

*SROVNÁNÍ METOD STANOVENÍ PŘÍRODNÍHO
URANU:*

*SPEKTROFOTOMETRICKÉ METODY
DLE ČSN 757614*

*S METODOU ICP-MS
DLE ČSN EN ISO 17294-2*

V REÁLNÝCH VZORCÍCH VOD

Jiřina Jelínková, Lenka Koudelková
jelinkova@poh.cz, koudelkova@poh.cz

*Povodí Ohře, státní podnik
Vodohospodářské laboratoře Teplice*

Výhody stanovení metodou ICP-MS

- ✓ nižší mez stanovitelnosti (0,02 $\mu\text{g/l}$)
- ✓ jednodušší předúprava vzorku
- ✓ eliminace rušivých vlivů org. látek (humátů a oxokyselin)
- ✓ eliminace rušivých vlivů thoria a zirkonu
- ✓ stanovení uranu metodou ICP-MS najednou s ostatními měřenými prvky

Srovnání metod bylo provedeno

- ✓ při stanovení obsahu uranu v rozpuštěné formě
 - ✓ při stanovení uranu v nerozpuštěné formě
 - ✓ při stanovení obsahu uranu v nerozpuštěné formě s předúpravou mikrovlnným rozkladem s obsahem uranu v nerozpuštěné formě získaným výpočtem
-
- byly použity i hodnoty pod mezí stanovitelnosti metod
 - výsledky porovnání jsou za leden 2007
 - měření bylo provedeno ve vzorcích odebraných z profilů, kde Povodí Ohře s.p. provádí monitoring uranu

Odběrové profily

Ohře Lužný

Svatava Sokolov

Rolava Rybáře

Bystřice Ostrov

Ploučnice Březiny

Ploučnice Česka Lípa

Ploučnice Noviny

Ploučnice Brenná

Robečský potok- Dubice

Stoka Loket

Jáchymovský potok Ostrov

Ploučnice Břevnistě

Ploučnice Horka

Ploučnice Mimoň

Mlýnský náhon Stráž p.R.

