	Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř	Strana	1
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv 10490.1 – Stanovení obsahu thalia metodou ICP-MS	Vydání	1
		Revize	1

STANOVENÍ OBSAHU THALIA METODOU ICP-MS

1 Rozsah a účel

Metoda specifikuje podmínky pro stanovení obsahu thalia v krmivech organického původu metodou hmotnostní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem (ICP-MS).

2 Princip

Thalium se stanoví v mineralizátu vzorku metodou hmotnostní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem (ICP-MS).


3 Chemikálie

Používají se chemikálie analytické čistoty, pokud není uvedeno jinak.

- 1 Kyselina dusičná koncentrovaná, HNO₃, podvarově destilovaná.
- 2 Kyselina dusičná, HNO₃, 5%.
Příprava: Do 1000ml odměrné baňky se nalije 500 ml vody (3), přidá se 79 ml kyseliny dusičné (1). Po vytemperování se doplní vodou (3) po značku.
- 3 Voda, (ultračistá).
- 4 Peroxid vodíku, 30%.
- 5 Kyselina dusičná, HNO₃, c(HNO₃) = 0,5 mol/l.
Příprava: Do 1000ml odměrné baňky se nalije 800 ml vody (3), přidá se 35 ml kyseliny dusičné (1). Po vytemperování se doplní vodou (3) po značku.
- 6 Standardní zásobní roztok thalia o koncentraci c = 1000 mg/l. Dodává se komerčně.
- 7 Standardní zásobní roztok vnitřního porovnávacího prvku (Bi) o koncentraci c = 1000 mg/l. Dodává se komerčně.
- 8 Argon, čistota 4.8 nebo vyšší.

4 Přístroje a pomůcky

- 1 Hmotnostní spektrometr s indukčně vázaným plazmatem.
- 2 Podvarové destilační zařízení, celoteflonové.
- 3 Zařízení pro přípravu ultračisté vody.

	Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř	Strana	2
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv 10490.1 – Stanovení obsahu thalia metodou ICP-MS	Vydání	1
		Revize	1

- 4 Analytické váhy s přesností 0,0001 g.
- 5 Mineralizační zařízení dvacetimístné se zpětnými vodními chladiči a programátorem teploty.
- 6 Automatické dávkovače (1 – 10) ml.
- 7 Laboratorní sklo.
- 8 Filtrační papír střední hustoty.
- 9 Plastové odměrné baňky se zátkami, 25 ml a 50 ml.
- 10 Automatické pipety (20 – 5000 μ l).
- 11 Plastové zkumavky (10 – 15 ml).

Poznámky

1 *Plastové a skleněné odměrné baňky jsou naplněny kyselinou dusičnou (2) nejméně 24 h před měřením. Před vlastní přípravou kalibračních roztoků jsou vypláchnuty vodou (3). Plastové zkumavky jsou nejméně 24 h ponořeny v kyselině dusičné (2), poté opláchnuty vodou (3), vysušeny a uchovávány ve vzduchotěsných plastových boxech. Extrakty se ředí do suchých zkumavek.*

5 Postup


5.1 Mineralizace vzorku

Do tuby se naváží 1 g vzorku. Pomocí dávkovače se přidá 8 ml kyseliny dusičné (1). Tuba se umístí do mineralizačního bloku a nasadí se zpětný chladič. Nechá se takto stát přes noc. Ráno se přidá 10 ml koncentrovaného peroxidu vodíku (4), umístí se opět do mineralizačního bloku a zahřívá se 2 h při 150 °C. Po vychladnutí se obsah tuby kvantitativně převede kyselinou dusičnou (5) do 50ml skleněné odměrné baňky a doplní se po značku. Filtruje se přes filtrační papír do plastových nádobek.

5.2 Příprava kalibračních roztoků (TI)

Pro stanovení obsahu thalia se používá externí kalibrace s vnitřním porovnávacím prvkem. Kalibrační standardy se připraví vhodným naředěním základního standardního roztoku (6).

Do 50ml odměrné baňky se pipetuje 50 μ l standardního roztoku (6), přidá se 1,0 ml kyseliny dusičné (1) a doplní se po značku vodou (3). Připravený roztok obsahuje 1 mg/l thalia. Z takto připraveného roztoku se pipetuje (25; 125; 250; 500; 1250) μ l do 25ml plastových odměrných baněk, přidá se 0,5 ml kyseliny dusičné (1) a doplní po značku vodou (3). Takto připravené kalibrační roztoky obsahují (1,0; 5,0; 10; 20; 100) μ g/l TI. Standard o koncentraci 0 μ g/l se připraví stejným způsobem vyjma pipetování roztoku analytu. Do 25ml plastové odměrné baňky se pipetuje 0,5 ml kyseliny dusičné (1) a doplní se vodou (3).

	Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř	Strana	3
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv 10490.1 – Stanovení obsahu thalia metodou ICP-MS	Vydání	1
		Revize	1

5.3 Příprava roztoku vnitřního porovnávacího prvku (Bi)

Ze základního certifikovaného standardního roztoku (7) se připraví roztok o koncentraci 10 mg/l. Ze základního roztoku se pipetuje 500 µl do 50ml odměrné baňky, přidá se 1 ml kyseliny dusičné (1) a doplní vodou (3) po značku. Z tohoto roztoku se dalším ředěním připraví roztok o koncentraci 100 µg/l: 2000 µl připraveného roztoku se pipetuje do 200ml odměrné baňky, přidají se 4 ml kyseliny dusičné (1), doplní se po značku vodou (3).

5.4 Příprava mineralizátů pro analýzu

Pro měření se mineralizáty ředí 5 × respektive 10 × do plastových zkumavek o objemu 10 ml až 15 ml. Pipetuje se 1000 µl (respektive 500 µl) extraktu a 4000 µl (respektive 4500 µl) vody (3). Extrakty se ředí vždy v den měření do suchých zkumavek.

5.5 Stanovení metodou ICP-MS

Ladění přístroje a naladění p/a faktoru se provede podle postupu doporučeného výrobcem. Měření probíhá v normálním módu na izotopu Tl(205). Jako vnitřní porovnávací prvek se používá Bi(209). Během měření jsou zjištěné koncentrace u ředěných extraktů automaticky přepočítávány na původní neředěné extrakty.

6 Kontrola kvality

S každou sérií vzorků se provede analýza interního referenčního materiálu (IRM). V každé sérii je třeba zařadit alespoň jeden slepý pokus.

7 Výpočet a vyjádření výsledků

Koncentrace analytu v roztoku zkušební vzorku a v roztoku slepého pokusu se vypočtou z kalibrační rovnice. Tento výpočet provádí přímo vyhodnocovací program přístroje. Pokud je hodnota slepého pokusu vyšší než přípustná hodnota stanovená v průběhu validace metody, je třeba zjistit příčinu a odstranit ji. V tomto případě není možné vyhodnocení změřených vzorků, stejně jako v případě, že naměřená hodnota IRM neodpovídá požadovaným parametrům. Pokud jsou parametry slepého pokusu a IRM vyhovující, vypočte se výsledná koncentrace prvku ve vzorku po odečtení slepého pokusu podle vztahu

$$X_{elem} = \frac{(C_V - C_B) \times V}{m}$$

kde

X_{elem} je obsah prvku vyjádřený v mg/kg,

C_V koncentrace příslušného prvku v extraktu vzorku v µg/l, odečtená z kalibračního grafu,

C_B koncentrace příslušného prvku v µg/l v roztoku slepého pokusu,

m hmotnost navážky vzorku v g,

V celkový objem filtrátu nebo extraktu v l.