

Globální osvědčené postupy pro kvalitní analýzu rtuti a stopových kovů ve vodě

Tento EnviroMail shrnuje nám známé a důležité postupy, které je nutné dodržovat při odběru vzorků vody za účelem analýzy stopových kovů a rtuti. Jedná se o kroky, které mohou výrazně zlepšit kvalitu analýz, zabránit falešně pozitivním i falešně negativním výsledkům a zároveň zvýšit efektivitu odběru vzorků v terénu.

Kvalita vzorkovacích nádob pro analýzu stopových kovů

Jedním z nejdůležitějších aspektů analýzy stopových kovů je kvalita vzorkovací nádoby. Všechny plastové materiály totiž, při kontaktu s kyselinou dusičnou (HNO_3), uvolňují stopová množství nejběžnějších kovů. HNO_3 se využívá jako konzervant a právě kvalita vzorkovací nádoby je u mnoha prvků kovů nejvíce omezujícím faktorem pro dosažení žádaných stopových detekčních limitů (DL).

Společnost ALS v nedávné době provedla globální srovnávací studii vzorkovacích nádob. Jejím cílem bylo určit nejvhodnější nádoby používané v ALS laboratořích po celém světě při stopové analýze různých kovů. Celkově bylo hodnoceno více než čtyřicet vzorkovnic, které jsou k dispozici v sedmi zemích. Společnost ALS provedla sérii měření s velmi nízkými DL. Testování probíhalo ve dvou laboratořích ALS – ve Vancouveru (Kanada) a v Luleå (Švédsko), které nabízejí jedny z nejnižších komerčně dostupných DL pro analýzu kovů ve světě. Provedené testy zahrnovaly analýzy výluhů, ale zaměřily se dále i na ověřování použitelnosti vzorkovnic částečně předem naplněných koncentrovanou HNO_3 , což je v některých oblastech při analýze kovů běžná praxe. Naše studie potvrdily, že při před-naplnění plastových nádob (vzorkovnic) koncentrovanou HNO_3 dochází k vyššímu vyluhování některých prvků (např. chromu) ze stěn nádoby, což snižuje požadované hodnoty reportovaných DL.

Při použití vzorkovnic, které jsou speciálně otestovány a vybrány pro stopovou analýzu kovů díky jejich kvalitě



Obrázek 1: Vzorkovnice ALS používaná pro analýzu kovů ve vodách

a čistotě, v kombinaci s přísnými postupy testování vzorkovnic, může ALS nabídnout velmi nízké DL s vysokou jistotou, že nedojde k falešně pozitivním výsledkům v důsledku kontaminace ze vzorkovnic.

Naše dodržované postupy pro výběr a kontrolu vzorkovacích nádob jsou navrženy tak, aby u žádné z našich nabízených analýz nebylo nikdy vyžadováno, dokonce ani doporučováno, předběžné vyplachování vzorkovnic nabíraným vzorkem.

Konzervace kovů kyselinou dusičnou (HNO_3)

Konzervace vzorků v rámci vzorkování se používá u mnoha analýz z důvodu, aby byla zajištěna stabilita cílových analytů tak, aby naměřené hodnoty maximálně odpovídaly skutečnému stavu vzorku v době odběru. U stopových koncentrací kovů se konzervací HNO_3 snižuje pH vzorku na hodnotu <2 , aby se zajistila rozpustnost kovů před analýzou a zabránilo se jejich sorpci na stěny nádoby nebo vysrážení ve formě oxidů či hydroxidů.

Konzervace kovů se tradičně provádí přímo v terénu, ale v poslední době se stále více přistupuje k faktu, že laboratorní konzervace je z mnoha důvodů vhodnější. Ve skutečnosti Agentura pro ochranu životního prostředí (EPA) doporučuje laboratorní konzervaci jako nejlepší praxi pro odběr vzorků kovů ve vodě již více než 35 let (Metoda 200.2, 1989).

Laboratorní konzervace mimo jiné umožňuje vyhnout se omezením spojeným s přepravou nebezpečných látek (Transportation of Dangerous Goods; TDG), zamezuje rizikům kontaminace a nebezpečí, která mohou nastat při manipulaci s koncentrovanými kyselinami v terénu.