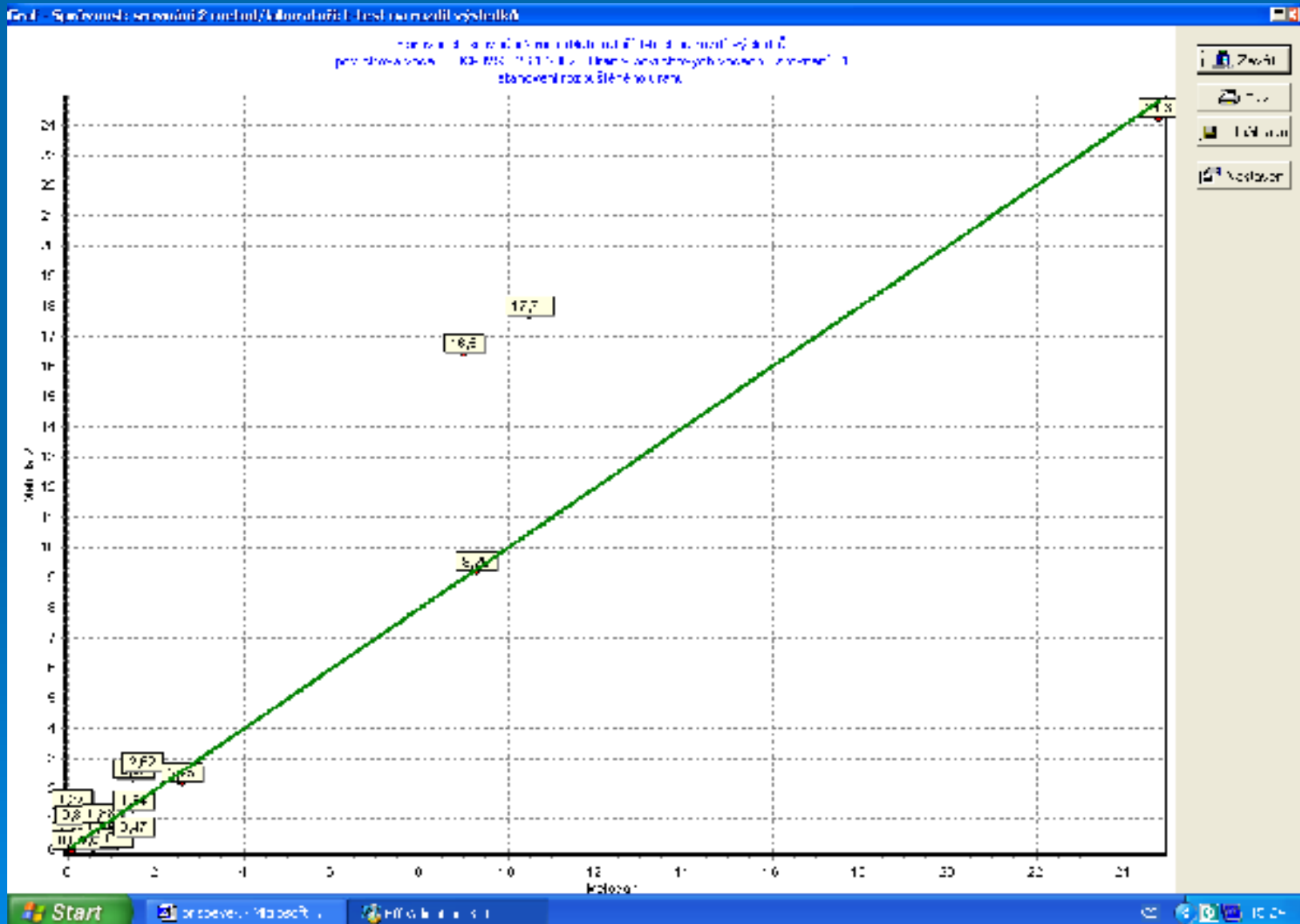
Mohelský potok- Starý Hrozňatov

Srovnání měření obsahu uranu v rozpuštěné formě - U(RL)

- ✓ předúprava – filtrace přes membránový filtr 0,45 μm a konzervace vzorku kys. dusičnou konc.
- ✓ stanovení dle příslušného SOP

| Datum odběru | Odběrový profil | U (RL) μg/l ČSN 757614 | U (RL) μg/l ČSN EN ISO 17294-2 |
|--------------|---------------------------------|------------------------------|--------------------------------------|
| 3.1.07 | Ohře Lužný | 0,8 | 0,88 |
| 3.1.07 | Rolava Rybáře | 1,5 | 1,34 |
| 3.1.07 | Bystřice Ostrov | 9,3 | 9,26 |
| 9.1.07 | Stoka Loket | 1,5 | 2,37 |
| 10.1.07 | Svatava Sokolov | 0,1 | 0,45 |
| 11.1.07 | Ploučnice Břevniště | 0,1 | 0,29 |
| 11.1.07 | Mlýnský náhon-Stráž pod Ralskem | 10,5 | 17,71 |
| 16.1.07 | Jáchymovský potok Ostrov | 24,8 | 24,30 |
| 23.1.07 | Ploučnice Březiny | 1,5 | 0,47 |
| 23.1.07 | Ploučnice Česká Lípa | 0,2 | 0,85 |
| 23.1.07 | Ploučnice Noviny | 1,7 | 2,62 |
| 23.1.07 | Ploučnice Osečná | 0,6 | 0,05 |
| 23.1.07 | Ploučnice Břevniště | 0,1 | 0,27 |
| 23.1.07 | Ploučnice Horka | 1,1 | 2,56 |
| 23.1.07 | Ploučnice Mimoň | 2,6 | 2,25 |
| 23.1.07 | Mlýnský náhon-Stráž pod Ralskem | 9 | 16,50 |
| 23.1.07 | Ploučnice Brenná | 0,1 | 1,37 |
| 23.1.07 | Robečský potok - Dubice | 0,8 | 0,45 |
| 24.1.07 | Mohelský potok- Starý Hrozňatov | 0,1 | 0,02 |

Graf - srovnání 2 metod, t-test na rozdíl výsledků - stanovení uranu v rozpuštěné formě

