

	Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř	Strana	1
	Jednotné pracovní postupy – analýza rostlinného materiálu	Vydání	3
	40120.1 – Stanovení beryllia, chromu a hliníku metodou FAAS	Revize	0

STANOVENÍ BERYLLIA, CHROMU A HLINÍKU METODOU FAAS

1 Účel a rozsah

Postup je určen pro stanovení beryllia, chromu a hliníku 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-oxid dusný metodou kalibrační křivky. Ionizační interference se odstraňují přidávkem nadbytku draslíku.

3 Chemikálie

- 1 Kyseliny použité pro extrakci nebo mineralizaci vzorků pro modelování matrice při přípravě kalibračních standardních roztoků.
- 2 Acetylen čistý pro FAAS.
- 3 Oxid dusný a vzduch tlakový pro FAAS.
- 4 Základní standardní roztoky stanovovaných prvků o koncentraci 1000 mg/l. Je vhodné použít komerčně dodávané roztoky od ověřeného výrobce.
- 5 Pracovní standardní roztoky o koncentraci 100 mg/l.

Příprava: Do 100ml odměrné baňky se pipetuje 10 ml základního standardního roztoku (4). Baňka se doplní po značku roztokem modelujícím matrici vzorků. Připravuje se zvlášť pro každý prvek.

- 6 Pracovní standardní roztok o koncentraci 10 mg/l.

Příprava: Do 100ml odměrné baňky se pipetuje 10 ml pracovního standardního roztoku (5). Baňka se doplní po značku roztokem modelujícím matrici vzorků. Připravuje se zvlášť pro každý prvek.

	Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř	Strana	2
	Jednotné pracovní postupy – analýza rostlinného materiálu	Vydání	3
	40120.1 – Stanovení beryllia, chromu a hliníku metodou FAAS	Revize	0

- 7 Pracovní standardní roztok o koncentraci 1 mg/l (připravuje se pouze pro Be).
Příprava: Do 100ml odměrné baňky se pipetuje 10 ml pracovního standardního roztoku (6). Baňka se doplní po značku roztokem modelujícím matici vzorků.
- 8 Ionizační pufr.
Příprava: 38,1 g chloridu draselného se rozpustí v asi 250 ml vody (10). Po rozpuštění se kvantitativně převede do 1000ml odměrné baňky a doplní vodou (10) po značku. Koncentrace roztoku je $c(K^+) = 20,0 \text{ g/l}$.
- 9 Zředěný ionizační pufr.
Příprava: Připraví se desetinásobným zředěním ionizačního pufru (8) vodou (10).
- 10 Voda (deionizovaná, demineralizovaná nebo destilovaná).

Poznámky

- 1 *Postup přípravy kyselin pro modelování matrice kalibračních standardních roztoků je uveden u příslušného mineralizačního postupu.*
- 2 *Vzhledem k nízkým obsahům stanovovaných prvků ve vzorcích rostlinného materiálu (zejména beryllia a chromu) 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

- 1 Atomový absorpční spektrofotometr s korektorem nespecifické absorpce s výbojkami pro stanovované prvky vhodný pro použití plamene oxid dusný-acetylen.
- 2 Dilutor nebo dávkovací pipety o objemu 500 μl a 4500.

5 Pracovní postup

5.1 Úprava vzorků

Varianta I

Do zkumavek o objemu nejméně 6 ml se dávkuje 0,500 ml mineralizátu vzorku a 4,500 ml zředěného ionizačního pufru (9). Měří se po pečlivém promíchání. Tento postup se využívá při stanovení hliníku v některých mineralizátech nebo vzorcích s vysokým obsahem měřených prvků. Výsledná koncentrace draslíku ve zředěném vzorku je 1800 mg/l.

Varianta II

Do zkumavek o objemu nejméně 6 ml se dávkuje 4,500 ml vzorku a 0,500 ml ionizačního pufru (8). Měří se po pečlivém promíchání. U výsledků je třeba provést korekci na zředění vzorků vynásobením faktorem 10/9.

	Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř	Strana	3
	Jednotné pracovní postupy – analýza rostlinného materiálu	Vydání	3
	40120.1 – Stanovení beryllia, chromu a hliníku metodou FAAS	Revize	0

5.2 Příprava kalibračních standardních roztoků

Ze základního standardního roztoku (4) a pracovních standardních roztoků (5), (6) a (7) se připraví kalibrační standardní roztoky pro konstrukci kalibračních křivek. Baňky se doplňují po značku roztokem modelujícím matici vzorků podle příslušného mineralizačního postupu. Při stanovení chromu a beryllia, kdy se nepředpokládá úprava mineralizátů vzorků ředěním, se na každých 100 ml objemu standardního roztoku dále přidává 10 ml ionizačního pufru (8). Postup přípravy kalibračních standardních roztoků pro chrom a beryllium je uveden v tabulkách 1 a 2. Výsledná koncentrace draslíku v kalibračních standardních roztocích je 2000 mg/l. Při stanovení hliníku se do odměrných baněk přidává na každých 100 ml objemu 9 ml ionizačního pufru (8), aby byla zachována stejná koncentrace jako v upravených vzorcích. Postup přípravy kalibračních standardních roztoků pro hliník je uveden v tabulce 3. Výsledná koncentrace draslíku v kalibračních standardních roztocích je 1800 mg/l. Pro stanovení hliníku se podle obsahu kalibrační křivka nastaví buď do 10 mg/l nebo od 10 mg/l do 100 mg/l.

