CH 1.6

Stanovenie draslíka metódou OES

1. Určenie metódy

Metóda je určená na stanovenie draslíka vo vzorkách živočíšneho i rastlinného pôvodu, nápojoch, vodách a krmivách

2. Princíp metódy

Draslík sa stanoví v mineralizáte vzorky metódou optickej emisnej spektrometrie podľa doporučených podmienok pre stanovenie draslíka touto metódou.

3. Pomôcky

3.1. Prístroje a zariadenia

- optický emisný spektrometer SpectrAA 220FS (Varian)

3.2.Chemikálie a roztoky

- kyselina dusičná, ANALPURE, 5% roztok
- štandardný roztok draslíka o koncentrácii 1g/l
- kalibračné štandardné roztoky draslíka o koncentráciách: 5,0 ; 10,0; 20,0 $\mu g.ml^{-1}$, ktoré sa pripravia vhodným riedením štandardného roztoku draslíka s 0,5% roztokom kyseliny dusičnej
- deionizovaná voda

4. Bezpečnosť pri práci

Dodržiavať Zásady pre bezpečnú prácu v chemických laboratóriách podľa STN 01 8003

5. Pracovný postup

5.1. Príprava vzorky

<u>Mineralizácia vzorky pri zvýšenom tlaku a zvýšenej teplote</u>

Podľa predpokladaného obsahu analytu vo vzorke sa naváži 0,2 až 5 gramov zhomogenizovanej vzorky (tab. 1) do teflónovej nádobky. Ku vzorke sa pridá 3 až 12ml kyseliny dusičnej. Teflónová nádobka sa uzavrie do tlakovej bombičky, ktorá sa zohrieva po dobu 4 hodín pri teplote 170°C v sušiarni alebo sa zahrieva mikrovlnným žiarením v zariadení pre mikrovlnný rozklad (Plazmatronika), pričom sa vzorka rozkladá pri zvýšenom tlaku a zvýšenej teplote. Po vychladnutí sa mineralizačné zariadenie otvorí a vyberie sa z neho teflónová nádobka, ktorá obsahuje rozloženú vzorku. Mineralizát vzorky sa kvantitatívne prenesie do 50ml odmernej banky a doplní sa po značku deionizovanou vodou.

Tabuľka 1: Navážky vzoriek podľa predpokladaného obsahu analytu vo vzorke a podľa jednotlivých komodít

Komodita	Navážka (g)
mäso, ryby, morské živočíchy, mliečne výrobky, masť	2,0
mäsové výrobky, syry, vnútornosti	1,5 – 2,0
vajcia	2,5
med	1,5
mliečne výrobky (smotana, jogurt)	2,5 - 3,0
mliečne výrobky (mrazené)	3,0 - 3,5
mlieko	4,0 - 5,0
sušené mlieko, sušené vajcia	1,0
obilniny, celková kŕmna dávka (žľabová vzorka)	1,0
kŕmne zmesi, bielkovinové krmivá (živočíšne, rastlinné), objemové krmivá sušené	0,5
objemové krmivá čerstvé	1,0 - 1,5
minerálne doplnky, premixy	0,15 - 0,3

Rozpúšťanie

Špeciálne vzorky (soľ, jodid draselný, seleničitan sodný, oxid zinočnatý a iné chemikálie anorganického charakteru, ktoré sú súčasťou krmív), ktoré sa rozpúšťajú vo vode alebo kyselinách (HCl, HNO_3) pri laboratórnej teplote sa rozkladajú za studena. Navážka takejto vzorky sa pohybuje v rozsahu 0,2 až 2,0g. Vzorka sa rozpúšťa vo vhodnom rozpúšťadle (deionizovaná voda, HNO_3, HCl). Vzniknutý mineralizát sa prenesie do 50ml odmernej banky a doplní sa po značku deionizovanou vodou.

Úprava vody

Vzorka vody sa okyslí HNO_3 (65%), (na 100ml vzorky vody sa pridáva 1ml HNO_3). Takto okyslená voda je pripravená na stanovenie.

5.2. Príprava merania

Roztoky draslíka

Roztok draslíka o koncentrácii **100μg.ml^{-1}**: Zo základného štandardného roztoku sodíka o koncentrácii 1g/l sa odpipetuje 10ml do 100 ml odmernej banky, ktorá sa doplní po značku 0,5% roztokom kyseliny dusičnej.
Do 50ml odmerných baniek sa z roztoku **100μg.ml^{-1}** pripravia roztoky podľa tabuľky č 2. Banky sa doplnia po značku 0,5% roztokom kyseliny dusičnej.

Tabuľka č.2

koncentrácia pracovného štandardu **($\mu g.ml^{-1}$)**	odpipetovaný objem z roztoku o koncentrácii $100 \mu g.ml^{-1}$ **(ml)**
5,0	2,5
10,0	5,0
20,0	10,0

Kalibračné štandardné roztoky draslíka a mineralizát vzorky sa postupne premerajú na prístroji OES.

Kalibračná krivka: 5,00 mg/l
10,00 mg/l
20,00 mg/l

6. Vyhodnotenie

Vyhodnotenie sa prevádza metódou kalibračnej krivky. Ak koncentrácia draslíka v mineralizáte vzorky prekročí rozsah kalibračnej krivky, mineralizát vzorky sa vhodne riedi deionizovanou vodou.

Koncentrácia draslíka v mineralizáte vzorky je priamo udaná spektrometrom. Podmienky stanovenia sú v tabuľke 3. Podľa potreby sa koncentrácia draslíka prepočíta pri zadaní navážky a objemu na obsah draslíka v $mg.kg^{-1}$.

Tabuľka 3: Podmienky merania pre stanovenie draslíka metódou OES

Instrument mode	Emission
Calibration mode	Concentration
Measurement mode	Integration
Slit width	0,2 nm
Slit height	normal
Wavelength	766,5 nm
Flame	air – acetylene
Sample introduction	Manual
Delay time	5 s
Time constant	0,05 s
Measurement time	5,0 s
Replicates	3
Background correction	No

7. Zabezpečenie kvality výsledkov skúšok

- pravidelné zaraďovanie slepých pokusov pri každej sérii vzoriek
- paralelné analýzy po každej dvadsiatej vzorke
- pravidelné používanie RM a CRM
- sledovanie trendov v regulačných diagramoch pre RM a CRM
- účasť v medzilaboratórnych testoch (medzinárodné i v rámci SR)
- certifikácia prístrojov, pravidelné servisné kontroly
- používanie kalibrovaného odmerného skla, overených analytických váh

8. Literatúra

Analytical Method for Flame Spectroscopy, Varian, Australia 1989, str. 33

CH 1.6

Stanovenie horčíka metódou FLAME- AAS

1. Určenie metódy

Metóda je určená na stanovenie horčíka vo vzorkách živočíšneho i rastlinného pôvodu, nápojoch, vodách a krmivách

2. Princíp metódy

Horčík sa stanoví v mineralizáte po úprave vzorky podľa doporučených podmienok pre stanovenie vápnika metódou atómovej absorpčnej spektrometrie s plameňovou atomizáciou.

