

**Jakost vod - Stanovení celkové rtuti termickým rozkladem,
amalgamací a atomovou absorpční spektrometrií**

Water quality - Determination of total mercury by thermal decomposition, amalgamation and atomic absorption spectrometry

Obsah

Strana

Předmluva 3

1 Předmět normy 4

2 Citované normativní dokumenty 5

3 Termíny a definice 5

4 Podstata zkoušky 6

5 Materiály a chemikálie 6

6 Přístroje a pomůcky 8

7 Odběr a uchovávání vzorků 8

8 Postup zkoušky 9

9 Výpočet 10

10 Uvádění výsledků 10

11 Protokol o zkoušce 10

Příloha A (informativní) Údaje o shodnosti a správnosti 11

Bibliografie 12

Předmluva

Vypracování normy

Zpracovatel: HYDROPROJEKT CZ a.s., Praha, IČ 26475081, Ing. Lenka Fremrová

Technická normalizační komise: TNK 104 Jakost vod

Pracovník Úřadu pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví: Ing. Gabriela Šimonová

1 Předmět normy

1.1 Oblast použití

Tato norma platí pro stanovení celkové rtuti ve vzorcích všech druhů vod. Formy výskytu rtuti v přírodě a ve vodách, jejich vlastnosti a význam shrnuje monografie [1].

V základním provedení je metoda použitelná pro analýzu vzorků vod bez předchozí chemické úpravy. Alternativně je možno tuto metodu použít ke stanovení rtuti ve vyluzích tuhých vzorků (např. kalů) nebo ve vzorcích po úplném rozkladu. Postupy provedení vyluhů nebo rozkladů nejsou součástí této normy.

1.2 Pracovní rozsah

Pracovní rozsah metody závisí na zkoušeném objemu vzorku a na použitém analyzátoru. Pro zkoušený objem 500 ml je pracovní rozsah od 0,1 mg/l do 50 mg/l. Obvyklý dynamický rozsah analyzátoru je od 0,05 ng do 600 ng (absolutní hmotnost rtuti ve zkoušeném objemu). Pro vyšší koncentrace se používá menší zkoušený objem, obvykle 200 ml, nebo se vzorek ředí. Ředěním se zlepšuje shodnost a správnost výsledků. Vzhledem k paměťovému efektu není vhodné při analýze neznečištěné vody rutinně používat vyšší oblast rozsahu přístroje. Stanovení nižších koncentrací Hg než 0,1 mg/l je možné po zkoncentrování vzorku opakovaným dávkováním zkoušeného objemu a odpařením vzorku přímo v dávkovacím zařízení přístroje.

POZNÁMKA Při zkoušeném objemu 200 ml a koncentrací Hg 0,2 mg/l je variační koeficient opakovatelnosti 10 %.

1.3 Rušivé vlivy

Rušivý vliv adsorpce a desorpce Hg na stěnách laboratorního skla je stejný jako u metody podle ČSN EN 1483. Totéž platí o znečištění prostředí laboratoře a chemikálií použitých pro konzervaci vzorků. Chemické a instrumentální rušivé vlivy jsou odlišné, což odpovídá odlišné podstatě zkoušky. Rušivé vlivy matrice snižuje amalgamace, která zajišťuje vysokou selektivitu.

1.3.1 Organické látky

Rušivý vliv organických látek se odstraní termickým rozkladem vzorku.

1.3.2 Anorganické látky

Halogeny, oxidy dusíku a oxidy síry se po dokončení oxidace v katalytické peci zachytí na bazických složkách katalyzátoru, a proto neruší, je-li instrumentace řádně udržována. Neruší také prvky tvořící hydridy (As, Bi, Sb a Se), které (od určité koncentrace) ruší stanovení Hg jinými metodami.

1.3.3 Nehomogenita vzorku

Malý dávkovaný objem klade vyšší nároky na homogenitu vzorků (u vod, které obsahují nerozpuštěné látky, je nutná dokonalá homogenizace nebo oddělená analýza tuhé a kapalné fáze vzorku). Dávkování nehomogenních vzorků zhoršuje shodnost výsledků.

1.3.4 Paměťový efekt

Paměťový efekt se projevuje vždy po měření vyšších koncentrací Hg (nad 10 mg/l). Musí být kontrolován a udržován na úrovni menší než 1 % měřené koncentrace. Proto není vhodné při analýze vody s nízkou koncentrací Hg kalibrovat vyšší rozsah přístroje. Znečištění přístroje vzorkem s vysokou koncentrací Hg se předchází tak, že se u neznámých vzorků provede nejdříve orientační stanovení s velmi malým zkoušeným objemem vzorku (méně než 20 ml). Potenciálním rizikem je znečištění přístroje kyslíkem, nebo ovzduším laboratoře, které mohou obsahovat stopy Hg. Vyčištění se provede dlouhodobým nepřerušovaným proplachováním přístroje čistým kyslíkem (bez Hg) nebo jiným čistým neagresivním plynem (vzduchem, argonem, dusíkem, oxidem uhličitým). Lodička dávkovacího zařízení se čistí tak, že se před použitím vyžihá v plameni do červeného žáru.

POZNÁMKA Pokud nelze analyzovat odděleně řadu vzorků s nízkou koncentrací (méně než 25 ng ve zkoušeném objemu) a řadu vzorků s vysokou koncentrací (více než 400 ng ve zkoušeném objemu), doporučuje se provádět mezi vzorky slepé stanovení s prodlouženou dobou rozkladu. Doba rozkladu se stanoví experimentálně tak, aby byla postačující k omezení paměťového efektu.

Větším paměťovým efektem, sníženou citlivostí a horší shodností výsledků se projevuje vyčerpání náplně katalyzátoru (např. dávkováním vzorků s vysokou koncentrací kyseliny dusičné či sírové po mineralizaci na mokré cestě) a částečná pasivace nebo chybné umístění amalgamátoru.

Konec náhledu - text dále pokračuje v placené verzi ČSN v anglickém jazyce.