Tabulka 1. Příprava kalibračních standardních roztoků pro chrom (do 100ml odměrných baněk).

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

Tabulka 2. Příprava kalibračních standardních roztoků pro beryllium (do 100ml odměrných baněk).

Pořadové č. kalibračního roztoku	1	2	3	4	5	6
Pracovní standardní roztok	-	(7)	(7)	(6)	(6)	(6)
Pipetovaný objem (ml)	-	10	20	5	10	20
Koncentrace beryllia (mg/l)	0,00	0,10	0,20	0,50	1,00	2,00

	Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř	Strana	4
	Jednotné pracovní postupy – analýza rostlinného materiálu	Vydání	3
	40120.1 – Stanovení beryllia, chromu a hliníku metodou FAAS	Revize	0

Tabulka 3. Příprava kalibračních standardních roztoků pro hliník (do 100ml odměrných baněk).

Pořadové č. kalibračního roztoku	1	2	3	4	5	6	7	8
Pracovní standardní roztok	-	(6)	(6)	(5)	(5)	(5)	(4)	(4)
Pipetovaný objem (ml)	-	10	20	5	10	20	5	10
Koncentrace hliníku (mg/l)	0	1,00	2,00	5,00	10,0	20,0	50,0	100

5.3 Postup měření

Obsahy prvků se měří v redukčním plameni acetylen-vzduch se štěrbinovým hořákem o délce 5 cm umístěným v optické ose přístroje s využitím korekce nespecifické absorpce. Výška červené zóny plamene je asi (15 – 20) mm. Tabulka 4 uvádí doporučené vlnové délky měření. Další přístrojové parametry (proud pro žhavení dutokatodových výbojek, optická šířka štěrbin, průtoky plynů atd.) se nastaví podle doporučení výrobce přístroje nebo na základě optimalizace postupu pro konkrétní přístroj. Měření se provádí metodou kalibrační křivky po dosažení dostatečně stabilizovaných podmínek přístroje (nažhavení výbojky, teplota plamene).

Tabulka 4 . Vlnové délky pro měření jednotlivých prvků.

Prvek	Be	Cr	Al
Vlnová délka (nm)	234,9	357,9	309,3

Poznámky

- 3 Při využití víceprvkových dutokatodových výbojek je třeba použít vyšší žhavicí proud než při použití jednoprvkových výbojek. Při zvyšování žhavicího proudu se může významně měnit citlivost a zakřivení kalibrační křivky.
- 4 Při stanovení hliníku je třeba věnovat velkou pozornost kontaminaci vzorků. Ke kontaminaci může dojít při mletí vzorku z mlecích elementů nebo z jiného kontaktu s materiálem obsahujícím hliník. Pro mineralizaci na suché cestě nelze použít oxalové spalovací kelímky (oxal je slinutý oxid hlinitý).
- 5 Vysoké obsahy hliníku v rostlinném materiálu jsou jedním z indikátorů znečištění vzorku zeminou. Na toto znečištění je možno usuzovat především v případě, kdy jsou anomálně vysoké i obsahy železa a manganu.

	Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř	Strana	5
	Jednotné pracovní postupy – analýza rostlinného materiálu	Vydání	3
	40120.1 – Stanovení beryllia, chromu a hliníku metodou FAAS	Revize	0

- 6 *I přes značnou citlivost stanovení nelze tímto postupem stanovit běžné obsahy beryllia v mineralizátech rostlinného materiálu. Při využití metody ICP-OES je citlivost ještě vyšší, ale stále ještě zpravidla pro běžné obsahy beryllia nedostatečná.*
- 7 *V rostlinném materiálu je obvykle dostatečná koncentrace snadno ionizujících prvků, které působí jako ionizační pufr, takže přídavek draslíku ke vzorkům je v celé řadě případů zbytečný. Možnost vynechání přídatku ionizačního prvku ke vzorkům je však třeba ověřit pro konkrétní matrici.*
- 8 *Koncentrace chromu v mineralizátech rostlinného materiálu je zpravidla podstatně nižší než 1 mg/l a pro přesné stanovení je ve většině případů nutné použít postup atomové absorpce s elektrotermickou atomizací vzorku. Při vyšších obsazích je třeba podrobně prověřit všechny kroky přípravy vzorku z hlediska kontaminace. Ke kontaminaci může dojít při mletí vzorku z mlecích elementů nebo z jiného kontaktu s nerezovým materiálem.*
- 9 *Ionizace chromu, beryllia a hliníku v plameni acetylen-oxid dusný je zcela potlačena již přídatkem 400 mg/l K⁺.*
- 10 *Použití plamene acetylen-vzduch s odstraněním rušení přídatkem lanthanu je možné, ale interference se tímto postupem u některých vzorků pouze omezí. Teprve vyšší teplota plamene oxid dusný-acetylen zaručí odstranění chemických interferencí v plameni pro všechny vzorky a s využitím potlačení ionizace stanovovaných prvků dává správné výsledky.*
- 11 *Hořák je třeba v pravidelných intervalech čistit. Stanovení vyžaduje relativně častou rekaliibraci. Před měřením je třeba nechat plamen 10 min hořet, aby se ustálila tepelná rovnováha.*

6 Literatura

- 1 Zbírál. J.: Stanovení chromu. Závěrečná zpráva vývojového úkolu 25/11/1992. ÚKZÚZ 1992.
- 2 Zbírál. J.: Stanovení beryllia. Závěrečná zpráva vývojového úkolu 26/03/1992. ÚKZÚZ 1992.