	Národní referenční laboratoř	Strana	1
	<b>Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv</b> 10430.1 – Stanovení obsahu arsenu metodou AAS-HG	Vydání	2
		Revize	0

## STANOVENÍ OBSAHU ARSENU METODOU ATOMOVÉ ABSORPČNÍ SPEKTROMETRIE S TECHNIKOU GENERACE HYDRIDŮ (AAS-HG)

### 1 Rozsah a účel

Tento postup specifikuje podmínky pro stanovení obsahu arsenu v krmivech a minerálních premixech metodou atomové absorpční spektrometrie s technikou generace hydridů. Stanovení je určeno pro mineralizáty připravené na suché cestě, mokré cestě za normálního tlaku nebo mikrovlnným rozkladem.

### 2 Princip


Ve zředěném roztoku vzorku se arsen (V) redukuje jodidem na arsen (III). Nadbytek jodidu se odstraní přidávkem kyseliny askorbové. Vzorek se potom dávkuje do aparatury na kontinuální nebo průtokové generování hydridů. Arsenovodík vzniklý reakcí s tetrahydridoboritanem sodným je veden proudem inertního plynu (argonu nebo dusíku) do křemenné rozkladné trubice (vyhříváné plamenem nebo elektricky), která je umístěná v optické ose přístroje. Zde dochází k termickému rozkladu arsenovodíku a atomy arsenu způsobí absorpci charakteristického záření.

Vyhodnocení odezvy přístroje probíhá metodou kalibrační křivky. Kalibrační křivka se připravuje modelováním matrice měřených vzorků.


### 3 Chemikálie

Používají se chemikálie analytické čistoty, pokud není uvedeno jinak.

- 1 Kyselina dusičná,  $\text{HNO}_3$ , koncentrovaná, 65%,  $c(\text{HNO}_3) = 14,4 \text{ mol/l}$ .
- 2 Kyselina dusičná,  $\text{HNO}_3$ , roztok přibližně 2%, používá se výhradně k mytí skla.
- 3 Kyselina dusičná,  $\text{HNO}_3$ , zředěná,  $c(\text{HNO}_3) = 2 \text{ mol/l}$ .  
Příprava: Do 1000ml odměrné baňky se odpipetuje 138 ml koncentrované kyseliny dusičné (1), doplní po značku vodou (13) a promíchá.
- 4 Kyselina dusičná,  $\text{HNO}_3$ , zředěná,  $c(\text{HNO}_3) = 10 \text{ mol/l}$ .  
Příprava: Do 1000ml odměrné baňky se odměří 692 ml koncentrované kyseliny dusičné (1), doplní po značku vodou (13) a promíchá.
- 5 Kyselina dusičná,  $\text{HNO}_3$ , zředěná,  $c(\text{HNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ .  
Příprava: Do 1000ml odměrné baňky se odměří 6,9 ml koncentrované kyseliny dusičné (1), doplní po značku vodou (13) a promíchá.

	Národní referenční laboratoř	Strana	2
	<b>Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv</b> 10430.1 – Stanovení obsahu arsenu metodou AAS-HG	Vydání	2
		Revize	0

