

	Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř	Strana	1
	Jednotné pracovní postupy – analýza rostlinného materiálu	Vydání	3
	40110.1 – Stanovení Cu, Zn, Mn, Fe, Ni, Co, Pb a Cd metodou FAAS	Revize	0

STANOVENÍ Cu, Zn, Mn, Fe, Ni, Co, Pb A Cd METODOU FAAS

1 Účel a rozsah

Postup je určen pro stanovení mědi, zinku, manganu, železa, niklu, kobaltu, olova a kadmia metodou FAAS v mineralizátech rostlinného materiálu, které byly připraveny podle postupů 40034.1 Mineralizace na suché cestě, 40030.1 Mineralizace kyselinou dusičnou a peroxidem vodíku nebo 40032.1 Mineralizace v uzavřeném systému s mikrovlnným ohřevem. V případě zvýšených obsahů prvků je možné ke stanovení použít mineralizáty rostlinného materiálu připravené podle postupů 40020.1 Mineralizace směsí kyseliny sírové, peroxidu vodíku a selenu, 40022.1 Mineralizace kyselinou sírovou (katalytické působení selenu a mědi) nebo 40024.1 Mineralizace podle Kjeldahla s použitím selenu a kyseliny salicylové.

2 Princip

Koncentrace stanovovaných prvků se zjišťuje na základě charakteristické absorpce záření na rezonančních čarách těchto prvků v plameni acetylen-vzduch metodou kalibrační křivky.

3 Chemikálie

- 1 Kyseliny použité pro extrakci nebo mineralizaci vzorků pro modelování matrice při přípravě kalibračních standardních roztoků.
- 2 Acetylen čistý pro FAAS.
- 3 Vzduch tlakový pro FAAS.
- 4 Základní standardní roztoky stanovovaných prvků o koncentraci 1000 mg/l. Je vhodné použít komerčně dodávaný roztok od ověřeného výrobce.
- 5 Pracovní standardní roztoky o koncentraci 100 mg/l.
Příprava: Do 100ml odměrných baněk se pipetuje 10 ml základních standardních roztoků stanovovaných prvků (4). Baňky se doplní po značku roztokem modelujícím matrici vzorků. Připravuje se zvlášť pro každý prvek.
- 6 Pracovní standardní roztoky o koncentraci 10 mg/l.
Příprava: Do 100ml odměrných baněk se pipetuje 10 ml pracovního standardního roztoku (5). Baňky se doplní po značku roztokem modelujícím matrici vzorků. Připravuje se zvlášť pro každý prvek.
- 7 Voda (deionizovaná, demineralizovaná nebo destilovaná).

	Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř	Strana	2
	Jednotné pracovní postupy – analýza rostlinného materiálu	Vydání	3
	40110.1 – Stanovení Cu, Zn, Mn, Fe, Ni, Co, Pb a Cd metodou FAAS	Revize	0

Poznámky

- Postup přípravy kyselin pro modelování matrice kalibračních standardních roztoků je uveden u příslušného mineralizačního resp. extrakčního postupu. Tento postup byl původně ověřen pro mineralizáty vzorků rostlinného materiálu připravené na suché cestě podle postupu 40034.1. Metodika je platná pro navážku 5 g vzorku převedeného do 50 ml objemu roztoku, výsledná koncentrace kyseliny dusičné je 2 mol/l. Kalibrační standardní roztoky se připravují v matrici kyseliny dusičné 2mol/l. Při použití jiného postupu mineralizace je třeba modelovat koncentraci použitých minerálních kyselin tak, aby byla shodná s jejich koncentrací v měřených vzorcích a odpovídala míře ředění vzorku před měřením.*
- Vzhledem k nízkým obsahům některých stanovovaných prvků ve vzorcích rostlin je nezbytné věnovat zvýšenou pozornost čistotě používaných minerálních kyselin a vody pro přípravu kalibračních standardních roztoků. Doporučuje se používat podvarově destilované minerální kyseliny.*

4 Přístroje a pomůcky

- Atomový absorpční spektrofotometr s korektorem nespecifické absorpce a s výbojkami pro stanovované prvky.

5 Pracovní postup

5.1 Příprava kalibračních standardních roztoků

Z pracovních standardních roztoků (5) a (6) se připraví kalibrační standardní roztoky pro konstrukci kalibračních křivek. Kalibrační standardní roztoky se připravují zvlášť pro každý prvek. Baňky se doplňují po značku roztokem modelujícím matrici vzorků (podle příslušného mineralizačního postupu). Postup přípravy je uveden v tabulkách 1 a 2.

Tabulka 1. Příprava kalibračních standardních roztoků pro měď, zinek, železo mangan, nikl a kobalt.