3. Pomôcky

3.1. Prístroje a zariadenia

- atómový absorpčný spektrometer SpectrAA 220FS (Varian)

3.2.Chemikálie a roztoky

- štandardný roztok horčíka o koncentrácii 1g/l
- kalibračné roztoky horčíka o koncentráciách 0,25; 0,5 a 1,0 $\mu g.ml^{-1}$, ktoré sa pripravia vhodným riedením štandardného roztoku horčíka 0,5% roztokom kyseliny dusičnej. K roztokom sa pridá roztok chloridu lantanitého (c=25 000$\mu g.ml^{-1}$) v takom množstve, aby jeho koncentrácia bola 15 000$\mu g.ml^{-1}$.
- chlorid lantanitý o koncentrácii 25 000$\mu g.ml^{-1}$
- kyselina dusičná, p.a. , 0,5% roztok
- deionizovaná voda

4. Bezpečnosť pri práci

Dodržiavať Zásady pre bezpečnú prácu v chemických laboratóriách podľa STN 01 8003

5. Pracovný postup

5.1. Príprava vzorky

<u>Mineralizácia vzorky pri zvýšenom tlaku a zvýšenej teplote</u>

Podľa predpokladaného obsahu analytu vo vzorke sa naváži 0,2 až 5 gramov zhomogenizovanej vzorky (tab. 1) do teflónovej nádobky. Ku vzorke sa pridá 3 až 12ml kyseliny dusičnej, p.a.. Teflónová nádobka sa uzavrie do tlakovej bombičky, ktorá sa zohrieva po dobu 4 hodín pri teplote 170°C v sušiarni alebo sa zahrieva mikrovlnným žiarením v zariadení pre mikrovlnný rozklad (Plazmatronika), pričom sa vzorka rozkladá pri zvýšenom tlaku a zvýšenej teplote. Po vychladnutí sa mineralizačné zariadenie otvorí a vyberie sa z neho teflónová nádobka, ktorá obsahuje rozloženú vzorku. Mineralizát vzorky sa kvantitatívne prenesie do 50ml odmernej banky a doplní sa po značku deionizovanou vodou.

Rovnakým spôsobom sa pripraví i slepý pokus.

Tabuľka 1: Navážky vzoriek podľa predpokladaného obsahu analytu vo vzorke a podľa jednotlivých komodít

Komodita	Navážka (g)
mäso, ryby, morské živočíchy, mliečne výrobky, masť	2,0
mäsové výrobky, syry, vnútornosti	1,5 – 2,0
vajcia	2,5
med	1,5
mliečne výrobky (smotana, jogurt)	2,5 - 3,0
mliečne výrobky (mrazené)	3,0 - 3,5
mlieko	4,0 - 5,0
sušené mlieko,sušené vajcia	1,0
obilniny, celková kŕmna dávka (žľabová vzorka)	1,0
kŕmne zmesi, bielkovinové krmivá (živočíšne, rastlinné), objemové krmivá sušené	0,5
objemové krmivá čerstvé	1,0 - 1,5
minerálne doplnky, premixy	0,15 - 0,3

Úprava vody

Vzorka vody sa okyslí HNO_3 (65%), p.a., (na 100ml vzorky vody sa pridáva 1ml HNO_3). Takto okyslená voda je pripravená na stanovenie.

Ďalšia úprava vzorky:
K mineralizátu vzorky (pipetované množstvo podľa predpokladaného obsahu horčíka v komodite (50µl až 1 ml)) sa pridá 3 ml roztoku chloridu lantanitého (c=25 000µg.ml^{-1}).
Roztok sa doplní deionizovanou vodou na objem 10 ml.
Príprava blanku: Do 10 ml odmernej banky sa napipetuje 1 ml mineralizátu slepého pokusu, pridá 3 ml chloridu lantanitého a doplní po značku deionizovanou vodou.

5.2. Príprava merania

Roztoky horčíka

Roztok horčíka o koncentrácii **50µg.ml^{-1}**: Zo základného štandardného roztoku horčíka o koncentrácii 1g/l sa odpipetuje 5ml do 100 ml odmernej banky, ktorá sa doplní po značku 0,5% roztokom kyseliny dusičnej.

Roztok horčíka o koncentrácii **5µg.ml^{-1}**: Z roztoku horčíka o koncentrácii **50µg.ml^{-1}** sa odpipetuje 10 ml do 100 ml odmernej banky, ktorá sa doplní po značku 0,5% roztokom kyseliny dusičnej.

Do 25ml odmerných baniek sa z roztoku **5μg.ml^{-1}** pripravia roztoky podľa tabuľky č.2. K roztokom sa pridá 7,5ml roztoku $LaCl_3$, ktorý sa uchováva v chladničke o koncentrácii 25000μg.ml^{-1} a doplní sa po značku 0,5% roztokom kyseliny dusičnej.

Tabuľka č.2

koncentrácia pracovného štandardu **(μg.ml^{-1})**	odpipetovaný objem z roztoku o koncentrácii 5,0μg.ml^{-1} **(ml)**
0,25	1,25
0,5	2,5
1,0	5,00

Kalibračné roztoky a roztok vzorky sa postupne premerajú na prístroji AAS.

Kalibračná krivka 0,25 mg/l
0,50 mg/l
1,00 mg/l

6. Vyhodnotenie

Meria sa závislosť absorbancie roztokov v závislosti od ich koncentrácie pri podmienkach uvedených v tabuľke 3. Z kalibračnej krivky sa určí koncentrácia horčíka vo vzorke. Ak koncentrácia horčíka vo vzorke prekročí rozsah kalibračnej krivky, roztok sa vhodne riedi deionizovanou vodou a prislúchajúcim množstvom chloridu lantanitého.

Koncentrácia horčíka v mineralizáte vzorky je priamo udaná spektrometrom. Podľa potreby sa koncentrácia horčíka v roztoku prepočíta pri zadaní navážky a objemu na obsah horčíka v mg.kg^{-1}.

Tabuľka 3: Podmienky pre stanovenie horčíka

Instrument mode	absorbance
Calibration mode	concentration
Measurement mode	integration
Lamp current	4 mA
Slit width	0,5 nm
Slit height	Normal
Wavelength	285,2 nm
Flame	air – acetylene
Sample introduction	Manual
Delay time	10 s
Time constant	0,05 s
Measurement time	5,0 s
Replicates	3
Background correction	Off

7. Zabezpečenie kvality výsledkov skúšok

- pravidelné zaraďovanie slepých pokusov pri každej sérii vzoriek
- paralelné analýzy po každej dvadsiatej vzorke
- pravidelné používanie RM a CRM
- sledovanie trendov v regulačných diagramoch pre RM a CRM
- účasť v medzilaboratórnych testoch (medzinárodné i v rámci SR)
- certifikácia prístrojov, pravidelné servisné kontroly
- používanie kalibrovaného odmerného skla, overených analytických váh

8. Literatúra

Analytical Method for Flame Spectroscopy, Varian, Australia 1989, str. 37

STN EN ISO 7980 (75 7469)Kvalita vody. Stanovenie vápnika a horčíka. Metóda atómovej absorpčnej spektrometrie.