- 6 Kyselina chlorovodíková, HCl, koncentrovaná, 36%,  $c(\text{HCl}) = 11,7 \text{ mol/l}$ .
- 7 Kyselina chlorovodíková, HCl, zředěná  $c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol/l}$ .  
Příprava: Do 1000ml odměrné baňky se odpipetuje 515 ml koncentrované kyseliny chlorovodíkové (6), doplní po značku vodou (13) a promíchá.
- 8 Kyselina chlorovodíková, HCl, zředěná  $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$ .  
Příprava: Do 1000ml odměrné baňky se odpipetuje 8,6 ml koncentrované kyseliny chlorovodíkové (6), doplní po značku vodou (13) a promíchá.
- 9 Jodid draselný, KI, 20% roztok.  
Příprava: 20 g KI se rozpustí v 70 ml vody (13), převede do 100ml odměrné baňky a doplní po značku vodou (13). Roztok se přechovává v chladnu a temnu.
- 10 Kyselina askorbová,  $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ , 10% roztok.  
Příprava: 10,0 g kyseliny askorbové se rozpustí v méně než 100 ml vody (13) a po převedení do 100ml odměrné baňky se doplní po značku vodou (13). Přechovává se v chladu a temnu.
- 11 Tetrahydridoboritan sodný,  $\text{NaBH}_4$ , redukční roztok stabilizovaný hydroxidem sodným.  
Příprava: 10 g hydroxidu sodného (14) se rozpustí v asi 500 ml vody (13), pak se přidá 5 g tetrahydridoboritanu sodného ( $\text{NaBH}_4$ ), roztok se důkladně promíchá do úplného rozpuštění a po vytemperování se doplní vodou (13) na celkový objem 1000 ml.  
V případě potřeby je možné tento roztok filtrovat přes filtrační papír nebo membránový filtr porosity 0,45  $\mu\text{m}$  pomocí vakuové filtrace. Roztok se přechovává v plastové lahvi v chladu a temnu, za těchto podmínek je stálý asi 2 měsíce.
- 12 Peroxid vodíku, 30%.
- 13 Voda (deionizovaná, demineralizovaná nebo destilovaná).
- 14 Hydroxid sodný, NaOH.
- 15 Základní komerční certifikovaný roztok arsenu o koncentraci 1000 mg/l.
- 16 Acetylen čistý a vzduch tlakový pro FAAS.
- 17 Dusík čistoty 4,6 případně argon shodné čistoty nebo vyšší.
- 18 Referenční certifikovaný nebo interní materiál stejného nebo podobného typu (matrice) jako zkoušený vzorek.
- 4 Přístroje a pomůcky**
- 1 Zařízení pro mikrovlnný rozklad včetně příslušných tlakových rozkladných nádobek.
- 2 Analytické váhy s přesností 0,0001 g.

	Národní referenční laboratoř	Strana	3
	<b>Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv</b> 10430.1 – Stanovení obsahu arsenu metodou AAS-HG	Vydání	2
		Revize	0

- 3 Mineralizační zařízení se zpětnými vodními chladiči a programátorem teploty.
- 4 Muflová pec s regulací teploty (100 – 600) °C.
- 5 Automatické dávkovače o vhodném objemu pro vícenásobné dávkování.
- 6 Laboratorní sklo a porcelán (mineralizační trubice se zábrusem, odměrné baňky, pipety, nálevky, kelímky apod.), které musejí být vypláchnuté kyselinou dusičnou (2) a usušené bez opláchnutí. Nejlépe je nechat sklo loužit v kyselině dusičné (2) přes noc.
- 7 Plastové lahvičky o objemu 50 ml nebo 100 ml. Lahvičky se oplachují kyselinou dusičnou (2) stejným způsobem jako laboratorní sklo.
- 8 Filtrační papír kvantitativní střední hustoty.
- 9 Atomový absorpční spektrometr s výbojkou pro As s možností korekce nespecifické absorpce.
- 10 Zařízení pro generování a termický rozklad hybridů.
- 11 Křemenná kyveta vyhřívaná plamenem acetylen–vzduch.
- 13 Topná deska s regulovatelnou teplotou.

## 5 Úprava vzorku

### 5.1 Úprava vzorku

Úprava vzorků se provádí podle ČSN EN ISO 6498 Krmiva - Pokyny pro přípravu vzorku a JPP 60010.1 Postupy úprav zkušebních vzorků jednotlivých druhů krmiv.

Potřebné množství zhomogenizovaného zkušební vzorku se upraví na velikost částic menších než 0,5 mm v třecí misce nebo na mlýnku se sítem s velikostí oka 0,5 mm.

## 6 Postup


Postup je určen pro stanovení obsahu arsenu. Pokud zkušební vzorek obsahuje organické látky a neobsahuje fosfáty, ze kterých by při spalování vznikaly nerozpustné produkty, postupuje se podle 6.1.2 nebo 6.1.3.

Pokud je zkušební vzorek minerální sloučenina nebo obsahuje fosfáty, postupuje se podle 6.1.1 nebo 6.1.2.

