


| | | | |
|---|--|--------|---|
|  | Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř | Strana | 1 |
| | Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv 10420.1 – Stanovení obsahu rtuti na přístroji AMA | Vydání | 1 |
| | | Revize | 1 |

STANOVENÍ OBSAHU RTUTI NA PŘÍSTROJI AMA

1 Rozsah a účel

Metoda specifikuje podmínky pro stanovení rtuti v krmivech. Stanovení je určeno pro přímé stanovení rtuti v upraveném vzorku krmiv.

2 Princip

Rtuť v krmivech se stanoví technikou generování par kovové rtuti s následným zachycením a obohacením na zlatém amalgamátoru. Vzorek 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 kvantitativně zachytí v amalgamátoru, který se následně zahřeje a uvolněné páry rtuti se vedou do měřicího přístroje, kde se měří pokles intenzity záření rtuťové výbojky způsobený přítomností atomů rtuti.

3 Chemikálie


Používají se chemikálie analytické čistoty, pokud není uvedeno jinak.

- 1 Kyselina dusičná, HNO_3 , koncentrovaná 65%, $\rho = 1,40 \text{ g/ml}$.
- 2 Základní certifikovaný standardní roztok rtuti o koncentraci 1000 mg/l.
- 3 Voda (deionizovaná, demineralizovaná nebo destilovaná).
- 4 Kyslík technický.
- 5 Dichroman draselný, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, 1% roztok.

Příprava: 1 g dichromanu draselného se rozpustí v 70 ml vody (3), převede do 100ml odměrné baňky a doplní po značku vodou (3).

Poznámky

- 1 *Je potřeba věnovat pozornost čistotě používaného kyslíku. Pro vyloučení možnosti kontaminace přístroje z kyslíkové bomby je vhodné používat kyslík určený pro lékařské účely.*
- 2 *Pokud je to nutné, musejí být chemikálie přečištěny (např. podvarovou destilací).*

| | | | |
|---|--|--------|---|
|  | Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř | Strana | 2 |
| | Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv 10420.1 – Stanovení obsahu rtuti na přístroji AMA | Vydání | 1 |
| | | Revize | 1 |

4 Přístroje a pomůcky

- 1 Jednouúčelový analyzátor stopových množství rtuti AMA 254 (TMA).
- 2 Ruční dávkovací mikropipeta.
- 3 Analytické váhy.
- 4 Navažovací lodičky (niklové, platinové).
- 5 Pinzeta.

Poznámky

- 3 *Pro roztoky rtuti je nutné používat pouze skleněné nádoby, ne plastové.*
- 4 *Veškeré pomůcky používané při měření je nutno bezprostředně před použitím vyžít v plameni do červeného žáru, aby se odstranila možná kontaminace z okolí.*

5 Pracovní postup

5.1 Příprava kalibračních roztoků a kalibrační křivky

Pracovní standardní roztok (ST1): Ze základního standardního roztoku rtuti o koncentraci 1000 mg/l (2) se připraví ředěním pracovní standardní roztok ST1 o koncentraci rtuti 100 mg/l.

Postup: 10 ml základního standardního roztoku rtuti (2) se pipetuje do 100ml odměrné baňky a doplní vodou (3).

Pracovní standardní roztok (ST2): Z pracovního standardního roztoku ST1 o koncentraci 100 mg/l se připraví ředěním pracovní standardní roztok ST2 o koncentraci rtuti 5 mg/l.

Postup: 5 ml pracovního standardního roztoku ST1 se pipetuje do 100ml odměrné baňky a doplní vodou (3).

Kalibrační standardní roztoky pro kalibraci prvního rozsahu: Z pracovního standardního roztoku ST2 se pipetuje (0; 1; 2; 4; 6; 8; 10) ml do 100ml odměrných baněk, do každé baňky se přidá 1 ml koncentrované kyseliny dusičné (1) a doplní se vodou (3) po značku.


1 ml kalibračního roztoku obsahuje (0; 0,05; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5) µg rtuti.

Kalibrační standardní roztoky pro kalibraci druhého rozsahu: Z pracovního standardního roztoku ST1 o koncentraci rtuti 100 mg/l se pipetuje (0; 1; 2; 3; 4; 5; 6) ml do 100ml odměrných baněk, do každé baňky se přidá 1 ml koncentrované kyseliny dusičné (1) a doplní se vodou (3) po značku.