STN EN ISO 6869(46 7034) Krmivo pre zvieratá Stanovenie obsahu vápnika, medi, železa, horčíka, mangánu, draslíka, sodíka a zinku. Metóda atómovej absorpčnej spektrometrie.

CH 1.6

Stanovenie mangánu metódou Flame- AAS

1. Určenie metódy

Metóda je určená na stanovenie mangánu vo vzorkách živočíšneho i rastlinného pôvodu, nápojoch, vodách a krmivách

2. Princíp metódy

Mangán sa stanoví v mineralizáte vzorky podľa doporučených podmienok pre stanovenie mangánu metódou atómovej absorpčnej spektrometrie s plameňovou atomizáciou.

3. Pomôcky

3.1. Prístroje a zariadenia

- atómový absorpčný spektrometer SpectrAA 220FS (Varian)

3.2. Chemikálie roztoky

- štandardný roztok mangánu o koncentrácii 1g/l
- kalibračné roztoky mangánu o koncentráciách 0,2; 0,5; 1,0 a 2,0 $\mu g.ml^{-1}$, ktoré sa pripravia vhodným riedením štandardného roztoku mangánu 0,5% roztokom kyseliny dusičnej
- kyselina dusičná, p.a., 0,5% roztok
- deionizovaná voda

4. Bezpečnosť pri práci

Dodržiavať Zásady pre bezpečnú prácu v chemických laboratóriách podľa STN 01 8003

5. Pracovný postup

5.1. Príprava vzorky

<u>Mineralizácia vzorky pri zvýšenom tlaku a zvýšenej teplote</u>

Podľa predpokladaného obsahu analytu vo vzorke sa naváži 0,2 až 5 gramov zhomogenizovanej vzorky (tab. 1) do teflónovej nádobky. Ku vzorke sa pridá 3 až 12ml kyseliny dusičnej, p.a.. Teflónová nádobka sa uzavrie do tlakovej bombičky, ktorá sa zohrieva po dobu 4 hodín pri teplote 170°C v sušiarni alebo sa zahrieva mikrovlnným žiarením v zariadení pre mikrovlnný rozklad (Plazmatronika), pričom sa vzorka rozkladá pri zvýšenom tlaku a zvýšenej teplote. Po vychladnutí sa mineralizačné zariadenie otvorí a vyberie sa z neho teflónová nádobka, ktorá obsahuje rozloženú vzorku. Mineralizát vzorky sa kvantitatívne prenesie do 50ml odmernej banky a doplní sa po značku deionizovanou vodou.

Tabuľka 1: Navážky vzoriek podľa predpokladaného obsahu analytu vo vzorke a podľa jednotlivých komodít

Komodita	Navážka (g)
mäso, ryby, morské živočíchy, mliečne výrobky, masť	2,0
mäsové výrobky, syry, vnútornosti	1,5 – 2,0
vajcia	2,5
med	1,5
mliečne výrobky (smotana, jogurt)	2,5 - 3,0
mliečne výrobky (mrazené)	3,0 - 3,5
mlieko	4,0 - 5,0
sušené mlieko, sušené vajcia	1,0
obilniny, celková kŕmna dávka (žľabová vzorka)	1,0
kŕmne zmesi, bielkovinové krmivá (živočíšne, rastlinné), objemové krmivá sušené	0,5
objemové krmivá čerstvé	1,0 - 1,5
minerálne doplnky, premixy	0,15 - 0,3

Rozpúšťanie

Špeciálne vzorky (soľ, jodid draselný, seleničitan sodný, oxid zinočnatý a iné chemikálie anorganického charakteru, ktoré sú súčasťou krmív), ktoré sa rozpúšťajú vo vode alebo kyselinách (HCl, HNO_3) pri laboratórnej teplote sa rozkladajú za studena. Navážka takejto vzorky sa pohybuje v rozsahu 0,2 až 2,0g. Vzorka sa rozpúšťa vo vhodnom rozpúšťadle (deionizovaná voda, HNO_3, HCl). Vzniknutý mineralizát sa prenesie do 50ml odmernej banky a doplní sa po značku deionizovanou vodou.

Úprava vody

Vzorka vody sa okyslí HNO_3 (65%), p.a., (na 100ml vzorky vody sa pridáva 1ml HNO_3). Takto okyslená voda je pripravená na stanovenie.

5.2. Príprava merania

Roztoky mangánu

Roztok mangánu o koncentrácii **50μg.ml^{-1}**: Zo základného štandardného roztoku mangánu o koncentrácii 1g/l sa odpipetuje 5ml do 100 ml odmernej banky, ktorá sa doplní po značku 0,5% roztokom kyseliny dusičnej.

Do 50ml odmerných baniek sa z roztoku **50μg.ml^{-1}** pripravia roztoky podľa tabuľky č.2. Banky sa doplnia po značku 0,5% roztokom kyseliny dusičnej.

Tabuľka č.2

koncentrácia pracovného štandardu **($\mu g.ml^{-1}$)**	odpipetovaný objem z roztoku o koncentrácii $50 \mu g.ml^{-1}$ **(ml)**
0,2	0,2
0,5	0,5
1,0	1,0
2,0	2,0

Kalibračné roztoky a mineralizát vzorky sa postupne premerajú na prístroji AAS.
Kalibračná krivka: 0,20 mg/l
0,50 mg/l
1,00 mg/l
2,00 mg/l

6. Vyhodnotenie

Meria sa závislosť absorbancie roztokov v závislosti od ich koncentrácie pri podmienkach uvedených v tabuľke 3. Z kalibračnej krivky sa určí koncentrácia mangánu vo vzorke. Ak koncentrácia mangánu vo vzorke prekročí rozsah kalibračnej krivky, roztok sa vhodne riedi deionizovanou vodou. Koncentrácia mangánu v mineralizáte vzorky je priamo udaná spektrometrom. Podľa potreby sa koncentrácia mangánu v roztoku prepočíta pri zadaní navážky a objemu na obsah mangánu v $mg.kg^{-1}$.

