

ÚSTAV ANALYTICKÉ CHEMIE

Náplň praktického cvičení Stanovení celkové koncentrace a speciální analýza jodu v podzemních vodách pomocí hmotnostní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem

Meziuniverzitní laboratoř pro „in situ“ výuku transportních
procesů v reálném horninovém prostředí

Oto Mestek a Antonín Kaňa



**VYSOKÁ ŠKOLA
CHEMICKO-TECHNOLOGICKÁ
V PRAZE**

2014

1 Úvod

Cílem laboratorního cvičení “Stanovení celkové koncentrace jodu a speciální analýza jodu v podzemních vodách” je sledování mobility a případné změny speciace jodu v horninovém prostředí. Odběr vzorků bude proveden v podzemní laboratoři Josef, podrobnosti lze nalézt v samostatném textu týkajícím se odběru. Vlastní zkouška bude po transportu vzorků provedena v laboratoři atomové spektrometrie Ústavu analytické chemie VŠCHT. Laboratoř je plně vybavena pro stopovou prvkovou analýzu metodou hmotnostní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem spektrometrem PE DRC-e a speciální analýzy se provádí pomocí spojení s kapalinovým chromatografem Perkin Elmer, viz obr. 1. Přístroje jsou umístěny v klimatizované místnosti s přívodem filtrovaného vzduchu (obr. 2), což minimalizuje možnou kontaminaci analyzovaných vzorků. Laboratoř je dále vybavena zařízením pro přípravu demineralizované vody Milli-Q, mikrovlnným rozkladným zařízením pro rozklad vzorků v uzavřených nádobách a dalším zařízením nezbytným pro provádění chemických analýz (analytické váhy, pH metr, automatické dávkovače apod).



Obr. 1: Vybavení laboratoře atomové spektrometrie



Obr. 2: Přístup do klimatizované a bezprašné laboratoře atomové spektrometrie

2 Náplň praktického cvičení

2.1 Postup cvičení

Náplň praktického cvičení je provedení a vyhodnocení stanovení celkové koncentrace jodu ve vodách odebraných ve škole metodou hmotnostní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem (ICP-MS) a stanovení koncentrace jodidu a jodičnanu ve vodách odebraných ve škole Josef pomocí on-line spojení iontové výměnné chromatografie a hmotnostní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem.

Pro stanovení celkové koncentrace jodu v odebraných vodách studenti vzorek stabilizují roztokem hydroxidu tetramethylamonného. Ze základního roztoku si připraví pracovní kalibrační roztoky a po vytvoření měřicí metody pro ovládání spektrometru provedou stanovení. Vyhodnocení koncentrace jodu ve vzorku je v tomto případě provedeno automaticky softwarem spektrometru.

Pro provedení speciální analýzy pomocí spojení kapalinové chromatografie a hmotnostní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem se vzorek analyzuje neupravený. Studenti si připraví

kalibrační roztoky obou sledovaných specií jodu a postupně provedou měření kalibračních roztoků a vzorků vod ze štol Josefa. Vyhodnocení ploch píků jednotlivých specií ze záznamů o měření studenti provedou pomocí software pro spojení ICP-MS a HPLC a výpočet průběhu kalibračních závislostí a koncentrace specií provedou pomocí tabulkového editoru Excel.

Práce se spektrometrem i chromatografem se provádí podle pokynů vyučujícího asistenta. Toto laboratorní cvičení vyžaduje od studentů alespoň základní dovednosti při práci s hmotnostním spektrometrem. Cvičení proto v systému výuky v Ústavu analytické chemie VŠCHT navazuje na úlohu *Hmotnostní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem*, ve které se studenti již seznámili s hlavními zásadami práce se spektrometrem ICP-MS, jeho spouštěním do provozu, ovládáním, vytvářením měřících metod, optimalizací, kalibrací, měřením a zpracováním výsledků. Tyto zásady jsou popsány v pracovním textu pro podzemní výukové středisko JOSEF *Hmotnostní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem*, VŠCHT, 2010.

2.2 Výstupy cvičení

Výstupem cvičení je písemně zpracovaný protokol o průběhu cvičení. Kromě principu měření metodou ICP-MS musí protokol obsahovat tabelárně a graficky zpracované všechny výsledky měření. V protokolu musí být dále uvedeny podmínky, při kterých bylo měření prováděno, tj. zvolený izotop, doba integrace signálu, průtok argonu zmlžovačem, průtok reakčního plynu, příkon do plazmatu a podmínky chromatografické separace.