STANOVENÍ OBSAHU RTUTI NA PŘÍSTROJI AMA

1 Rozsah a účel

Metoda je určena pro stanovení obsahu rtuti v průmyslových i organických hnojivech metodou atomové absorpční spektrofotometrie.

2 Princip

Metoda je založena na uvolnění par rtuti ze vzorku, který se v proudu kyslíku postupně vysuší a rozloží programovatelným nárůstem teploty. Proud kyslíku vede spaliny spolu se rtutí přes katalyzátor, kde dojde k dokonalé oxidaci spalin a k odstranění nežádoucích složek. Rtuť se zachytí na amalgamátoru, který se následně zahřeje a uvolněné páry rtuti se vedou do měřicího prostoru, kde se měří pokles intenzity záření rtuťové výbojky v závislosti na obsahu rtuti.

3 Chemikálie

Používají se chemikálie analytické čistoty, pokud není uvedeno jinak.

1 Destilovaná nebo deionizovaná voda.

2 Kyselina chlorovodíková, HCl, koncentrovaná, $\rho = 1{,}19\ g/cm^3$.

3 Kyselina dusičná, HNO_3, koncentrovaná, 65% (w/w).

4 Dichroman draselný, $K_2Cr_2O_7$, 1% roztok.

Příprava: Naváží se 1g dichromanu draselného do skleněné lodičky a kvantitativně se převede pomocí asi 90 ml vody (1) do 100ml odměrné baňky. Po vytemperování na laboratorní teplotu se doplní po značku vodou (1) a promíchá.

5 Kyslík, čistota 2.5 nebo vyšší.

6 Základní standardní roztok rtuti, c(Hg) = 1 g/l v 5% roztoku HNO_3. Používá se komerčně dodávaný roztok.

7 Pracovní standardní roztoky.

Pracovní standardní roztok I, c(Hg) = 10 mg/l.

Příprava: Do 250ml odměrné baňky se pipetuje 2,5 ml základního standardního roztoku (6) a doplní se vodou (1) po značku a promíchá.

Pracovní standardní roztok II, c(Hg) = 1 mg/l.

Příprava: Do 250ml odměrné baňky se pipetuje 25 ml pracovního standardního roztoku I, doplní se vodou (1) po značku a promíchá.

Poznámky

1 Pro roztoky rtuti je nutné používat pouze skleněné nádobky, ne plastové.

4 Přístroje a pomůcky

1 Analytické váhy s přesností 0,0001 g.

2 Jednoúčelový analyzátor rtuti AMA 254.

3 Lodičky na vzorek.

4 Ruční dávkovací mikropipeta.

5 Postup

Kalibrace

Kalibrační roztoky se připraví podle tabulky č. 1 a 2.

Tabulka č. 1. Příprava kalibračních roztoků pro rtuť – rozsah 1.

Kalibrační bod	Objem pracovního standardního roztoku II (7) (ml)	Objem odměrné baňky (ml)	Absolutní hodnota Hg (ng)	c(Hg) (mg/l)
0	0	100	0	0
1	5	100	5	0,05
2	10	100	10	0,1
3	20	100	20	0,2
4	30	100	30	0,3
5	40	100	40	0,4

Tabulka č. 2. Příprava kalibračních roztoků pro rtuť – rozsah 2.

Kalibrační bod	Objem pracovního standardního roztoku I (7) (ml)	Objem odměrné baňky (ml)	Absolutní hodnota Hg (ng)	c(Hg) (mg/l)
1	10	100	100	1
2	20	100	200	2
3	30	100	300	3
4	40	100	400	4
5	50	100	500	5

Do 100ml odměrných baněk s pracovním standardním roztokem se přidá 1 ml koncentrované kyseliny dusičné (3), 0,1 ml kyseliny chlorovodíkové (2) a 1 ml roztoku dichromanu draselného (4). Baňky se doplní vodou (1) po značku a promíchají se. Všechny kalibrační roztoky se dávkují do lodičky o objemu 0,1 ml.

Poznámky

2 Při běžném provozu se pouze kontroluje správnost kalibrace a vlastní kalibrace se opakuje jen při nevyhovujícím výsledku kontroly. Kalibrace je nutná vždy po výměně katalytické trubice nebo amalgamátoru a při změně průtoku kyslíku.