Tabuľka 3: Podmienky pre stanovenie mangánu

Instrument mode	absorbance
Calibration mode	concentration
Measurement mode	integration
Lamp current	5 mA
Slit width	1,0 nm
Slit height	normal
Wavelength	279,5 nm
Flame	air - acetylene
Sample introduction	manual
Delay time	2 s
Time constant	0,05 s
Measurement time	3,0 s
Replicates	2
Background correction	on

7. Zabezpečenie kvality výsledkov skúšok

- pravidelné zaraďovanie slepých pokusov pri každej sérii vzoriek
- paralelné analýzy po každej dvadsiatej vzorke
- pravidelné používanie RM a CRM

- sledovanie trendov v regulačných diagramoch pre RM a CRM
- účasť v medzilaboratórnych testoch (medzinárodných i v rámci SR)
- certifikácia prístrojov, pravidelné servisné kontroly
- používanie kalibrovaného odmerného skla, overených analytických váh

8. Literatúra

Veterinárne laboratórne metodiky, VII. b, Štátna veterinárna správa SR, Bratislava 1990, str. 53

Analytical Method for Flame Spectroscopy, Varian, Australia 1989, str. 38

CH 1.6

Stanovenie medi metódou Flame- AAS

1. Určenie metódy

Metóda je určená na stanovenie medi vo vzorkách živočíšneho i rastlinného pôvodu, nápojoch, vodách a krmivách

2. Princíp metódy

Meď sa stanoví v mineralizáte vzorky metódou atómovej absorpčnej spektrometrie s plameňovou atomizáciou podľa doporučených a experimentálne overených podmienok pre stanovenie medi touto metódou

3. Pomôcky

3.1. Prístroje a zariadenia

- atómový absorpčný spektrometer SpectrAA 220FS (Varian)

3.2.Chemikálie a roztoky

- kyselina dusičná, p.a., 0,5% roztok
- štandardný roztok medi o koncentrácii 1g/l
- kalibračné štandardné roztoky medi o koncentráciách: 0,5; 1,0; 2,5; 5,0 $\mu g.ml^{-1}$, ktoré sa pripravia vhodným riedením štandardného roztoku medi
- deionizovaná voda (blank)

4. Bezpečnosť pri práci

Dodržiavať Zásady pre bezpečnú prácu v chemických laboratóriách podľa STN 01 8003

5. Pracovný postup

5.1. Príprava vzorky

<u>Mineralizácia vzorky pri zvýšenom tlaku a zvýšenej teplote</u>

Podľa predpokladaného obsahu analytu vo vzorke sa naváži 0,2 až 5 gramov zhomogenizovanej vzorky (tab. 1) do teflónovej nádobky. Ku vzorke sa pridá 3 až 12ml kyseliny dusičnej, p.a.. Teflónová nádobka sa uzavrie do tlakovej bombičky, ktorá sa zohrieva po dobu 4 hodín pri teplote 170°C v sušiarni alebo sa zahrieva mikrovlnným žiarením v zariadení pre mikrovlnný rozklad (Plazmatronika), pričom sa vzorka rozkladá pri zvýšenom tlaku a zvýšenej teplote. Po vychladnutí sa mineralizačné zariadenie otvorí a vyberie sa z neho teflónová nádobka, ktorá obsahuje rozloženú vzorku. Mineralizát vzorky sa kvantitatívne prenesie do 50ml odmernej banky a doplní sa po značku deionizovanou vodou.

Tabuľka 1: Navážky vzoriek podľa predpokladaného obsahu analytu vo vzorke a podľa jednotlivých komodít

Komodita	Navážka (g)
mäso, ryby, morské živočíchy, mliečne výrobky, masť	2,0
mäsové výrobky, syry, vnútornosti	1,5 – 2,0
vajcia	2,5
med	1,5
mliečne výrobky (smotana, jogurt)	2,5 - 3,0
mliečne výrobky (mrazené)	3,0 - 3,5
mlieko	4,0 - 5,0
sušené mlieko, sušené vajcia	1,0
obilniny, celková kŕmna dávka (žľabová vzorka)	1,0
kŕmne zmesi, bielkovinové krmivá (živočíšne, rastlinné), objemové krmivá sušené	0,5
objemové krmivá čerstvé	1,0 - 1,5
minerálne doplnky, premixy	0,15 - 0,3

Rozpúšťanie

Špeciálne vzorky (soľ, jodid draselný, seleničitan sodný, oxid zinočnatý a iné chemikálie anorganického charakteru, ktoré sú súčasťou krmív), ktoré sa rozpúšťajú vo vode alebo kyselinách (HCl, HNO_3) pri laboratórnej teplote sa rozkladajú za studena. Navážka takejto vzorky sa pohybuje v rozsahu 0,2 až 2,0g. Vzorka sa rozpúšťa vo vhodnom rozpúšťadle (deionizovaná voda, HNO_3, HCl). Vzniknutý mineralizát sa prenesie do 50ml odmernej banky a doplní sa po značku deionizovanou vodou.

Úprava vody

Vzorka vody sa okyslí HNO_3 (65%), p.a., (na 100ml vzorky vody sa pridáva 1ml HNO_3). Takto okyslená voda je pripravená na stanovenie.

5.2. Príprava merania

Roztoky medi

Roztok medi o koncentrácii **50μg.ml^{-1}**: Zo základného štandardného roztoku medi o koncentrácii 1g/l sa odpipetuje 5ml do 100 ml odmernej banky, ktorá sa doplní po značku 0,5% roztokom kyseliny dusičnej.

Do 50ml odmerných baniek sa z roztoku **50μg.ml^{-1}** pripravia roztoky podľa nasledovnej tabuľky. Banky sa doplnia po značku 0,5% roztokom kyseliny dusičnej (tabuľka č2)

Tabuľka č 2:

koncentrácia pracovného štandardu **($\mu g.ml^{-1}$)**	odpipetovaný objem z roztoku o koncentrácii $50 \mu g.ml^{-1}$ **(ml)**
0,5	0,5
1,0	1,0
2,5	2,5
5,0	5,0

Kalibračné štandardné roztoky medi a mineralizát vzorky sa premerajú na prístroji AAS.
Kalibračná krivka: 0,50 mg/l
1,00 mg/l
2,50 mg/l
5,00 mg/l

6. Vyhodnotenie

Podmienky stanovenia sú v tabuľke 3. Vyhodnotenie sa prevádza metódou kalibračnej krivky. Ak koncentrácia medi v mineralizáte vzorky prekročí rozsah kalibračnej krivky, mineralizát vzorky sa vhodne riedi deionizovanou vodou.

Koncentrácia medi v mineralizáte vzorky je priamo udaná spektrometrom. Podľa potreby sa koncentrácia medi prepočíta pri zadaní navážky a objemu na obsah medi v $mg.kg^{-1}$.

Tabuľka 3: Podmienky merania pre stanovenie medi metódou F-AAS

Instrument mode	absorbance
Calibration mode	concentration
Measurement mode	integration
Lamp current	4 mA
Slit width	0,5 nm
Slit height	normal
Wavelength	324,8
Flame	air - acetylene
Sample introduction	manual
Delay time	2
Measurement time	3,0 s
Replicates	3
Background correction	off
Time constant	0,05

7. Zabezpečenie kvality výsledkov skúšok

- pravidelné zaraďovanie slepých pokusov pri každej sérii vzoriek
- paralelné analýzy po každej dvadsiatej vzorke
- pravidelné používanie RM a CRM
- sledovanie trendov v regulačných diagramoch pre RM a CRM
- účasť v medzilaboratórnych testoch (medzinárodné i v rámci SR)
- certifikácia prístrojov, pravidelné servisné kontroly
- používanie kalibrovaného odmerného skla, overených analytických váh

8. Literatúra

Veterinárne laboratórne metodiky, VII. b, Štátna veterinárna správa SR, Bratislava 1990, str. 56

Analytical Method for Flame Spectroscopy, Varian, Austalia 1989, str 19

CH 1.6

Stanovenie sodíka metódou OES

1. Určenie metódy
Metóda je určená na stanovenie sodíka vo vzorkách živočíšneho i rastlinného pôvodu, nápojoch, vodách a krmivách

2. Princíp metódy

Sodík sa stanoví v mineralizáte vzorky metódou optickej emisnej spektrometrie podľa doporučených podmienok pre stanovenie sodíka touto metódou.

