

# Metodický postup stanovení kovů v půdách volných hracích ploch metodou RTG.

Počet listů : 6  
Strana : 1  
Datum : 11. 9. 2000  
Platnost od: 11.9.2000  
Zpracovala: Ing. Němcová  
Schválil: Ing. Lepší

1) **Význam a použití:** Metoda je používána pro stanovení prvků v půdách volných hracích ploch.

2) **Princip:** Vzorek je po odběru homogenizován , je stanovena sušina, ztráta žiháním. Suchý vzorek je tabletován, pastovitý vzorek je převeden do speciální kyvety a dále jsou vzorky měřeny na RTG spektrometru sekundárních emisí s energodisperzním polovodičovým detektorem.

### 3) **Použitá literatura:**

- SPECTRO X-LAB - manuál k obsluze
- AHEM - příloha č.6/1994

### 4) **Rozsah použití:** mg / kg

Dolní mez stanovitelnosti                      Horní mez stanovitelnosti :

a) pro tuhé a sypké vzorky ve formě pelet :

Na	4000	71 600
Mg	1000	272 600
Al	200	288 000
Si	100	442 300
P	70	174 400
S	40	230 400
Cl	10	43 000

b) pro všechny typy vzorků :

K	120	127 400
Ca	80	500 300
Ti	30	37 700
V	8	1 600
Cr	2	24 000
Mn	3	28 400
Fe	30	666 300
Co	10	220
Ni	1	2 200
Cu	1	6 520

Dolní mez stanovitelnosti

Horní mez stanovitelnosti :

Zn	0,8	56 230
Ga	0,7	54
Ge	0,7	110
As	0,6	3 970
Se	0,6	41
Br	0,6	10
Rb	0,7	530
Sr	0,7	4 600

## Metodický postup stanovení kovů v půdách volných hracích ploch metodou RTG.

Počet listů : 6  
Strana : 2  
Datum : 11. 9. 2000  
Platnost od: 11.9.2000  
Zpracovala: Ing. Němcová  
Schválil: Ing. Lepší

Y	0,8	710
Zr	0,8	1 540
Nb	0,9	148
Mo	1,0	310
Ag	0,4	205
Cd	0,3	470
In	0,3	1
Sn	0,6	6 700
Sb	0,7	412
Te	1,0	31
I	1,5	520
Cs	2,0	118
Ba	2,0	5 000
La	2,5	1 400
Ce	3,0	2 230
Ta	8,0	30
W	5,0	10 700
Hg	2,0	50
Tl	1,7	3,6
Pb	1,7	10 870
Bi	1,7	1 830
Th	1,5	1 003
U	2,0	650

### 5) Vzorkování a konzervace:

Pro odběr vzorků se musí používat nádoby z polyethylenu nebo borosilikátového skla , které byly předem vyčištěny kys. dusičnou, vypláchnuty vodou a vysušeny, event. nové nepoužité sáčky z plastické hmoty.

### 6) Činidla:

Vosk HWC - pro tabletování

### 7) Referenční materiály:

- Referenční materiály práškové vylisované do tablet s certifikátem dle dostupnosti - pro kalibraci a kontrolu metody
- Zásobní standardní roztoky prvků o koncentraci  $1.000 \pm 0.002$  g / l pro kalibraci standardním přídatkem pastovitých vzorků
- Mořský písek čistý

### 8) Přístroje a materiály:

- energodisperzní RTG spektrometr s buzením polarizovaným a sekundárním zářením
- muflová pec
- laboratorní planetární mlýnek a homogenizátor se zirkoniovými nádobami a kuličkami
- lis na tabletování

## Metodický postup stanovení kovů v půdách volných hracích ploch metodou RTG.

Počet listů : 6  
Strana : 3  
Datum : 11. 9. 2000  
Platnost od: 11.9.2000  
Zpracovala: Ing. Němcová  
Schválil: Ing. Lepší

- laboratorní sušárna

### 9) Pracovní postup:

#### Příprava vzorku :

##### **Tuhé vzorky**

Vzorky charakteru půd, písků, odpadů:

Vzorek rozprostře na arch papíru, mechanicky odstraníme velké příměsi jako kameny, kousky dřeva, sklo ap. Vzorek rozdělíme kvartováním a odebereme průměrný vzorek cca 300g.

##### *Příprava vzduchosuchého vzorku a stanovení vzduchosuché sušiny :*

Vzorek zvážíme, rozprostře na filtrační papír maximálně ve vrstvě do 5 mm a volně na vzduchu se suší při laboratorní teplotě do konstantní hmotnosti (minimálně 48 hodin). Provedeme stanovení vzduchosuché sušiny - navážíme cca 10 g reálného vzorku.

