

STOPOVÁ ANALÝZA

Alena MANOVÁ

TRACE ANALYSIS



ABSTRAKT

Pod pojmom stopová analýza sa konvenčne rozumie dôkaz prítomnosti alebo stanovenia hľadanej zložky – analytu so zastúpením menším než 0,01 %. Spôsoby vyjadrenia koncentrácie stopovej zložky sú prezentované v práci. Stanovenie takýchto nízkych koncentrácií vyžaduje uplatnenie osobitných zásad stopovej analýzy. Pre stanovenie stopového obsahu analytu je nevyhnutné použiť analytickú metódu, ktorá je vysoko citlivá a má dostatočne malý limit stanovenia.

KEÚČOVÉ SLOVÁ: stopová analýza - koncentrácia v stopovej analýze - odber vzoriek v stopovej analýze

ABSTRACT

Trace analysis is conventionally understood to be the presence or determination of the analyte with a proportion of less than 0.01%. Methods for expressing trace component concentration are presented in the paper. Determination of such low concentrations requires the application of specific trace analysis principles. In order to determine the trace content of the analyte, it is necessary to use an analytical method which is highly sensitive and has a sufficiently low limit of determination.

KEY WORDS: trace analysis - concentration in trace analysis - sampling in trace analysis

Úvod

Stopová analýza je špeciálna oblasť chemickej analýzy, je to súbor metód schopných stanoviť zložku v stopových množstvách. Využíva hlavne spektrometrické metódy.

Stopová analýza

Stopová analýza je samostatným, progresívnym a výrazne špecifickým odvetvím modernej analytickej chémie. Hlavné uplatnenie nachádza stopová analýza v environmentálnej, klinickej a toxikologickej analýze, pri sledovaní biochemických pochodov a testovanie čistoty špeciálnych materiálov.

- Ako stopový obsah zložky vo vzorke môžeme označiť obsah nižší ako 0,01 %
- Často vykonávame stanovenie analytu pri obsahu 10^{-8} %, niekedy dokonca 10^{-10} %
- Pre vyjadrenie takýchto obsahov analytu sa obvykle používajú jednotky:
 - ppm ... parts per milión ... 10^{-4} %
 - ppb parts per bilión 10^{-7} %
 - ppt parts per trilión ... 10^{-10} %
- Pri stanovení extrémne malých obsahov analytu vo vzorke vždy hrozí nebezpečenstvo, že vzorka bude pri analýze druhotne znečistená stanovovanou zložkou pochádzajúcou z používaných chemikálií a z okolitého prostredia
- Stupeň druhotného znečistenia určuje úroveň slepého pokusu.

Požiadavky na stopové laboratórium

Celý proces analýzy počnúc odberom vzorky až po vlastné meranie by mal prebiehať za podmienok vylučujúcich druhotné znečistenie.

- Stopové laboratórium by malo byť vybavené zariadením, ktoré zbavuje vzduch prachu

- Často sa pracuje v boxoch zhotovených z plastu, vnútri ktorých sa udržiava mierny pretlak
- Vhodné je pravidelne umývať boxy zriedeným roztokom EDTA a destilovanou vodou.

Požiadavky na laboratórne nádoby a pomôcky

Vhodné nádoby pre uchovávanie chemikálií vysokej čistoty a pre vykonávanie stopových analýz bývajú vyrobené z kremeňa, platiny, teflónu alebo polyetylénu.

- Pri vykonávaní stopových analýz sa všeobecne snažíme zabrániť adsorpcii analytov na povrchoch používaných chemických nádob
- Veľmi obľúbeným materiálom je najmä teflón (PTFE)
- Na účely stopovej analýzy nie sú príliš vhodné sklenené nádoby
- Ak chceme použiť sklenené nádoby, nesmie byť jeho povrch naleptaný alebo inak narušený
- Na účely stopovej analýzy sú nevhodné aparatury so spojom (adsorpcia na zdrsenej ploche zábrusu)
- Na umývanie nádob určených pre stopovú analýzu možno s úspechom použiť HCl, prípadne zmes HNO₃ a H₂SO₄ (všetky chemikálie s vysokou čistotou)
- Umyté nádoby sa opakovane oplachujú destilovanou alebo deionizovanou vodou
- K zahrievaniu sa nepoužívajú kahany, vhodné sú elektricky vyhrievané vyhrievacie dosky z nekovových materiálov.

Odber vzoriek pre stopovú analýzu

Pri odbere kvapalných vzoriek sa obvykle používajú plastové (dokonale čisté) nádobky. Kvapalnú vzorku je veľakrát nutné zakonzervovať (okyslenie vzoriek vody pre analýzu AAS, AES alebo ICP-MS)

- Pri odbere plyných vzoriek je vhodné zakonzervovať analyt - adsorpcia plyného analytu na vhodný nosič
- Navážky pevných vzoriek pre analýzy v poriadku ppb či ppm sa pohybujú okolo 0,1 až 10 g.