### 6.1 Mineralizace

#### 6.1.1 Rozklad v mineralizačním bloku

Do mineralizační trubice se naváží 3 g upraveného vzorku s přesností 0,001 g. Pak se do ní dávkovačem (5) opatrně přidá 7 ml koncentrované kyseliny chlorovodíkové (6) a 21 ml kyseliny dusičné (1). Ihned se umístí do mineralizačního bloku (3) a nasadí se vodní chladiče. Směs se zahřívá pod vodními chladiči 1 h při 250 °C. Po ochlazení se obsah trubice kvantitativně převede do 100ml odměrné baňky. Po vytemperování se doplní vodou (13)

	Národní referenční laboratoř	Strana	4
	<b>Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv</b> 10430.1 – Stanovení obsahu arsenu metodou AAS-HG	Vydání	2
		Revize	0

po značku a promíchá. Obsah baňky se filtruje přes filtrační papír (8) do plastových lahvíček (7). Zároveň se provede slepý pokus se všemi činidly a stejným postupem, ale bez navážky vzorku.

### 6.1.2 Mikrovltný rozklad

Do rozkladné vysokotlaké nádoby se naváží 0,5 g upraveného vzorku s přesností 0,001 g. Ke vzorku se dávkovačem (5) opatrně přidá 8 ml kyseliny dusičné (1) a 2 ml peroxidu vodíku (12). Nádobka se uzavře a ponechá stát asi 20 min. Po uplynutí této doby se nádobka vloží do mikrovltného zařízení (1) a spustí se teplotní program. Příklad nastavení teplotního programu (Tabulka 1).

**Tabulka 1. Příklad nastavení teplotního programu**

Teplota (°C)	150	190	100	100
Časový nárůst (min)	5	5	2	2
Časová prodleva (min)	4	8	10	10

Po uplynutí doby mineralizace se nádobka vyjme z mineralizačního zařízení a nechá na vzduchu zchladit. Obsah nádoby se kvantitativně převede do 25ml odměrné baňky (6), po vytemperování se doplní po značku vodou (13) a promíchá. Mineralizát se přefiltruje přes filtrační papír (8) do plastové lahvičky (7) a uzavře se.

Zároveň se provede slepý pokus se všemi činidly a stejným postupem, ale bez navážky vzorku.


### 6.1.3 Mineralizace na suché cestě

#### Varianta A

Podle předpokládaného obsahu analytu se do spalovacích kelímků naváží 2 g až 5 g zkušební vzorku s přesností na 0,001 g. Navážené vzorky se spálí v muflové peci postupným zvyšováním teploty tak, aby nedošlo ke ztrátám stanovovaných prvků podle následujícího teplotního a časového režimu: 1 h při teplotě kolem 200 °C, 1 h při teplotě kolem 300 °C a 6 h při teplotě maximálně 500 °C.

Po spálení a vyjmutí z pece se vzorky v kelímcích opatrně zalijí 2 ml kyseliny dusičné (3) a 8 ml kyseliny chlorovodíkové (7) (poznámka 1), přikryjí se hodinovým sklem a nechají projít varem nad kahanem se sítkou. Hodinové sklo se sejme, kondenzát se opláchne kyselinou chlorovodíkovou (8) zpět do kelímku a celý obsah kelímku se kvantitativně převede přes nálevku do 50ml odměrné baňky. Kelímek se ještě 2 × promyje kyselinou chlorovodíkovou (8) a baňka se po vytemperování doplní vodou (13) po značku (poznámka 2). Obsah baňky se přefiltruje přes hustý filtr do uzavíratelné plastové lahvičky (7) (poznámka 3).

Zároveň se provede slepý pokus se všemi činidly a stejným postupem bez navážky vzorku.