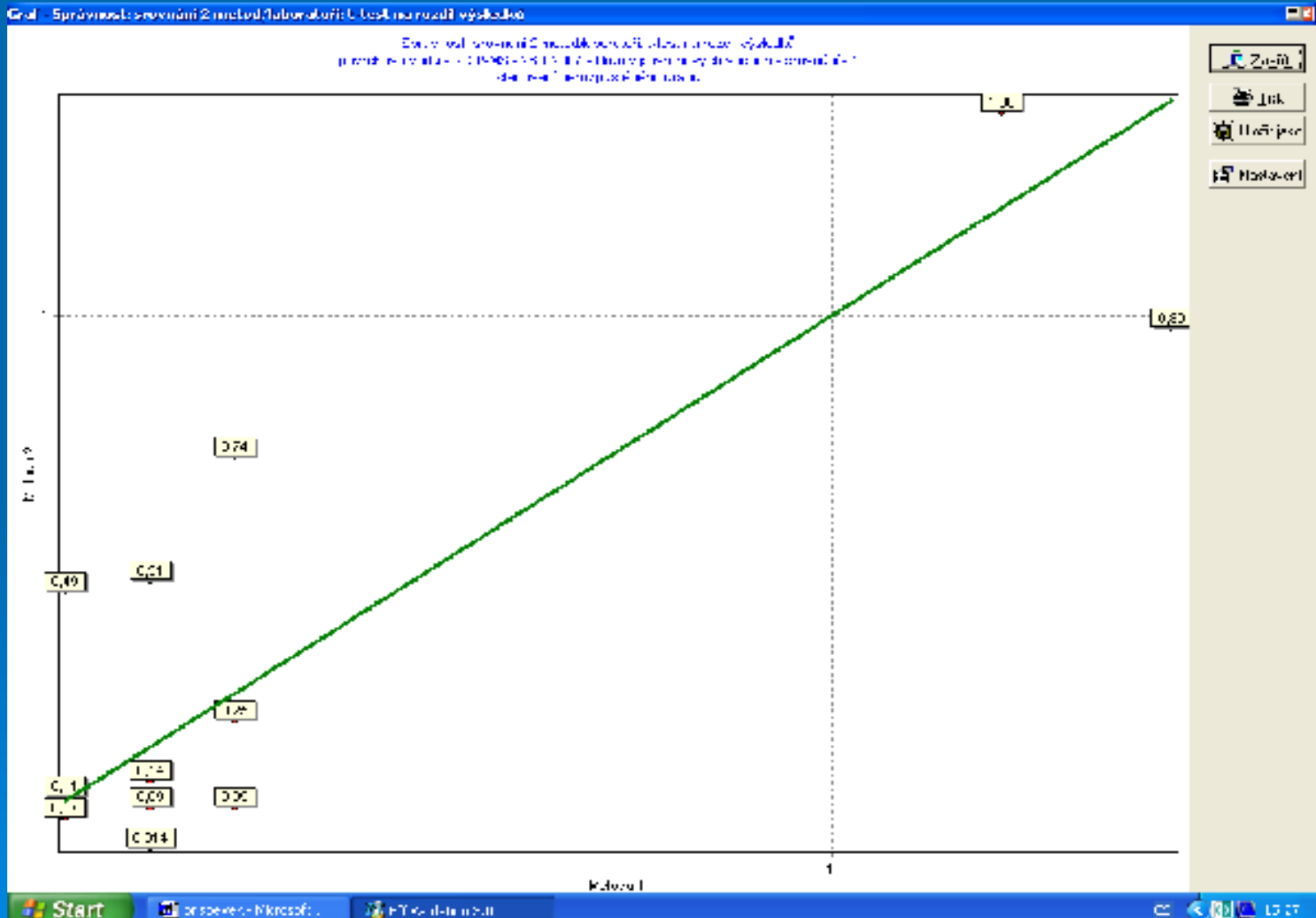


Srovnání měření obsahu uranu v nerozpuštěné formě - U(NL)

- ✓ předúprava - filtrací 1 litru vzorku přes membránový filtr 0,45 μm
 - filtr vložen do teflonové nádoby, přídavek 5 ml kys. dusičné konc. a 5 ml 30% peroxidu vodíku
 - rozklad v mikrovlnném zařízení
- ✓ stanovení dle příslušného SOP
- ✓ stanovení U(NL) nebylo provedeno na všech profilech

