprava vzorků

Vzorky půdy se analyzují přímo, bez předchozí úpravy vzorku.

4.3. Uvedení přístroje do chodu a jeho nastavení

- zapne se přístroj, tiskárna a počítač (v uvedeném pořadí)
- otevře se přívod kyslíku
- vyvolá se program AMA.EXE
- vyčká se cca 15min. – ustálení teplot pecí v přístroji
- čištění přístroje od sto rtuti: nadávkuje se 1000 µl demineralizované vody a spustí analyza (viz manuál k přístroji). Je-li naměřená absorbance vyšší než 0.0100, analýza se opakuje
- ověření platnosti kalibrace – nadávkuje se známé množství standardu Hg a změří (viz manuál). Pokud výsledek neodpovídá, provede se recalibrace.

4.4. Kalibrace

- v hlavním menu v souboru PANEL se vybere CALIBRATION
- provede se kalibrace postupně se standardy, obsahujícími koncentrace rtuti v rozmezí 0,2–0,5ng

4.5. Analýzy bez použití dávkovače

- v hlavním menu na počítači se vybere ANALYSIS
- do dávkovací lodičky se odváží max. cca 100µg vzorku půdy nebo prašného spadu (každý vzorek se měří 2x)
- analýza se spustí povel em ENTER
- po změření vzorků se opustí program AMA.EXE, Alt X – vypíná se topení pecí v přístroji
- po 20 – 30 minutách vypnout počítač a přístroj
- zavřít přívod kyslíku

Metodický postup stanovení Hg v půdách volných hracích ploch na jed noučelovém atomovém spektrofotometru AMA 254

Počet listů : 3
Strana : 3
Datum : 20.3.2001
Zpracoval:

Schválil: MUDr. Zimová

5. Výpočet

- Výsledky jsou udávány přímo v $\mu\text{g/ml}$

6. Kontrola kvality

- Zařazování kontrolních vzorků – 1 na 10 vzorků
- Konstrukce regulačních diagramů
- Zařazování referenčních materiálů podle potřeby

7. Poznámky

- Stanovení rtuti je velmi citlivé a obsahy Hg v půdě a prašném spadu se pohybují na velmi nízkých hladinách. Proto je nutné dodržovat přísně všechna opatření, sloužící k zabránění kontaminace, tj. používání chemikálií o čistotě odpovídající Suprapur, Analpur, p.p., dodržování zásad práce ve stopové laboratoři

Literatura:

Firemní materiál fy. Altec