	Národní referenční laboratoř	Strana	5
	<b>Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv</b> 10430.1 – Stanovení obsahu arsenu metodou AAS-HG	Vydání	2
		Revize	0

## Varianta B

Podle předpokládaného obsahu analytu se do spalovacích kelímků naváží 2 g až 5 g zkušebního vzorku s přesností 0,001 g, kelímky se vloží do studené muflové pece (4) a teplota se postupně zvyšuje (100 °C/h) až na 480 °C. Vzorek se spaluje při této teplotě asi 6 h, dokud se nezíská bílý nebo šedý popel (malé množství uhlíku neruší). Po spálení, vyjmutí z pece a ochlazení, se popel převede do 100ml kádinky, zalije 10 ml zředěné kyseliny dusičné (4), přikryje hodinovým sklem a nechá se opatrně projít varem na pískové lázni nebo topné desce. Hodinové sklo se sejme, kondenzát opláchne vodou (13) a celý obsah se filtruje přes filtr (8) do 50ml odměrné baňky. Filtr se promývá zředěnou kyselinou dusičnou (5). Baňka se po vytemperování doplní po značku a promíchá. Obsah baňky se přelije do uzavíratelné plastové lahvičky.

Zároveň se provede slepý pokus se všemi činidly a stejným postupem bez navážky vzorku.


## Poznámky

- Přídavek kyseliny dusičné zaručí přechod arsenu do pětimocného oxidačního stavu, ve kterém nedochází ke ztrátám těkáním. Aby při následné generaci hydridů byla možná redukce mineralizátu, musí se pro další rozpuštění použít kyselina chlorovodíková místo kyseliny dusičné.*
- Odměrnou baňku s mineralizátem je nutné nechat před filtrací stát alespoň 6 h, aby mohlo dojít k postupnému rozpuštění některých obtížně rozpustných složek popela.*
- Mineralizát lze skladovat v temnu (mimo dosah slunečního záření) při laboratorní teplotě v uzavřené plastové lahvičce minimálně 14 dnů.*
- U mineralizace na suché cestě je nutné ověřit, zda je vhodná pro danou matici.*

## 6.2 Příprava kalibračních křivek a mineralizátů k měření

### 6.2.1 Příprava kalibračních standardních roztoků a vzorků minerálních směsí (rozklad podle 6.1.1) pro metodu AAS-HG

Pracovní standardní roztoky - Ze základního certifikovaného standardního roztoku As o koncentraci 1000 mg/l (15) se zředěním připraví pracovní roztoky As o koncentraci 100 mg/l (S2), 10mg/l (S3) a 1mg/l (S4) metodou postupného ředění a baňky se doplní vodou po značku Kalibrační roztoky - Do 100ml odměrných baněk se pipetuje pracovní standardní roztok S3 resp. S4 podle Tabulky 2. Baňky se doplní po značku roztokem modelujícím matici vzorků (7 ml kyseliny chlorovodíkové (6) + 20 ml kyseliny dusičné (1)).

	Národní referenční laboratoř		Strana	6
	<b>Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv</b> 10430.1 – Stanovení obsahu arsenu metodou AAS-HG		Vydání	2
			Revize	0

**Tabulka 2. Příprava kalibračních standardních roztoků (minerální směsi)**

Pořadové číslo kal. roztoku	1	2	3	4	5	6	7	8
Pracovní standardní roztok	-	S4	S4	S4	S4	S4	S3	S3
Objem odměrné baňky (ml)	100	100	100	100	100	100	100	100
Pipetovaný objem (ml)	-	2	5	10	20	30	5	10
Koncentrace (µg/l)	0	20	50	100	200	300	500	1000

Redukce As (V) na As (III) – Do vymytých a suchých plastových nádobek o objemu 75 ml až 100 ml se pipetují 2 ml z roztoků pro konstrukci kalibrační křivky a 10 ml koncentrované kyseliny chlorovodíkové (6) a dále se přidá 38 ml vody (13). Po promíchání se přidá 1 ml roztoku jodidu draselného (9) a po 5 min se přidá 1 ml roztoku kyseliny askorbové (10). Po každém přidavku se obsah nádobek opatrně promíchá. Měří se po 2 h stání.