1 ml kalibračního roztoku obsahuje (0; 1; 2; 3; 4; 5; 6) µg rtuti.

5.2 Kalibrace analyzátoru

Analyzátor rtuti (1) se uvede do provozu a nastaví se pracovní parametry podle návodu výrobce. Při kalibraci je nutno vzít v úvahu existenci staré kalibrace. Původní hodnoty je možné buď zrušit, nebo zamaskovat.

| | | | |
|---|--|--------|---|
|  | Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř | Strana | 3 |
| | Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv 10420.1 – Stanovení obsahu rtuti na přístroji AMA | Vydání | 1 |
| | | Revize | 1 |

Doporučené koncentrace kalibračních roztoků pro první rozsah (0,05; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5) µg rtuti odpovídají množství rtuti (5; 10; 20; 30; 40; 50) ng Hg při dávkování 100 µl.

Doporučené koncentrace kalibračních roztoků pro druhý rozsah (1; 2; 3; 4; 5; 6) µg rtuti odpovídají množství rtuti (100; 200; 300; 400; 500; 600) ng Hg při dávkování 100 µl.

Poznámky

- 5 *Kalibrace analyzátoru AMA je velmi stabilní. Platí pro týdny až měsíce, proto postačuje platnost kalibrace pouze ověřovat. 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, amalgamátoru a při změně průtoku kyslíku.*
- 6 *Správnost se kontroluje při stanovení obsahu rtuti v krmivech pouze pro první kalibrační rozsah přístroje stanovením obsahu rtuti ve 100 µl standardního roztoku o obsahu 100 µg/l. Pro kontrolu správnosti lze také použít interní referenční materiál.*
- 7 *Před každým stanovením se stanoví tzv. blank, což je signál, který se získá bez nadávkování vzorku do přístroje. Hodnotu přístrojového blanku je třeba sledovat a dbát, aby byla tato hodnota co nejnižší (ověří se opakovaným dávkováním prázdné lodičky do přístroje a dosažením minimální odezvy).*
- 8 *Stabilitu kalibračních roztoků je možné zvýšit přidávkem 1 ml roztoku dichromanu draselného (5) na každých 100 ml kalibračního standardního roztoku.*


5.3 Postup měření

Navážka upraveného vzorku krmiva v rozsahu 20 mg až 150 mg (obvykle se navažuje 100 mg upraveného vzorku) v niklové lodičce se umístí do držáku přístroje a spustí se analytický cyklus.

Postup termického zpracování vzorku je volitelný. Skládá se ze tří kroků - sušení, rozklad a prodleva. Po těchto krocích probíhá vlastní měřicí cyklus. Pro běžné vzorky krmných směsí je plně dostačující doba sušení 20 s až 30 s, doba rozkladu je pro běžné vzorky 240 s a prodleva 60 s. Při stanovení vzorků o vysokém obsahu tuků je třeba krok sušení, rozkladu i prodlevy prodloužit.

Poznámky

- 9 *V průběhu prodlevy před začátkem měřicího cyklu dochází k odstranění plynných částí z měřicího prostoru. Při příliš krátké prodlevě by mohlo docházet k nespecifické absorpci a tím i ke zkreslení analýzy.*
- 10 *Pokud dojde u některých vzorků k deformaci signálu rtuti (dvojitý pik, příliš roztažený pik apod.), je nutné upravit teplotní cyklus zpracování vzorku, především prodloužit dobu rozkladu a prodlevy.*

| | | | |
|---|--|--------|---|
|  | Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř | Strana | 4 |
| | Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv 10420.1 – Stanovení obsahu rtuti na přístroji AMA | Vydání | 1 |
| | | Revize | 1 |

- 11 *Při stanovení obsahu rtuti v kontaminovaných vzorcích může dojít k významnému překročení měřicího rozsahu přístroje, po kterém je třeba v řadě opakovaných cyklů při dávkování vody (3) přístroj zbavit nadbytkem rtuti. Vyčištění přístroje trvá i několik hodin. Při extrémním překročení rozsahu přístroje je zpravidla třeba vyměnit spojovací silikonové hadičky v celé měřicí části přístroje. Indikace této závady i podrobný postup jejího odstranění je uveden v návodu k použití.*

6 Výpočet a vyjádření výsledků

Po ukončení analýzy software přístroje vypočte ze zadané navážky vzorku krmiva (v mg) obsah rtuti v měřeném vzorku v mg/kg.