3. Pomôcky
3.1. Prístroje a zariadenia
- optický emisný spektrometer SpectrAA 220FS (Varian)

3.2.Chemikálie a roztoky
- kyselina dusičná, ANALPURE, 5% roztok
- štandardný roztok sodíka o koncentrácii 1g/l
- kalibračné štandardné roztoky sodíka o koncentráciách: 2,0 ; 5,0; 10,0 $\mu g.ml^{-1}$, ktoré sa pripravia vhodným riedením štandardného roztoku sodíka s 0,5% roztokom kyseliny dusičnej
- deionizovaná voda

4. Bezpečnosť pri práci
Dodržiavať Zásady pre bezpečnú prácu v chemických laboratóriách podľa STN 01 8003

5. Pracovný postup

5.1.Príprava vzorky

<u>Mineralizácia vzorky pri zvýšenom tlaku a zvýšenej teplote</u>

Podľa predpokladaného obsahu analytu vo vzorke sa naváži 0,2 až 5 gramov zhomogenizovanej vzorky (tab. 1) do teflónovej nádobky. Ku vzorke sa pridá 3 až 12ml kyseliny dusičnej. Teflónová nádobka sa uzavrie do tlakovej bombičky, ktorá sa zohrieva po dobu 4 hodín pri teplote 170°C v sušiarni alebo sa zahrieva mikrovlnným žiarením v zariadení pre mikrovlnný rozklad (Plazmatronika), pričom sa vzorka rozkladá pri zvýšenom tlaku a zvýšenej teplote. Po vychladnutí sa mineralizačné zariadenie otvorí a vyberie sa z neho teflónová nádobka, ktorá obsahuje rozloženú vzorku. Mineralizát vzorky sa kvantitatívne prenesie do 50ml odmernej banky a doplní sa po značku deionizovanou vodou.

Tabuľka 1: Navážky vzoriek podľa predpokladaného obsahu analytu vo vzorke a podľa jednotlivých komodít

Komodita	Navážka (g)
mäso, ryby, morské živočíchy, mliečne výrobky, masť	2,0
mäsové výrobky, syry, vnútornosti	1,5 – 2,0
vajcia	2,5
med	1,5
mliečne výrobky (smotana, jogurt)	2,5 - 3,0
mliečne výrobky (mrazené)	3,0 - 3,5
mlieko	4,0 - 5,0
sušené mlieko, sušené vajcia	1,0
obilniny, celková kŕmna dávka (žľabová vzorka)	1,0
kŕmne zmesi, bielkovinové krmivá (živočíšne, rastlinné), objemové krmivá sušené	0,5
objemové krmivá čerstvé	1,0 - 1,5
minerálne doplnky, premixy	0,15 - 0,3

Rozpúšťanie

Špeciálne vzorky (soľ, jodid draselný, seleničitan sodný, oxid zinočnatý a iné chemikálie anorganického charakteru, ktoré sú súčasťou krmív), ktoré sa rozpúšťajú vo vode alebo kyselinách (HCl, HNO_3) pri laboratórnej teplote sa rozkladajú za studena. Navážka takejto vzorky sa pohybuje v rozsahu 0,2 až 2,0g. Vzorka sa rozpúšťa vo vhodnom rozpúšťadle (deionizovaná voda, HNO_3, HCl). Vzniknutý mineralizát sa prenesie do 50ml odmernej banky a doplní sa po značku deionizovanou vodou.

Úprava vody

Vzorka vody sa okyslí HNO_3 (65%), (na 100ml vzorky vody sa pridáva 1ml HNO_3). Takto okyslená voda je pripravená na stanovenie.

5.2.Príprava merania

Roztoky sodíka

Roztok sodíka o koncentrácii **100μg.ml^{-1}**: Zo základného štandardného roztoku sodíka o koncentrácii 1g/l sa odpipetuje 10ml do 100 ml odmernej banky, ktorá sa doplní po značku 0,5% roztokom kyseliny dusičnej.

Do 50ml odmerných baniek sa z roztoku **100μg.ml^{-1}** pripravia roztoky podľa j tabuľky č.2. Banky sa doplnia po značku 0,5% roztokom kyseliny dusičnej.

Tabuľka č.2

koncentrácia pracovného	odpipetovaný objem z roztoku

štandardu **(µg.ml^{-1})**	o koncentrácii 100µg.ml^{-1} **(ml)**
2,0	1,0
5,0	2,5
10,0	5,0

Kalibračné štandardné roztoky sodíka a mineralizát vzorky sa postupne premerajú na prístroji OES.

Kalibračná krivka 2,00 mg/l
5,00 mg/l
10,00 mg/l

6. Vyhodnotenie

Vyhodnotenie sa prevádza metódou kalibračnej krivky. Ak koncentrácia sodíka v mineralizáte vzorky prekročí rozsah kalibračnej krivky, mineralizát vzorky sa vhodne riedi deionizovanou vodou.

Koncentrácia sodíka v mineralizáte vzorky je priamo udaná spektrometrom. Podmienky stanovenia sú v tabuľke 3. Podľa potreby sa koncentrácia sodíka prepočíta pri zadaní navážky a objemu na obsah sodíka v mg.kg^{-1}.

Tabuľka 3: Podmienky merania pre stanovenie sodíka metódou OES

Instrument mode	Emission
Calibration mode	Concentration
Measurement mode	Integration
Slit width	0,2 nm
Slit height	normal
Wavelength	589,0 nm
Flame	air – acetylene
Sample introduction	Manual
Delay time	5 s
Time constant	0,05 s
Measurement time	5,0 s
Replicates	3
Background correction	

7. Zabezpečenie kvality výsledkov skúšok

- pravidelné zaraďovanie slepých pokusov pri každej sérii vzoriek
- paralelné analýzy po každej dvadsiatej vzorke

- pravidelné používanie RM a CRM
- sledovanie trendov v regulačných diagramoch pre RM a CRM
- účasť v medzilaboratórnych testoch (medzinárodné i v rámci SR)
- certifikácia prístrojov, pravidelné servisné kontroly
- používanie kalibrovaného odmerného skla, overených analytických váh

8. Literatúra

Analytical Method for Flame Spectroscopy, Varian, Australia 1989, str. 40

CH 1.6

Stanovenie vápnika metódou Flame- AAS

1. Určenie metódy

Metóda je určená na stanovenie vápnika vo vzorkách živočíšneho i rastlinného pôvodu, nápojoch, vodách a krmivách

2. Princíp metódy

Vápnik sa stanoví v mineralizáte po úprave vzorky podľa doporučených podmienok pre stanovenie vápnika metódou atómovej absorpčnej spektrometrie s plameňovou atomizáciou.