U vzorků se dávkuje 1 ml mineralizátu do pečlivě vymytých a suchých plastových nádobek o objemu 75 ml až 100 ml, 5 ml kyseliny chlorovodíkové (6) a 19 ml vody (13). Přidá se 500 µl roztoku jodidu draselného (9) a po 5 min se přidá 500 µl roztoku kyseliny askorbové (10). Po každém přidavku se obsah promíchá. Po 2 h stání se provádí vlastní stanovení.


### 6.2.2 Příprava kalibračních standardních roztoků a vzorků organického původu (rozklad podle 6.1.2) pro metodu AAS-HG

Pracovní standardní roztok - Ze základního certifikovaného standardního roztoku As o koncentraci 1000mg/l (15) se připraví pracovní roztok As o koncentraci 10mg/l a z tohoto roztoku se dále připraví pracovní roztok As o koncentraci 0,1mg/l metodou postupného ředění. Oba roztoky se doplní vodou (13) po značku.

Kalibrační roztoky - Do 100ml odměrných baněk se pipetuje pracovní standardní roztok As o koncentraci 0,1 mg/l podle Tabulky 3. Přidají se 2 ml matričního roztoku (320 ml kyseliny dusičné (1) v 1000 ml) a baňky se doplní vodou (13) po značku.

**Tabulka 3. Příprava kalibračních standardních roztoků (organické vzorky)**

Pořadové číslo kal. roztoku	1	2	3	4	5
Pracovní standardní roztok (mg/l)	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Objem odměrné baňky (ml)	100	100	100	100	100
Pipetovaný objem (ml)	-	2	5	10	20
Koncentrace (µg/l)	0	2	5	10	20

	Národní referenční laboratoř	Strana	7
	<b>Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv</b> 10430.1 – Stanovení obsahu arsenu metodou AAS-HG	Vydání	2
		Revize	0

Redukce As (V) na As (III) - Z jednotlivých kalibračních roztoků se do vymytých a suchých 75ml až 100ml plastových nádobek pipetuje 20 ml roztoku + 4 ml kyseliny chlorovodíkové (6), přidá se 1 ml roztoku KI (9) a po 5 min se přidá 1 ml roztoku kyseliny askorbové (10). Po každém přidavku se obsah nádobek promíchá. Měří se po 2 h stání. Z důvodu vysoké koncentrace kyseliny dusičné ve vzorcích mineralizovaných mikrovlnným rozkladem se vzorky krmiv při redukci ředí 5 ×.

Do polyethylenových nádobek se pipetuje 2 ml výluhu + 8 ml vody + 2 ml kyseliny chlorovodíkové (6), přidá se 500 µl roztoku KI (9) a po 5 min se přidá 500 µl roztoku kyseliny askorbové (10). Po každém přidavku se obsah promíchá. Po 2 h stání se provádí vlastní stanovení.

Po měření je třeba výsledek obsahu arsenu v µg/l ve vzorcích vynásobit 5 × (ředění při redukci).

### 6.2.3 Příprava kalibračních standardních roztoků a vzorků organického původu (rozklad podle 6.1.3) pro metodu AAS-HG


Pracovní standardní roztok - Ze základního certifikovaného standardního roztoku As o koncentraci 1000 mg/l (15) se připraví pracovní roztok As o koncentraci 10 mg/l a z tohoto roztoku se dále připraví pracovní roztok As o koncentraci 0,1mg/l metodou postupného ředění. Roztok se doplní vodou po značku.

Kalibrační roztoky - Do 100ml odměrných baňek se pipetuje pracovní standardní roztok As o koncentraci 0,1 mg/l podle Tabulky 4. Baňky se doplní po značku roztokem modelujícím matici vzorku podle způsobu použité mineralizace: varianta A - 20 ml kyseliny dusičné (3) a 80 ml kyseliny chlorovodíkové (7) se doplní vodou (13) do 500 ml; varianta B - kyselina dusičná (3).