1.	Mo	40 kV	20 mA	50 s
2.	B <sub>4</sub> C	38	20	500
3.	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	58	20	300
4.	Co	30	20	300
5.	Cd <sub>L</sub>	25	25	400

##### **Metoda Pasty**

číslo měření	terčik (zdroj sek.rtg záření)	napětí	proud	doba měření
1.	Mo	40 kV	20 mA	50 s
2.	B <sub>4</sub> C	38	20	500
3.	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	58	20	300
4.	Co	30	20	300

### 10) Kalibrace:

metody-tj.závislost odezvy přístroje na koncentraci : dle Manuálu RTG spektrometru pomocí uvedených referenčních materiálů-metoda kalibrační závislosti. Kalibrace se provede před používáním metody a po té se pouze kontroluje. Rekalibraci je nutno provést pouze při vážné poruše přístroje nebo při použití nových referenčních materiálů pro kalibraci.

zařízení-tj.správné nastavení energetických kanálů analyzátoru: kalibrace spektrometru viz Metrologický řád LO KHS Ostrava-provádí se minimálně jednou měsíčně pomocí referenčního materiálu GNA ve formě tablety. Měření je prováděno v režimu SKAL.

## Metodický postup stanovení kovů v půdách volných hracích ploch metodou RTG.

Počet listů : 6  
Strana : 4  
Datum : 11. 9. 2000  
Platnost od: 11.9.2000  
Zpracovala: Ing. Němcová  
Schválil: Ing. Lepší

### 11) Vyjádření výsledků zkoušky do protokolu:

Výsledky se vyjadřují v mg/kg ( popř. mg / kg sušiny při 105<sup>0</sup>C)

### 12) Parametry metody:

kov	variační koeficient %	výtěžnost
Na	27	1,0
Mg	37	0,612
Al	13	0,94
Si	27	0,93
P	11	0,91
S	22	1,09
Cl	20	
K	20	1,33
Ca	20	1,00
Ti	22	1,18
V	32	1,15
Cr	24	1,11
Mn	14	0,99
Fe	5	1,02
Co	29	0,74
Ni	10	0,85
Cu	15	0,89
Zn	8	1,14
Ga	15	
Ge	15	
As	7	0,99
Se	15	
Br	15	
Rb	11	1,14
Sr	15	
Y	15	

kov	variační koeficient %	výtěžnost
Zr	15	
Nb	15	
Mo	20	0,96
Ag	20	
Cd	20	
In	20	
Sn	5	0,99
Sb	10	
Te	10	
I	15	

## Metodický postup stanovení kovů v půdách volných hracích ploch metodou RTG.

Počet listů : 6  
Strana : 5  
Datum : 11. 9. 2000  
Platnost od: 11.9.2000  
Zpracovala: Ing. Němcová  
Schválil: Ing. Lepší

Cs	15	
Ba	25	0,89
La	15	
Ce	15	
Ta	15	
W	15	
Hg	20	
Tl	15	
Pb	5	0,91
Bi	3	
Th	15	
U	19	1,4

Mez detekce byla odhadnuta ze změřeného pozadí a kalibrační závislosti jednotlivých prvků speciálním postupem ( viz manuál k přístroji X lab).

### Selektivita

Je možné vzájemné ovlivnění koncentrací prvků :  
As - Pb  
Fe - Co  
Fe - Mn  
Ba - Ti  
Ba - V

Při validaci výsledků musí analytik uvážit možnost interferencí.

Analytik musí též zvážit zadání ztráty žíháním , přihlédnout k druhu analyzovaného materiálu.

### **13) Zaokrouhlování výsledků :**

Výsledky analýz se zaokrouhlují na 3 platné číslice .

### **14) Kontrola spolehlivosti metody :**

Minimálně 1 krát měsíčně je měřicí prostor vyčištěn odsátím nečistot, podle potřeby jsou měněny folie na vstupním i výstupním okénku.

S každou sérií vzorků je měřen minimálně jeden slepý vzorek:

- peleta mořského písku, připravovaná mletím a lisováním spolu se vzorky poslední v pořadí
- květa s demineralizovanou vodou v případě pastovitých vzorků.

V případě měření pastovitých vzorků je měřen ( pokud to materiál dovoluje ) vzorek s přídavkem stanovovaných kovů.

Odborná skupina hygieny půdy a odpadů , SZÚ Praha

## **Metodický postup stanovení kovů v půdách volných hracích ploch metodou RTG.**

Počet listů : 6  
Strana : 6  
Datum : 11. 9. 2000  
Platnost od: 11.9.2000  
Zpracovala: Ing. Němcová  
Schválil: Ing. Lepší

S každou sérií vzorků je měřen alespoň jeden vzorek referenčního materiálu o vhodné matrici ve formě pelety s deklarovaným obsahem stanovovaných prvků.

### *Regulační diagramy:*

Pro jednotlivé prvky jsou z výsledků kontrolních analýz slepých vzorků a referenčních materiálů zhotovovány regulační diagramy průměrných hodnot. Pokud dojde ke zjištění nestability systému (nedodržení níže uvedených pravidel), je toto neprodleně konzultováno s pracovníkem odpovědným za RTG, v nutném pří