Pořadové č. kalibračního roztoku	1 ^A	2	3	4 ^A	5	6	7
Pracovní standardní roztok	-	(6)	(6)	(5)	(5)	(5)	(5)
Objem odměrné baňky (ml)	250	100	100	250	100	100	100
Pipetovaný objem (ml)	-	5	10	5	5	10	20
Koncentrace prvku (mg/l)	0,00	0,50	1,00	2,00	5,00	10,00	20,00

^A roztoky používané pro rekalibraci přístroje

	Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř	Strana	3
	Jednotné pracovní postupy – analýza rostlinného materiálu	Vydání	3
	40110.1 – Stanovení Cu, Zn, Mn, Fe, Ni, Co, Pb a Cd metodou FAAS	Revize	0

Pro měď, nikl a kobalt se pro kalibraci využívají pouze kalibrační standardní roztoky 1 až 5. Vyšší body kalibrační křivky se využijí jen při překročení koncentračního rozsahu kalibrace. Pro stanovení zinku a manganu se pro kalibraci používají kalibrační standardní roztoky 1 až 6 a pro stanovení železa kalibrační standardní roztoky 1 až 7. Pro vyšší obsahy manganu a železa lze využít méně citlivé analytické čáry a provést kalibraci až do 100 mg/l, resp. 200 mg/l, tj. kalibrační křivka (0, 10, 20, 50, 100, 200) mg/l.

Pro stanovení kadmia se zpravidla využívají pouze kalibrační standardní roztoky 1 až 4, pro stanovení olova kalibrační standardní roztoky 1 až 5. Pokud ani s křemenným koncentrátorem atomů není citlivost stanovení těchto prvků metodou FAAS dostatečná, je třeba využít jinou metodu.

Tabulka 2. Příprava Kalibračních standardních roztoků pro olovo a kadmium.

Pořadové č. kalibračního roztoku	1	2	3	4	5
Pracovní standardní roztok	-	(6)	(6)	(6)	(6)
Objem odměrné baňky (ml)	100	100	100	100	100
Pipetovaný objem (ml)	-	1	2	5	10
Koncentrace prvku (mg/l)	0,00	0,10	0,20	0,50	1,00

5.2 Postup měření

Obsahy prvků se měří v plameni acetylen-vzduch se šterbinovým hořákem o délce 10 cm umístěným v optické ose přístroje s využitím deuteriové korekce nespecifické absorpce. Pro měření většiny uvedených prvků se využívá oxidační plamen. Pro mangan a železo je zpravidla vhodnější plamen stechiometrický. Tabulka 3 uvádí doporučené vlnové délky. Nastavení přístroje (zejména proud pro žhavení výbojek, optická šířka šterbiny, průtoky plynů apod.) se provádí podle doporučení výrobce nebo na základě vlastní optimalizace metody. Integrace signálu probíhá obvykle 3 s po prodlevě pro ustálení signálu 3 s. Měření se provádí metodou kalibrační křivky po dosažení dostatečně stabilizovaných podmínek přístroje (nažhavení výbojky, teplota plamene).

Tabulka 3. Doporučené vlnové délky pro měření.

Prvek	Cu	Zn	Ni	Co	Pb	Cd	Mn	Fe
Vlnová délka (nm)	324,8	213,9	232,0	240,7	217,0	228,8	279,5	248,3

	Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř	Strana	4
	Jednotné pracovní postupy – analýza rostlinného materiálu	Vydání	3
	40110.1 – Stanovení Cu, Zn, Mn, Fe, Ni, Co, Pb a Cd metodou FAAS	Revize	0

Poznámky

- 3 *Pro vyšší obsahy manganu a železa je vhodnější využít méně citlivé čáry. V případě Fe pro obsahy nad 20 mg/l je to čára 372,0 nm a v případě Mn nad 10 mg/l čára 403,1 nm. Pro stanovení manganu a železa ve vyšších koncentracích (vlnové délky 403,1 a 372,0 nm) se korektor nespecifické absorpce nemusí použít.*
- 4 *Pro zvýšení citlivosti stanovení kadmia a olova je při analýze rostlinného materiálu zpravidla nutné využít křemenný koncentrátor atomů. Zvýšení citlivosti stanovení je minimálně trojnásobné. Při použití koncentrátoru atomů je třeba prodloužit dobu pro ustálení signálu nejméně na 5 s. Štěrbínový křemenný koncentrátor atomů nesmí přijít do styku s redukčním plamenem. Životnost křemenných trubic lze významně prodloužit, když se před prvním použitím nejprve zmlžuje roztok o koncentraci 1000 mg/l lanthanu po dobu asi 10 min a tento postup se v průběhu používání trubice periodicky opakuje. Takto upravený křemen lépe vzdoruje slučování s alkáliemi ze vzorků.*
- 5 *Při využití víceprvkových dutokatodových výbojek je třeba použít vyšší žhavicí proud. Při zvyšování žhavicího proudu se zvláště významně mění citlivost a zakřivení kalibrační křivky pro nikl.*
- 6 *Při stanovení zinku je zpravidla nezbytné natočit hořák vzhledem k optické ose přístroje tak, aby absorbance standardu 2 mg/l byla přibližně 0,200.*
- 7 *Přístroj by měl zaručit absorbanci nejméně 0,5 při zmlžování roztoku mědi o koncentraci 5 mg/l.*
- 8 *Vyšší obsahy manganu a železa ve vzorku jsou často indikátorem jeho znečištění zeminou.*
- 9 *Pokud je v mineralizační směsi kyselina sírová, může dojít k vysrážení síranu olovnatého, případně jeho koprecipitaci na síranu vápenatém.*

6 Literatura

- 1 Hoffmann. G. et al: Methodenbuch. I. Die Untersuchung von Böden. 4. Auflage. VDLUFA 1991.
- 2 ISO 11047. Soil quality - Determination of cadmium, chromium, cobalt, copper, lead, manganese, nickel and zinc - Flame and electrothermal atomic absorption spectrometric methods. International Organization for Standardization. 1998.