

**Atomová absorpční spektrometrie - stanovení rtuti
pomocí analyzátoru AMA 254**

pracovní text pro Podzemní výukové středisko JOSEF

Jana Komínková



**VYSOKÁ ŠKOLA
CHEMICKO-TECHNOLOGICKÁ
V PRAZE**

2010

Obecné základy

Analyzátor rtuti AMA 254

Advanced mercury analyser AMA 254 je jednoúčelový atomový absorpční spektrofotometr pro stanovení rtuti. Je určen pro přímé stanovení obsahu rtuti v pevných a kapalných vzorcích bez potřeby chemické předúpravy vzorku (mineralizace apod.). Využitím techniky generování par kovové rtuti s následným zachycením a nabohacením na zlatém amalgamátoru se dosahuje mimořádně vysoké citlivosti stanovení a nezávislosti výsledku stanovení na matici vzorku.

Vzorek o známé navážce či objemu je umístěn na spalovací lodičku a povelom z řídicího počítače je zaveden do spalovací trubice. Řízeným ohřevem spalovací pece je vzorek vysušen a poté spálen (v případě nehořlavého vzorku je rtuť ohřevem uvolněna). Rozkladné produkty procházejí přes katalyzátor, kde je dokončena jejich oxidace a jsou zachyceny látky kyselého povahy (halogeny, oxidy síry atd.).

Rozkladné produkty jsou dále vedeny přes amalgamátor, kde je selektivně zachycena rtuť. Protože rozkladné produkty obvykle obsahují vodní páru, je celá plynová cesta až po výstup z bloku měřících kyvet vyhřívána na 120°C, aby se zabránilo kondenzaci vody.

Po dokončení rozkladu vzorku a stabilizaci teploty je změřeno zachycené množství rtuti. Rtuť je z amalgamátoru uvolněna krátkodobým ohřevem. Oblak rtuťových par je nosným plynem unášen přes delší měřící kyvetu (měřeno jako 1. pík). Pak se veškerá rtuť shromáždí ve zpoždovací nádobce a z ní vstupuje do kratší měřící kyvety. Zde je měřena absorbance záření atomy rtuti na vlnové délce 253,65 nm a vyhodnocena metodou externí kalibrace. Jako zdroj záření slouží nízkotlaká rtuťová výbojka, záření prochází interferenčním filtrem a detekováno pomocí polovodičové UV diody.

Analyzátor pracuje ve dvou rozsazích, mezi kterými software přístroje volí automaticky tak, aby nebyla překročena hodnota absorbance 0,8. První rozsah odpovídá zhruba 0 – 30 ng Hg, ve druhém lze analyzovat až do 500 ng Hg.

Návod laboratorní práce:

Uvedení přístroje do chodu

- Otevření přívodu kyslíku
- Zapnutí přístroje – červené tlačítko na přední straně přístroje, zapnutí ovládacího PC s monitorem
- Ustálení podmínek v peci AMA 254 – asi 30 min
- Vyčištění systému – ikona „L“ – otevření panelu Clean – spuštění analýzy s parametry 300 s sušení/250 s termický rozklad/45 s čekání (dále jen 300/250/45). Analýzu je třeba opakovat min 3x do dosažení konstantní hodnoty absorbance
- Nastavení slepého pokusu – ikona „B“ – otevření panelu Blank – (60/150/45), spustit START, po vysunutí lodičky vyčkat asi 20 s, než lodičku stiskem „Continue (Insert)“, zasuneme zpět.

Celý cyklus bez vzorku necháme proběhnout 5x. Naměřené hodnoty sledujeme v sumárním panelu „ΣB“.

- Ověření platnosti kalibrace – ikona „A“ – panel Analysis – parametry analýzy: 60/150/45. Nadávkovat známé množství rtuti (100 µl roztoku o koncentraci 0,1 µg/ml Hg). Výsledek analýzy by měl odpovídat nadávkovanému množství rtuti, povolená odchylka je do 20%, v opačném případě analýzu opakujeme. Není-li ani pak výsledek vyhovující, je nutno ověřit funkci dávkovače a správnost použitého standardního roztoku.
- Vyčištění systému (300/250/45). Dojde k vyčištění přístroje od stop rtuti pocházející ze standardu.

Měření kapalných vzorků

Při měření kapalných vzorků se dávkovaný objem řídí očekávanou koncentrací rtuti. Maximální použitelný objem je 500 µl na jednu dávku. Základní parametry analýzy se volí: 0,6*V/150/45, kde V je objem vzorku [µl]. Výsledek analýzy je uváděn v µg/ml. Pro vzorky s nízkým obsahem rtuti (cca pod 5 ng) je nutné uvažovat existenci slepého pokusu přístroje, tj. množství rtuti, které přístroj naměří, aniž by do něj něco bylo dávkováno.

Měření pevných vzorků

Veškeré používané pomůcky pro měření (lodičku, pinzetu...) je nutné před použitím vyžítat v plameni do červeného žáru, tím se odstraní případná kontaminace prachem. Při měření pevných vzorků se navážka opět řídí předpokládaným obsahem rtuti. Parametry analýzy závisí na navážce a povaze vzorku, jak už bylo uvedeno dříve. Doporučuje se pracovat se dvěma lodičkami: na jedné probíhá analýza v přístroji a na druhou se váží.

Úloha 1

Kontrola kalibrační křivky – viz ověření platnosti kalibrace

Počet opakování: 3 (60/150/45)

100 µl roztoku 0,1 µg/ml Hg

Úloha 2

Stanovení meze detekce

Roztok: 2% HNO₃, dávkování 100 µl, počet opakování: 10 (60/150/45)

Úloha 3

Stanovení Hg v zadaných vzorcích a certifikovaných referenčních materiálech

Navážky, parametry analýzy:

CRM 1575 Pine Needles:	50 mg, (50/200/45)
Vlasy:	50 mg, (10/200/45)
CRM Human Hair No. 379:	≈ 5 mg (10/200/45)
Vzorek horniny ze štoly Josef:	100 mg (60/200/45)
Obilí:	100 mg (80/200/45)