| Datum odběru | Odběrový profil | U (NL) μg/l ČSN 757614 | U (NL) μg/l ČSN EN ISO 17294-2 |
|--------------|--------------------------|------------------------------|--------------------------------------|
| 3.1.07 | Ohře Lužný | 0,3 | 0,74 |
| 3.1.07 | Rolava Rybáře | 0,1 | 0,49 |
| 3.1.07 | Bystřice Ostrov | 1,2 | 1,38 |
| 9.1.07 | Stoka Loket | 0,2 | 0,51 |
| 10.1.07 | Svatava Sokolov | 0,3 | 0,25 |
| 16.1.07 | Jáchymovský potok Ostrov | 1,4 | 0,98 |
| 23.1.07 | Ploučnice Březiny | 0,3 | 0,09 |
| 23.1.07 | Ploučnice Česká Lípa | 0,1 | 0,11 |
| 23.1.07 | Ploučnice Noviny | 0,2 | 0,14 |
| 23.1.07 | Ploučnice Břevniště | 0,2 | 0,014 |
| 23.1.07 | Ploučnice Horka | 0,1 | 0,07 |
| 23.1.07 | Ploučnice Mimoň | 0,2 | 0,09 |

Graf - srovnání 2 metod, t-test na rozdíl výsledků - stanovení uranu v nerozpuštěné formě



Srovnání obsahu uranu v nerozpuštěné formě s předúpravou mikrovlnným rozkladem s obsahem uranu v nerozpuštěné formě získaným výpočtem

Srovnání vychází z předpokladu že

$$U(NL) = U_{\text{celk.}} - U(RL)$$

U(NL)..... obsah uranu v nerozpuštěné formě

U_{celk.}.....obsah celkového uranu

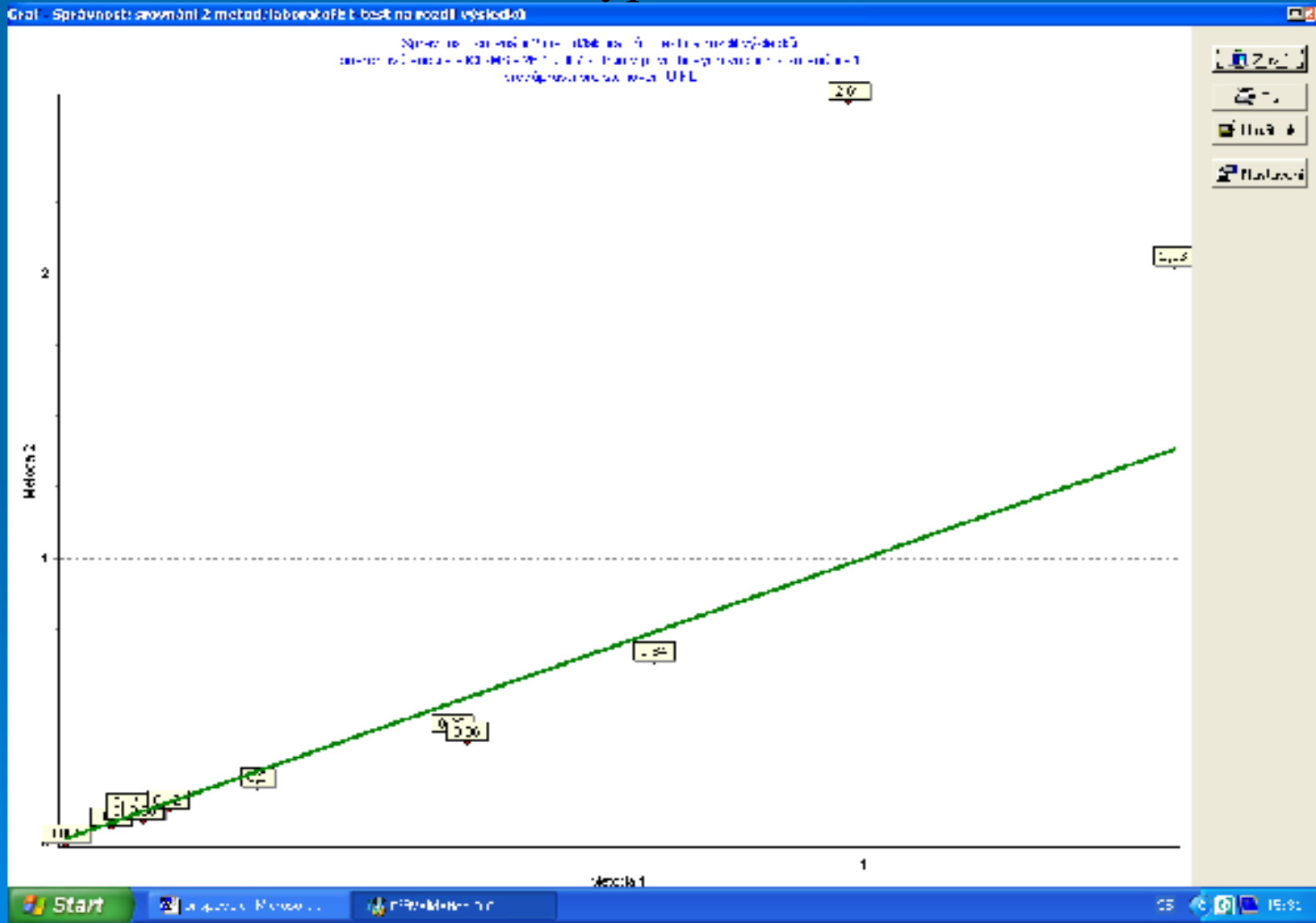
U(RL).....obsah uranu v rozpuštěné formě