Laboratorní konzervace je nejlepší způsob pro stopovou analýzu kovů

Laboratorní konzervace vzorků je doporučována jako nejlepší praxe pro analýzu stopových kovů ve vodách, protože maximalizuje kvalitu dat a zlepšuje logistiku vzorkování. Vzorky musí být konzervovány HNO_3 přímo v původní nádobě, přičemž není povolen žádný dílčí odběr ani analýza až do ukončení 16hodinové ekvilibrační doby, aby bylo zajištěno kompletní rozpuštění kovů před analýzou. Kvůli této ekvilibrační době není laboratorní konzervace vhodná pro analýzy prováděné v tentýž den. Doba uchování vzorků je stejná jako u konzervace v terénu (6 měsíců od odběru), pokud je proces proveden do 14 dnů od odběru vzorku.

Laboratorní konzervace je vhodná pro stanovení celkového obsahu kovů i pro rozpuštěné kovy filtrované v terénu. Ve všech případech je pro získání spolehlivých a přesných výsledků rozpuštěných kovů nezbytné provést filtraci v terénu.

Laboratorní konzervace přináší oproti jiným metodám konzervace několik výhod z hlediska kvality dat:

- V porovnání s nádobami předem naplněnými HNO_3 lze nabídnout nižší a spolehlivější DL, zejména pro chrom, v důsledku vyluhování kovů z plastů při dlouhodobém kontaktu s koncentrovanou kyselinou. Nízké DL jsou užitečné pro stanovení zátěže vodních ekosystémů především při analýze šestimocného chromu (Cr^{VI}).
- Riziko kontaminace vzorku je minimalizováno omezením fyzické manipulace se vzorky v terénu a jejich rychlým odběrem s minimálním vystavením prachovým částicím (např. na důlních větrných místech).
- Eliminuje se riziko křížové kontaminace vzorků potravin dusičnany z přítomné HNO_3 .
- Přidávání kyselých konzervačních látek v laboratoři probíhá pomocí vysoce čistých certifikovaných chemikálií, které jsou do vzorků přidávány v čistém, pravidelně kontrolovaném, bezprašném prostředí.

Související EnviroMail

EnviroMail 03 / Evropa: Doporučení pro správné vzorkování vod pro stanovení kovů

V případech, kdy jsou požadovány nejnižší možné reportované hodnoty DL, doporučuje společnost ALS použití laboratorní konzervace vzorků v kombinaci s využitím speciálních, námi dodávaných, vzorkovnic.

Konzervace kovů v terénu: možnosti a opatření

Společnost ALS nabízí také další dvě možnosti konzervace kovů v terénu. Jedná se o použití před-naplněných fixovaných vzorkovnic, což je pro stanovení kovů ve vodě účinný a snadno použitelný přístup. Nevýhodou tohoto postupu je, že DL některých analytů, například chromu, jsou omezené a fixací ovlivněné.

Konzervace v terénu může být také provedena pomocí malých vialek s 18% ředěnou HNO_3 , která se přidává do vzorků přímo v místě odběru. Tato metoda je vhodná v případech, kdy je nutná analýza ve stejný den, protože eliminuje potřebu 16hodinové ekvilibrace, která je požadována při výše popsané laboratorní konzervaci. Vyžaduje však dodatečná opatření ke snížení rizika kontaminace vzorku kovy nebo dusičnany při vzorkování.

Odběr vzorků pro analýzu rtuti

Nejlepší postup pro odběr vzorků vody před testováním rtuti se od ostatních kovů značně liší, jelikož rozpuštěná rtuť se dokáže snadno sorbovat na plastové materiály, zejména při nízkých nebo stopových koncentracích. Avšak, na rozdíl od jiných kovů, se rozpuštěná rtuť lépe stabilizuje kyselinou chlorovodíkovou (HCl) než pomocí HNO_3 , protože v přítomnosti HCl má tendence vytvářet stabilní anion $[\text{HgCl}_4]^{2-}$, který pomáhá zabránit sorpci rtuti na stěny nádoby.

Metoda laboratorní konzervace vzorků je možná i pro rtuť, ale doba ekvilibrace v laboratoři po konzervaci je delší než u jiných kovů. Jedná se o nutných 24 hodin (oproti výše diskutovaným 16 hodinám), což již většinou prodlouží dobu zpracování vzorku (TAT) o jeden den. Vzorky vody se pro rutinní testování rtuti obvykle odebírají do 40ml skleněných vialek s těsníci (těsnění PTFE) víčky, což prakticky eliminuje riziko úniku vzorku. Společnost ALS doporučuje pro rutinní testování použití před-naplněných (fixovaných) vialek konzervačním roztokem, protože tato metoda urychluje zpracování vzorků bez jakýchkoli jiných významných nevýhod.

SKENUJTE QR KÓD

Seznam všech
EnviroMailů

Kontaktujte naše
ODBORNÍKY