**Tabulka 4. Příprava kalibračních standardních roztoků (organické vzorky)**

Pořadové číslo kal. roztoku	1	2	3	4	5
Pracovní standardní roztok (mg/l)	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Objem odměrné baňky (ml)	100	100	100	100	100
Pipetovaný objem (ml)	-	2	5	10	20
Koncentrace (µg/l)	0	2	5	10	20

Redukce As (V) na As (III) - Do vymytých a suchých 75ml až 100ml polyetylenových nádobek se pipetuje 20 ml kalibračních roztoků nebo mineralizátů a 4 ml koncentrované kyseliny chlorovodíkové (6). Přidá se 1 ml roztoku jodidu draselného (9) a po 5 min se přidá 1 ml roztoku kyseliny askorbové (10). Po každém přidavku se obsah nádobek opatrně promíchá. Měří se po 2 h stání.

	Národní referenční laboratoř	Strana	8
	<b>Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv</b> 10430.1 – Stanovení obsahu arsenu metodou AAS-HG	Vydání	2
		Revize	0

## Poznámky

- 5 *Sada standardních kalibračních roztoků se připravuje vždy čerstvá před každým měřením.*
- 6 *Maximální koncentrace kyseliny dusičné v mineralizátu vzorku je 0,5 mol/l. Při vyšší koncentraci již není redukce kvantitativní a dochází k vyloučení velkého množství jodu, který se již přidavkem kyseliny askorbové neodstraní.*
- 7 *Roztoky redukovaných vzorků jsou po přidavku jodidu a kyseliny askorbové stálé až 1 týden při uchování v chladu a temnu v uzavřených nádobkách. Přesto se doporučuje měřit v den jejich přípravy.*

## 6.3 Stanovení metodou AAS-HG


Používají se mineralizáty připravené podle 6.2.

Před začátkem měření se přístroj optimalizuje na maximální citlivost dle doporučení výrobce. Nejprve se vyladí a testuje celý systém kapilár dávkováním destilované vody, tzn. upraví a nastaví se průtoky činidel, nosného plynu (dusíku) a přítlaky hadiček. Po zapnutí přístroje a nažhavení lampy se nastaví plamenový hořák do optické dráhy tak, aby průchod paprsku ze zdroje záření přes křemennou kyvetu byl maximální. Dále se postupuje dle doporučení výrobce pro daný přístroj. Před kalibrací se obvykle opakovaně měří kalibrační slepý pokus, aby byl dosažen co možná nejstabilnější signál. Postupně se poté nasávají kalibrační roztoky od nejnižší koncentrace a následně mineralizáty po redukci As. Průběžně je vhodné kontrolovat stabilitu měření zařazováním častých rekalibrací. Při vyhodnocení je třeba dbát na to, aby se měřené koncentrace nacházely v lineární části kalibrační křivky (poznámka 8).

Příklad nastavení pracovních podmínek a přístrojových parametrů pro AAS Varian AA240 FS a pro hydridové zařízení firmy Labtech s kontinuálním dávkováním:

Měření As probíhá při vlnové délce 193,7 nm vymezené štěrbinou o optické šířce 0,5 nm, atomizace probíhá v křemenné kyvetě délky 15 cm vyhřívané plamenem acetylen – vzduch, na teplotu (900 – 1000) °C, výbojka s dutou katodou (poznámka 8) se žhaví proudem 10 mA. Signál se integruje 8 s až 10 s po programové prodlevě 30 s od začátku nasávání vzorku. Odečítá se integrovaná výška signálu a vyhodnocuje se metodou kalibrační křivky.

Peristaltickou pumpou se dávkuje vzorek nebo roztok kalibrační křivky rychlostí (7 – 10) ml/min a roztok tetrahydridoboritanu sodného (9) rychlostí (1 – 2) ml/min. Jako nosný plyn se používá dusík nebo argon nastavený na průtok asi 90 ml/min.

	Národní referenční laboratoř	Strana	9
	<b>Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv</b> 10430.1 – Stanovení obsahu arsenu metodou AAS-HG	Vydání	2
		Revize	0

Příklad nastavení pracovních podmínek a přístrojových parametrů pro AAS Varian Spectr AA300 a pro hydridové zařízení firmy Labtech s kontinuálním dávkováním:

Měření As probíhá při vlnové délce 193,7 nm vymezené štěrbinou o optické šířce 1 nm, výbojka s dutou katodou (poznámka 9) se žhává proudem 7 mA. Křemenná kyveta délky 15 cm je vyhřívána plamenem acetylen-vzduch na teplotu (900 – 1000) °C. Signál se integruje


10 s po programové prodlevě 30 s od začátku nasávání vzorku. Odečítá se integrovaná výška signálu a vyhodnocuje se metodou kalibrační křivky.