3. Pomôcky

3.1 Prístroje a zariadenia

- atómový absorpčný spektrometer SpectrAA 220FS (Varian)

3.2.Chemikálie a roztoky

- štandardný roztok vápnika o koncentrácii 1g/l
- kalibračné roztoky vápnika o koncentráciách 0,5; 1,0; 2,0 a 3,0 $\mu g.ml^{-1}$, ktoré sa pripravia vhodným riedením štandardného roztoku vápnika 0,5% roztokom kyseliny dusičnej. K roztokom sa pridá roztok chloridu lantanitého (c=25 000$\mu g.ml^{-1}$) v takom množstve, aby jeho koncentrácia bola 15 000$\mu g.ml^{-1}$.
- chlorid lantanitý o koncentrácii 25 000$\mu g.ml^{-1}$
- kyselina dusičná, ANALPURE , 0,5% roztok
- deionizovaná voda

4. Bezpečnosť pri práci

Dodržiavať Zásady pre bezpečnú prácu v chemických laboratóriách podľa STN 01 8003

5. Pracovný postup

5.1.Príprava vzorky

<u>Mineralizácia vzorky pri zvýšenom tlaku a zvýšenej teplote</u>

Podľa predpokladaného obsahu analytu vo vzorke sa naváži 0,2 až 5 gramov zhomogenizovanej vzorky (tab. 1) do teflónovej nádobky. Ku vzorke sa pridá 3 až 12ml kyseliny dusičnej, p.a.. Teflónová nádobka sa uzavrie do tlakovej bombičky, ktorá sa zohrieva po dobu 4 hodín pri teplote 170°C v sušiarni alebo sa zahrieva mikrovlnným žiarením v zariadení pre mikrovlnný rozklad (Plazmatronika), pričom sa vzorka rozkladá pri zvýšenom tlaku a zvýšenej teplote. Po vychladnutí sa mineralizačné zariadenie otvorí a vyberie sa z neho teflónová nádobka, ktorá obsahuje rozloženú vzorku. Mineralizát vzorky sa kvantitatívne prenesie do 50ml odmernej banky a doplní sa po značku deionizovanou vodou.

Rovnako sa pripraví i slepý pokus.

Tabuľka 1: Navážky vzoriek podľa predpokladaného obsahu analytu vo vzorke a podľa jednotlivých komodít

Komodita	Navážka (g)
mäso, ryby, morské živočíchy, mliečne výrobky, masť	2,0
mäsové výrobky, syry, vnútornosti	1,5 – 2,0
vajcia	2,5
med	1,5
mliečne výrobky (smotana, jogurt)	2,5 - 3,0
mliečne výrobky (mrazené)	3,0 - 3,5
mlieko	4,0 - 5,0
sušené mlieko, sušené vajcia	1,0
obilniny, celková kŕmna dávka (žľabová vzorka)	1,0
kŕmne zmesi, bielkovinové krmivá (živočíšne, rastlinné), objemové krmivá sušené	0,5
objemové krmivá čerstvé	1,0 - 1,5
minerálne doplnky, premixy	0,15 - 0,3

Úprava vody

Vzorka vody sa okyslí HNO_3 (65%), (na 100ml vzorky vody sa pridáva 1ml HNO_3). Takto okyslená voda je pripravená na stanovenie.

Ďalšia úprava vzorky:
K mineralizátu vzorky (pipetované množstvo podľa predpokladaného obsahu vápnika v komodite (50µl až 1 ml)) sa pridá 3 ml roztoku chloridu lantanitého (c=25 000µg.ml^{-1}).
Roztok sa doplní deionizovanou vodou na objem 10 ml.
Príprava blanku: Do 10 ml odmernej banky sa napipetuje 1 ml mineralizátu slepého pokusu, pridá 3 ml chloridu lantanitého a doplní po značku deionizovanou vodou.

5.2. Príprava merania

Roztoky vápnika

Roztok vápnika o koncentrácii **50µg.ml^{-1}**: Zo základného štandardného roztoku vápnika o koncentrácii 1g/l sa odpipetuje 5ml do 100 ml odmernej banky, ktorá sa doplní po značku 0,5% roztokom kyseliny dusičnej.

Do 25ml odmerných baniek sa z roztoku **50µg.ml^{-1}** pripravia roztoky podľa nasledovnej tabuľky. K roztokom sa pridá 7,5ml roztoku $LaCl_3$, ktorý sa uchováva

v chladničke o koncentrácii 25000μg.ml^{-1} a doplní sa po značku 0,5% roztokom kyseliny dusičnej(tabuľka č.2).

Tabuľka č.2

koncentrácia pracovného štandardu **(μg.ml^{-1})**	odpipetovaný objem z roztoku o koncentrácii 50μg.ml^{-1} **(ml)**
0,5	0,25
1,0	0,5
2,0	1,0
3,0	1,5

Kalibračné roztoky a roztok vzorky sa postupne premerajú na prístroji AAS.
Kalibračná krivka: 0,50 mg/l
1,00 mg/l
2,00 mg/l
3,00 mg/l

6. Vyhodnotenie

Meria sa závislosť absorbancie roztokov v závislosti od ich koncentrácie pri podmienkach uvedených v tabuľke 3. Z kalibračnej krivky sa určí koncentrácia vápnika vo vzorke. Ak koncentrácia vápnika vo vzorke prekročí rozsah kalibračnej krivky, roztok sa vhodne riedi deionizovanou vodou a prislúchajúcim množstvom chloridu lantanitého.

Koncentrácia vápnika v mineralizáte vzorky je priamo udaná spektrometrom. Podľa potreby sa koncentrácia vápnika v roztoku prepočíta pri zadaní navážky a objemu na obsah vápnika v mg.kg^{-1}.

Tabuľka 3: Podmienky pre stanovenie vápnika

Instrument mode	absorbance
Calibration mode	concentration
Measurement mode	integration
Lamp current	10 mA
Slit width	1,0 nm
Slit height	normal
Wavelength	422.7 nm
Flame	air - acetylene
Sample introduction	manual
Delay time	2 s
Time constant	0,05 s
Measurement time	3,0 s
Replicates	3
Background correction	off

7. Zabezpečenie kvality výsledkov skúšok

- pravidelné zaraďovanie slepých pokusov pri každej sérii vzoriek
- paralelné analýzy po každej dvadsiatej vzorke
- pravidelné používanie RM a CRM
- sledovanie trendov v regulačných diagramoch pre RM a CRM
- účasť v medzilaboratórnych testoch (medzinárodných i v rámci SR)
- certifikácia prístrojov, pravidelné servisné kontroly
- používanie kalibrovaného odmerného skla, overených analytických váh

8. Literatúra

Analytical Method for Flame Spectroscopy, Varian, Australia 1989, str. 14

STN EN ISO 7980 (75 7469)Kvalita vody. Stanovenie vápnika a horčíka. Metóda atómovej absorpčnej spektrometrie.