3 Přídavek 1% roztoku dichromanu draselného zvyšuje stabilitu kalibračních roztoků.

Měření obsahu rtuti

Před každým měřením se ověří správnost kalibrace proměřením 1 kalibračního roztoku. Koncentrace kalibračního roztoku k ověření se volí podle předpokládaného obsahu rtuti v měřených vzorcích.

Analyzátor rtuti se uvede do provozu a pracovní parametry se nastaví podle doporučení výrobce.

Do niklové lodičky se naváží (20 – 150) mg vzorku s přesností 0,0001 g, lodička se umístí do držáku přístroje a spustí se analytický cyklus, který se skládá ze tří kroků - sušení, rozklad a prodleva.

Při stanovení kapalných vzorků je doba sušení 70 s na každých 100 µl vzorku. Doba rozkladu je pro běžné vzorky 120 s a prodleva 60 s. Při stanovení vzorků kalů, a případně vzorků s vysokým obsahem organických látek, je třeba krok rozkladu prodloužit na (150 – 210) s a prodlevu na 90 s.

Měření rtuti v každém vzorku se provádí minimálně ve dvou paralelních stanoveních (ve dvou navážkách).

V každé sérii vzorků se provede i stanovení vhodného IRM.

Poznámky

4 *Navážka vzorku se řídí podle typu vzorku a jeho vlastností. Obsah rtuti může být stanoven v navážce pevného nebo kapalného vzorku nebo extraktu vzorku (např. v lučavce královské).*

5 *Doba sušení, rozkladu a prodlevy závisí na typu vzorku (kapalný, pevný, organického nebo minerálního charakteru) a vychází se z návodu na obsluhu přístroje. V průběhu prodlevy před začátkem měřicího cyklu dochází k odstranění spalin z měřicího prostoru. Při příliš krátké prodlevě by mohlo docházet k nespecifické absorpci a tím ke zkreslení analýzy.*

6 *Pokud dojde u některých vzorků k deformaci signálu rtuti (dvojitý pík, příliš roztažený pík apod.), je nutné upravit teplotní cyklus zpracování vzorku. Především prodloužit dobu rozkladu a čekání.*

7 *Je nutné věnovat pozornost včasnému čistění aparatury, které následuje vždy po měření vzorků s vyššími obsahy rtuti, aby se odstranilo zbytkové množství rtuti v aparatuře.*

8 *Při stanovení rtuti v extraktech lučavkou královskou je životnost lodičky asi 50 jednotlivých odpalů.*

9 *Pro většinu hnojiv je rozdíl mezi celkovým obsahem rtuti stanoveným z navážky původního vzorku a obsahem rtuti stanoveným z roztoku lučavky královské zanedbatelný. V mineralizátu lučavky královské se přednostně stanovují vzorky s vysokým obsahem fosfátů a apatitu.*

6 Vyjádření výsledků

6.1 Přístroj umožňuje výstup výsledků přímo v mg/kg naváženého vzorku nebo mg/l dávkovaného kapalného vzorku.

Výsledkem je aritmetický průměr, vypočítaný z minimálně dvou měření, vyjádřený v mg/kg.

6.2 Obsahu rtuti ve výluhu lučavky královské W_{Hg} vyjádřený hmotnostním zlomkem v mg/kg se vypočítá podle vztahu

$$W_{Hg} = \frac{M_{Hg} \times V}{n}$$

M_{Hg} obsah naměřené hodnoty Hg, (mg/l)

V celkový objem extraktu lučavky královské (ml),

n navážka vzorku pro přípravu extraktu lučavky královské, (g).

6.3 Výsledek obsahu Hg v hnojivech s podílem organické složky se vyjadřuje v sušině. Pro přepočet se použije vztah

$$W_{Hgs} = \frac{W_{Hg} \times 100}{s}$$

W_{Hg} obsah rtuti v původním vzorku v mg/kg,

s sušina měřeného vzorku v %.

7 Literatura

1 Příloha č. 2 k vyhlášce 273/1998 Sb. ve znění pozdějších předpisů, postup 10.1.2.3 a 10.2.2.3.