Stanovení obsahu celkového uranu metodou ICP-MS

- ✓ stanovení celkového obsahu prvku je velmi závislé na obsahu nerozpuštěných látek ve vzorku a na schopnostech prvku se na nerozpuštěné látky vázat
- ✓ s ohledem na obsah nerozpuštěných látek ve vzorku, jsme použily předúpravu vzorku, kterou používáme pro ostatní stanovované prvky
- ✓ obsah prvku stanovený po této předúpravě jsme považovaly za celkovou hmotnostní koncentraci ve vzorku
- ✓ předúprava - přídavek 2 ml kys. dusičné/ 100 ml
 - zahřátí v odběrové vzorkovnici v mikrovlnném zařízení (50s, výkon 750W)

| Datum odběru | Odběrový profil | Ucelk. µg/l | U(RL) µg/l | U(NL) = Ucelk. - U(RL) stanovení uranu v nerozpuštěné formě výpočtem µg/l | U (NL) stanovení uranu v nerozpuštěné formě po mikrovlnném rozkladu µg/l | Obsah nerozpuštěných látek (105°C) mg/l |
|--------------|-------------------------|-------------|------------|---------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------|
| 3.1.2007 | Ohře Lužný | 1,52 | 0,88 | 0,64 | 0,74 | 12 |
| 3.1.2007 | Rolava Rybáře | 1,73 | 1,34 | 0,39 | 0,49 | 2 |
| 3.1.2007 | Bystřice Ostrov | 11,29 | 9,26 | 2,03 | 1,38 | 12 |
| 9.1.2007 | Stoka Loket | 2,73 | 2,37 | 0,36 | 0,51 | 12 |
| 10.1.2007 | Svatava Sokolov | 0,65 | 0,45 | 0,2 | 0,25 | 5 |
| 16.1.2007 | Jáchymovský pot. Ostrov | 26,91 | 24,3 | 2,61 | 0,98 | - |
| 23.1.2007 | Ploučnice Březiny | 0,58 | 0,47 | 0,11 | 0,09 | 25 |
| 23.1.2007 | Ploučnice Česká Lípa | 0,93 | 0,85 | 0,08 | 0,11 | 16 |
| 23.1.2007 | Ploučnice Noviny | 2,74 | 2,62 | 0,12 | 0,14 | 115 |
| 23.1.2007 | Ploučnice Břevniště | 0,27 | 0,27 | 0,001 | 0,014 | 4 |
| 23.1.2007 | Ploučnice Horka | 2,62 | 2,56 | 0,06 | 0,07 | 11 |
| 23.1.2007 | Ploučnice Mimoň | 2,33 | 2,25 | 0,08 | 0,09 | 14 |

Graf - srovnání 2 metod, t-test na rozdíl výsledků - stanovení uranu v nerozpuštěné formě s předúpravou mikrovlnným rozkladem s obsahem uranu v nerozpuštěné formě získaným výpočtem



Závěr

Stanovení uranu metodou ICP-MS dle ČSN EN ISO 17294-2 poskytuje statisticky srovnatelné výsledky se stanovením uranu spektrofotometrickou metodou dle ČSN 757614 jak v rozpuštěné, tak v nerozpuštěné formě. Statisticky stejné výsledky navíc poskytuje srovnání stanovení uranu v nerozpuštěné formě s předúpravou mikrovlnným rozkladem s obsahem uranu v nerozpuštěné formě získaným výpočtem.

Děkuji za pozornost