STN EN ISO 6869(46 7034) Krmivo pre zvieratá Stanovenie obsahu vápnika, medi, železa, horčíka, mangánu, draslíka, sodíka a zinku. Metóda atómovej absorpčnej spektrometrie.

CH 1.6

Stanovenie zinku metódou Flame- AAS

1. Určenie metódy

Metóda je určená na stanovenie zinku vo vzorkách živočíšneho i rastlinného pôvodu, nápojoch, vodách a krmivách

2. Princíp metódy

Zinok sa stanoví v mineralizáte vzorky metódou atómovej absorpčnej spektrometrie s plameňovou atomizáciou podľa doporučených podmienok pre stanovenie zinku touto metódou.

3. Pomôcky

3.1 Prístroje a zariadenia

- atómový absorpčný spektrometer SpectrAA 220FS (Varian)

3.2 Chemikálie a roztoky

- kyselina dusičná, ANALPURE, 5% roztok
- štandardný roztok zinku o koncentrácii 1g/l
- kalibračné štandardné roztoky zinku o koncentráciách: 0,25; 0,5 ; 1,0; 1,5; 2,0 $\mu g.ml^{-1}$, ktoré sa pripravia vhodným riedením štandardného roztoku zinku s 0,5% roztokom kyseliny dusičnej
- deionizovaná voda

4. Bezpečnosť pri práci

Dodržiavať Zásady pre bezpečnú prácu v chemických laboratóriách podľa STN 01 8003

5. Pracovný postup

5.1 Príprava vzorky

<u>Mineralizácia vzorky pri zvýšenom tlaku a zvýšenej teplote</u>

Podľa predpokladaného obsahu analytu vo vzorke sa naváži 0,2 až 5 gramov zhomogenizovanej vzorky (tab. 1) do teflónovej nádobky. Ku vzorke sa pridá 3 až 12ml kyseliny dusičnej. Teflónová nádobka sa uzavrie do tlakovej bombičky, ktorá sa zohrieva po dobu 4 hodín pri teplote 170°C v sušiarni alebo sa zahrieva mikrovlnným žiarením v zariadení pre mikrovlnný rozklad (Plazmatronika), pričom sa vzorka rozkladá pri zvýšenom tlaku a zvýšenej teplote. Po vychladnutí sa mineralizačné zariadenie otvorí a vyberie sa z neho teflónová nádobka, ktorá obsahuje rozloženú vzorku. Mineralizát vzorky sa kvantitatívne prenesie do 50ml odmernej banky a doplní sa po značku deionizovanou vodou.

Tabuľka 1: Navážky vzoriek podľa predpokladaného obsahu analytu vo vzorke a podľa jednotlivých komodít

Komodita	Navážka (g)
mäso, ryby, morské živočíchy, mliečne výrobky, masť	2,0
mäsové výrobky, syry, vnútornosti	1,5 – 2,0
vajcia	2,5
med	1,5
mliečne výrobky (smotana, jogurt)	2,5 - 3,0
mliečne výrobky (mrazené)	3,0 - 3,5
mlieko	4,0 - 5,0
sušené mlieko,sušené vajcia	1,0
obilniny, celková kŕmna dávka (žľabová vzorka)	1,0
kŕmne zmesi, bielkovinové krmivá (živočíšne, rastlinné), objemové krmivá sušené	0,5
objemové krmivá čerstvé	1,0 - 1,5
minerálne doplnky, premixy	0,15 - 0,3

Rozpúšťanie

Špeciálne vzorky (soľ, jodid draselný, seleničitan sodný, oxid zinočnatý a iné chemikálie anorganického charakteru, ktoré sú súčasťou krmív), ktoré sa rozpúšťajú vo vode alebo kyselinách (HCl, HNO_3) pri laboratórnej teplote sa rozkladajú za studena. Navážka takejto vzorky sa pohybuje v rozsahu 0,2 až 2,0g. Vzorka sa rozpúšťa vo vhodnom rozpúšťadle (deionizovaná voda, HNO_3, HCl). Vzniknutý mineralizát sa prenesie do 50ml odmernej banky a doplní sa po značku deionizovanou vodou.

Úprava vody

Vzorka vody sa okyslí HNO_3 (65%), (na 100ml vzorky vody sa pridáva 1ml HNO_3). Takto okyslená voda je pripravená na stanovenie.

5.2. Príprava merania

Roztoky zinku

Roztok zinku o koncentrácii **50μg.ml^{-1}**: Zo základného štandardného roztoku zinku o koncentrácii 1g/l sa odpipetuje 5ml do 100 ml odmernej banky, ktorá sa doplní po značku 0,5% roztokom kyseliny dusičnej.

Do 50ml odmerných baniek sa z roztoku **50μg.ml^{-1}** pripravia roztoky podľa tabuľky č.2. Banky sa doplnia po značku 0,5% roztokom kyseliny dusičnej.

Tabuľka č.2

koncentrácia pracovného štandardu **($\mu g.ml^{-1}$)**	odpipetovaný objem z roztoku o koncentrácii $50 \mu g.ml^{-1}$ **(ml)**
0,25	0,25
0,5	0,5
1,0	1,0
1,5	1,5
2,0	2,0

Kalibračné štandardné roztoky zinku a mineralizát vzorky sa premerajú na prístroji AAS.
Kalibračná krivka: 0,25 mg/l
0,50 mg/l
1,00 mg/l
1,50 mg/l
2,00 mg/l

6. Vyhodnotenie

Vyhodnotenie sa prevádza metódou kalibračnej krivky. Ak koncentrácia zinku v mineralizáte vzorky prekročí rozsah kalibračnej krivky, mineralizát vzorky sa vhodne riedi deionizovanou vodou.

Koncentrácia zinku v mineralizáte vzorky je priamo udaná spektrometrom. Podmienky stanovenia sú v tabuľke 3. Podľa potreby sa koncentrácia zinku prepočíta pri zadaní navážky a objemu na obsah zinku v $mg.kg^{-1}$.

Tabuľka 3: Podmienky merania pre stanovenie zinku metódou F-AAS

Instrument mode	absorbance
Calibration mode	concentration
Measurement mode	integration
Lamp current	5 mA
Slit width	0,2 nm
Slit height	normal
Wavelength	213,9 nm
Flame	air - acetylene
Sample introduction	manual
Delay time	5 s
Time constant	0,05 s
Measurement time	3,0 s

Replicates	3
Background correction	on

7. Zabezpečenie kvality výsledkov skúšok

- pravidelné zaraďovanie slepých pokusov pri každej sérii vzoriek
- paralelné analýzy po každej dvadsiatej vzorke
- pravidelné používanie RM a CRM
- sledovanie trendov v regulačných diagramoch pre RM a CRM
- účasť v medzilaboratórnych testoch (medzinárodné i v rámci SR)
- certifikácia prístrojov, pravidelné servisné kontroly
- používanie kalibrovaného odmerného skla, overených analytických váh

8. Literatúra

Veterinárne laboratórne metodiky, VII. b, Štátna veterinárna správa SR, Bratislava 1990, str. 88

Analytical Method for Flame Spectroscopy, Varian, Australia 1989, str. 73

CH 1.6

Stanovenie železa metódou Flame- AAS

1. Určenie metódy

Metóda je určená na stanovenie železa vo vzorkách živočíšneho i rastlinného pôvodu, nápojoch, vodách a krmivách

2. Princíp metódy

Železo sa stanoví v mineralizáte vzorky metódou atómovej absorpčnej spektrometrie s plameňovou atomizáciou podľa doporučených a experimentálne overených podmienok pre stanovenie železa touto metódou.