Rozklad a úprava vzorky

Vo fáze rozkladu vzorky môže často dochádzať k stratám analytu alebo naopak k druhotnému znečisteniu vzorky. K stratám napríklad dochádza pri mineralizácii organického materiálu spaľovaním. Veľmi vhodné sú mineralizačné postupy založené na účinkoch minerálnych kyselín a okysličovadiel, najmä tlakové a mikrovlnné rozklady.

- Roztoky, v ktorých sa stanovujú stopové zložky, sa nemôžu filtrovať pomocou filtračného papiera (adsorpcia analyzovaných látok, iónová výmena)
- Druhotné znečistenie vzorky stopovými prvkami má pôvod v používanom rozpúšťadle, v chemikáliách, chemickom nádobí a vo vzduchu
- Voda s vysokou čistotou vhodná pre stopovú analýzu - voda deionizovaná sa pripravuje z destilovanej vody procesom iónovej výmeny na stĺpkoch katexov a anexov
- Merná vodivosť deionizovanej vody má byť asi $5 \cdot 10^{-8}$ S/cm
- Destilovaná a deionizovaná voda by sa mala uchovávať v nádobách z polyetylénu
- Percentuálny obsah stanovovaného analytu v používaných chemikáliách (činiidlách) by mal byť o dva rády menší ako detekčný limit danej metódy
- Rad chemikálií je dostupný vo vysokej čistote ("pre polovodiče", "anapure", "suprapure").

Izolácia a archivácia stopového prvku

Pred vlastným stanovením stopového analytu je niekedy nutné ho separovať od matrice (matrica pri stanovení ruší alebo koncentrácia stopového analytu v matrici je malá). • Oddelenie analytu od matrice by mala byť kvantitatívne.

- Oddelenie analytu od matrice vzorky sa zvyčajne spája s jeho zakonzervovaním
- K separácii možno použiť prevedenie analytu na prchavú formu, extrakciu alebo iónovú výmenu
- Vhodnou metódou pre separáciu stopovej zložky môže byť tiež spoluzrážanie alebo elektrolýza (najmä za použitia ortuťovej katódy).

Stanovenie stopovej zložky

Pre stanovenie stopového obsahu analytu je nevyhnutné použiť analytickú metódu, ktorá je **vysoko citlivá** a má dostatočne **malý limit stanoviteľnosti**.

Typickými príkladmi metód stopovej analýzy sú atómová absorpčná, atómová emisná či atómová fluorescenčná spektrometria, elektrochemická rozpúšťacie analýza, hmotnostná spektrometria, neutrónová aktivačná analýza, radioanalytické metódy

ZÁVER

Cieľom tejto práce bolo pojednávanie o stopovej analýze. Sú prezentované spôsoby vyjadrenia koncentrácie stopovej zložky. Stanovenie takýchto nízkych koncentrácií vyžaduje uplatnenie osobitných zásad stopovej analýzy. Pre stanovenie stopového obsahu analytu je nevyhnutné použiť analytickú metódu, ktorá je vysoko citlivá a má dostatočne malý limit stanovenia.

Pod'akovanie [zaradenie príspevku]

Táto práca vznikla za podpory grantu VEGA MŠ SR a SAV (projekt č.1/0489/16).

ZOZNAM BIBLIOGRAFICKÝCH ODKAZOV

- [1] Zýka J. a kol.: Analytická príručka, Díl II, SNTL / ALFA, Praha 1988.
- [2] Kellner R., Mermet J. M., Otto M., Widmer H.M.: Analytical Chemistry, Willey-VCH, Weinheim 1998.
- [3] Morrison G. H. (editor): Trace Analysis. Interscience, New York 1965.
- [4] Alimarin I. P. (editor): Metody analyza veščestv vysokoj čistoty, Nauka, Moskva 1965.
- [5] Koch O. G., Koch-Dedic G. A.: Handbuch der superanalyse Springer, Berlin 1965.
- [6] Beyermann K.: Organická stopová analýza. Český překlad, SNTL, Praha 1987.
- [7] Šůcha L. a Vlášil F.: Mikroanalýza a stopová analýza anorganických látek. V knize Analytická příručka, 4. vyd. SNTL, díl II, Praha 1988.
- [8] Krull I.S.: Trace metal analysis and speciation, USA 1991.
- [9] Hoffman D.J. et al.: Handbook of Ecotoxicology, USA 2003.

ADRESA AUTORA

Ing. Alena MANOVÁ, CSc.

Ústav analytickej chémie, Fakulta chemickej a potravinárskej technológie, Slovenská technická univerzita v Bratislave, Radlinského 9, 812 37 Bratislava, Slovensko
e-mail: alena.manova@stuba.sk

RECENZIA TEXTOV V ZBORNÍKU

Recenzované dvomi recenzentmi, členmi vedeckej rady konferencie. Za textovú a jazykovú úpravu príspevku zodpovedajú autori.

REVIEW TEXT IN THE CONFERENCE PROCEEDINGS

Contributions published in proceedings were reviewed by two members of scientific committee of the conference. For text editing and linguistic contribution corresponding authors.