Peristaltickou pumpou se dávkuje do přídavného zařízení pro generaci hydridů vzorek nebo roztok kalibrační křivky rychlostí (7 – 10) ml/min a současně druhým ventilem se dávkuje roztok tetrahydridoboritanu sodného (9) rychlostí (1 – 2) ml/min. Jako nosný plyn se používá dusík nebo argon nastavený na průtok asi 300 ml/min.

Po ukončení měření je nutné celou aparaturu nechat promývat důkladně vodou nejméně 15 min až 20 min. V případě potřeby se celá aparatura včetně systému peristaltické pumpy také promývá přibližně 15 min zředěným roztokem lučavky královské (poznámka 10).

### Poznámky

- 8 *Při překročení rozsahu kalibrační křivky je možné měřený vzorek naředit až 10 × tak, aby výsledná koncentrace kyseliny v měřeném roztoku byla zachována. Při ještě vyšším obsahu arsenu je třeba opakovat celý postup přípravy mineralizátu pro měření s příslušně nařazeným mineralizátem.*
- 9 *Pro stanovení hydridotvorných prvků je velmi vhodné použití bezelektrodových výbojek (EDL lamp) jako zdroje záření, pokud to instrumentace AAS umožňuje. EDL lampy jsou zvláště vhodné pro lehce těkavé prvky s rezonančními čarami v UV oblasti spektra pod 220 nm jako je arsen. Jejich použití značně potlačuje šum přístroje, mají větší životnost oproti klasickým HCL výbojkám a umožňují dosažení vyšší citlivosti stanovení a lepší linearitu koncentračních závislostí. EDL lampu je nutné nechat žhavit před měřením asi 30 min, HCL lampu stačí žhavit asi 10 min.*
- 10 *Zařízení pro generování hydridů i vlastní rozkladná trubice se musí periodicky čistit. Pro čištění se osvědčila horká lučavka královská zředěná vodou v poměru 1 : 5 (v/v) s následným omytím vodou.*
- 11 *Hlavními interferenty stanovení As metodou generování hydridů jsou kovy Cu, Ni, Fe, Se, Sb, Bi, Ge, Ag, Hg, Sn. V průběhu tvorby hydridů může být řada těchto prvků redukována až do elementárního stavu a při vyšších koncentracích ve vzorku způsobovat významné rušení.*

 Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský	Národní referenční laboratoř	Strana	10
	<b>Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv</b> 10430.1 – Stanovení obsahu arsenu metodou AAS-HG	Vydání	2
		Revize	0

## 7 Výpočet a vyjádření výsledku

Obsah arsenu v mg/kg se vypočte podle následujícího vztahu

$$X = \frac{(C - C_0) \times V}{m} \times R$$

kde

- $X$  je obsah sledovaného prvku v mg/kg,  
 $C$  koncentrace arsenu v mineralizátu odečtená z kalibrační křivky v mg/l,  
 $C_0$  změřený obsah arsenu u slepého pokusu v mg/l,  
 $V$  objem odměrné baňky v ml, do kterého byl převeden mineralizát,  
 $M$  hmotnost navážky zkušební vzorku pro mineralizaci v g,  
 $R$  korekce na ředění před vlastním měřením.

$$R = V_A / V_m$$

$V_A$  celkový objem po naředění mineralizátu před měřením v ml,

$V_m$  objem mineralizátu pipetovaný pro ředění v ml.

## 8 Literatura

- 1 ČSN EN 16206 Krmiva - Stanovení arsenu metodou atomové absorpční spektrometrie s generováním hydridů (HGAAS) po mikrovlnném tlakovém rozkladu (rozklad pomocí 65% kyseliny dusičné a 30% peroxidu vodíku).