3. Pomôcky

3.1. Prístroje a zariadenia

- atómový absorpčný spektrometer SpectrAA 220FS (Varian)

3.2.Chemikálie a roztoky

- štandardný roztok železa o koncentrácii 1g/l
- kyselina dusičná, ANALPURE, 0,5% roztok
- kalibračné roztoky železa o koncentráciách: 0,5; 1,0; 2,0 a 5,0 $\mu g.ml^{-1}$, ktoré sa pripravia vhodným riedením štandardného roztoku železa 0,5% roztokom kyseliny dusičnej
- deionizovaná voda

4. Bezpečnosť pri práci

Dodržiavať Zásady pre bezpečnú prácu v chemických laboratóriách podľa STN 01 8003

5. Pracovný postup

5.1. Príprava vzorky

<u>Mineralizácia vzorky pri zvýšenom tlaku a zvýšenej teplote</u>

Podľa predpokladaného obsahu analytu vo vzorke sa naváži 0,2 až 5 gramov zhomogenizovanej vzorky (tab. 1) do teflónovej nádobky. Ku vzorke sa pridá 3 až 12ml kyseliny dusičnej. Teflónová nádobka sa uzavrie do tlakovej bombičky, ktorá sa zohrieva po dobu 4 hodín pri teplote 170°C v sušiarni alebo sa zahrieva mikrovlnným žiarením v zariadení pre mikrovlnný rozklad (Plazmatronika), pričom sa vzorka rozkladá pri zvýšenom tlaku a zvýšenej teplote. Po vychladnutí sa mineralizačné zariadenie otvorí a vyberie sa z neho teflónová nádobka, ktorá obsahuje rozloženú vzorku. Mineralizát vzorky sa kvantitatívne prenesie do 50ml odmernej banky a doplní sa po značku deionizovanou vodou.

Tabuľka 1: Navážky vzoriek podľa predpokladaného obsahu analytu vo vzorke a podľa jednotlivých komodít

Komodita	Navážka (g)
mäso, ryby, morské živočíchy, mliečne výrobky, masť	2,0

mäsové výrobky, syry, vnútornosti	1,5 – 2,0
vajcia	2,5
med	1,5
mliečne výrobky (smotana, jogurt)	2,5 - 3,0
mliečne výrobky (mrazené)	3,0 - 3,5
mlieko	4,0 - 5,0
sušené mlieko, sušené vajcia	1,0
obilniny, celková kŕmna dávka (žľabová vzorka)	1,0
kŕmne zmesi, bielkovinové krmivá (živočíšne, rastlinné), objemové krmivá sušené	0,5
objemové krmivá čerstvé	1,0 - 1,5
minerálne doplnky, premixy	0,15 - 0,3

Rozpúšťanie

Špeciálne vzorky (soľ, jodid draselný, seleničitan sodný, oxid zinočnatý a iné chemikálie anorganického charakteru, ktoré sú súčasťou krmív), ktoré sa rozpúšťajú vo vode alebo kyselinách (HCl, HNO_3) pri laboratórnej teplote sa rozkladajú za studena. Navážka takejto vzorky sa pohybuje v rozsahu 0,2 až 2,0g. Vzorka sa rozpúšťa vo vhodnom rozpúšťadle (deionizovaná voda, HNO_3, HCl). Vzniknutý mineralizát sa prenesie do 50ml odmernej banky a doplní sa po značku deionizovanou vodou.

Úprava vody

Vzorka vody sa okyslí HNO_3 (65%), (na 100ml vzorky vody sa pridáva 1ml HNO_3). Takto okyslená voda je pripravená na stanovenie.

5.2.Príprava merania

Roztoky železa

Roztok železa o koncentrácii **50μg.ml^{-1}**: Zo základného štandardného roztoku železa o koncentrácii 1g/l sa odpipetuje 5ml do 100 ml odmernej banky, ktorá sa doplní po značku 0,5% roztokom kyseliny dusičnej.

Do 50ml odmerných baniek sa z roztoku **50μg.ml^{-1}** pripravia roztoky podľa tabuľky č.2. Banky sa doplnia po značku 0,5% roztokom kyseliny dusičnej.

Tabuľka č.2

koncentrácia pracovného štandardu **(μg.ml^{-1})**	odpipetovaný objem z roztoku o koncentrácii 50μg.ml^{-1} **(ml)**
0,5	0,5
1,0	1,0
2,5	2,5
5,0	5,0

Kalibračné roztoky a mineralizát vzorky sa premerajú na prístroji AAS.
Kalibračná krivka 0,500 mg/l
1,000 mg/l
2,500 mg/l
5,000 mg/l

6. Vyhodnotenie

Meria sa závislosť absorbancie vzoriek od ich koncentrácie. Podmienky merania pre stanovenie železa sú uvedené v tabuľke 3. Z kalibračnej závislosti sa určí koncentrácia železa v mineralizáte vzorky. Ak koncentrácia železa prekročí rozsah kalibračnej krivky, roztok sa vhodne riedi deionozovanou vodou.

Koncentrácia železa v mineralizáte vzorky je priamo udaná spektrometrom. Podľa potreby sa koncentrácia železa prepočíta pri zadaní navážky a objemu na obsah železa v $mg.kg^{-1}$.

Tabuľka 3: Podmienky merania pre stanovenie železa metódou F-AAS

Instrument mode	absorbance
Calibration mode	concentration
Measurement mode	integration
Lamp current	5 mA
Slit width	0,2 nm
Slit height	normal
Wavelength	248,3 nm
Flame	air - acetylene
Sample introduction	manual
Delay time	5 s
Time constant	0,05 s
Measurement time	3,0 s
Replicates	2
Background correction	on

7. Zabezpečenie kvality výsledkov skúšok

- pravidelné zaraďovanie slepých pokusov pri každej sérii vzoriek
- paralelné analýzy po každej dvadsiatej vzorke
- pravidelné používanie RM a CRM
- sledovanie trendov v regulačných diagramoch pre RM a CRM
- účasť v medzilaboratórnych testoch (medzinárodné i v rámci SR)
- certifikácia prístrojov, pravidelné servisné kontroly
- používanie kalibrovaného odmerného skla, overených analytických váh

8. Literatúra

Veterinárne laboratórne metodiky, VII. b, Štátna veterinárna správa SR, Bratislava 1990, str. 92

Analytical Method for Flame Spectroscopy, Varian, Austalia 1989, str 23