

Olovo a jeho sloučeniny

Stanovení olova a sloučenin (jako Pb)

Olovo se v odpadních plynech vyskytuje ve formě solí (často velice těkavých jako PbCl_2) a oxidů v oxidačním stupni Pb(II) a Pb(IV). Stanovení tohoto analytu vyžaduje:

- izokinetický odběr vzorků;
- odběr vzorků zahrnujících všechny fáze výskytu analytu, tzn. pevnou i kapalnou.

V odpadních plynech se vyskytují v rozsahu jednotek až desítek mg/m^3 a ve volném ovzduší v jednotkách až desítkách mikrogramů na metr krychlový.

Manuální metody stanovení

Pro stanovení olova společně s celou řadou dalších kovů byla vypracována evropská norma (ČSN EN 14385) popisující manuální metodu stanovení založenou na kombinovaném odběru vzorků odpadních plynů.

Z potrubí či komína se v určitém časovém intervalu odebere izokineticky vzorek odpadního plynu známého objemu v souladu s ustanovením EN 13284-1 (ČSN EN 13284-1). Prachové částice v odebraném vzorku plynu se zachytí na filtru. Proud plynného vzorku je dále veden sérií absorberů obsahujících absorpční roztoky, v nichž se zachytí materiál prošlý filtrem. Absorpční roztok je tvořen vodným roztokem kyseliny dusičné a peroxidu vodíku. Filtr, absorpční roztok a oplachové roztoky se shromažďují k analýze. Exponovaný filtr se mineralizuje v uzavřené PTFE nádobě a stejně jako exponované absorpční roztoky a oplachové roztoky se připravuje k vlastní analýze.

S ohledem na různorodost analytického vybavení evropských laboratoří a odpovídajících hodnot meze detekce lze používat celého rozsahu těchto metod od AAS přes ICP-OES až po ICP-MS. Výsledkem tohoto uspořádání je mez detekce pro celou vzorkovací trať odpovídající $5 \mu\text{g/m}^3$. Tento požadavek odpovídá mezním hodnotám $0,05 \text{ mg/m}^3$ (pro sumu Cd a Tl) a $0,5 \text{ mg/m}^3$ (pro sumu As, Pb, Cr, Co, Cu, Mn, Ni a V). Analyzované vzorky a konečné výsledky se vyjadřují jako celková hmotnostní koncentrace pro každý určený prvek a nerozlišuje se podíl zachycený na filtru a v absorpčním roztoku.

Uvedené evropské normě odpovídá metoda zavedená US EPA *Method 29 Determination of metals emissions from stationary sources* (Code of Federal Regulations US EPA 1999).

US EPA věnuje stanovení olova mimořádnou pozornost, zavedla proto mimo uvedenou manuální spektroskopickou metodu ještě speciální metodu. US EPA *Method 12 Determination of inorganic lead emissions from stationary sources* (Code of Federal Regulations US EPA 1999) je věnována pouze stanovení Pb metodou AAS vzorku vzniklého spojením absorpčního roztoku pro zachyt plynných forem olova (vodný roztok HNO_3) a produktu mineralizace depozitu na filtru po izokinetickém odběru pevných forem analytu.

S ohledem na svou toxicitu jsou olovo a jeho sloučeniny rovněž předmětem celé řady metodik určených pro analýzu pracovního ovzduší.

Pro stanovení Pb metodou ICP byla zavedena mezinárodní norma ISO 15202 sestávající ze tří částí podrobně uvádějících postup odběru, úpravy a analýzy vzorku pracovního ovzduší pro stanovení souboru kovových prvků a metaloidů (Al, Sb, As, Ba, Be, Bi, B, Cs, Cd, Ca, Cr,

Co, Cu, Hf, In, Fe, Pb, Li, Mg, Mn, Hg, Mo, Ni, P, Pt, K, Rh, Se, Ag, Na, Sr, Ta, Te, Tl, Sn, Ti, W, U, V, Ty, Zn a Zr) (ISO 152002-1), (ISO 15202-2), (ISO 15202-3).

Pro stanovení olova a jeho sloučenin přítomných ve formě aerosolových částic v pracovním ovzduší vypracovala ISO mezinárodní normu ISO 8518 (ISO 8518). Postup stanovení vychází ze záchytu aerosolových částic na vhodném filtru, jejich mineralizaci (na horké desce, v mikrovlnné troubě a v ultrazvukové lázni) a následném stanovení plamenovou AAS nebo AAS s dutou katodou v rozsahu od 0,01 µg do 0,5 µg olova na vzorek.

Instrumentální *on-line* metody stanovení

Instrumentální metody stanovení olova dosud nebyly vyvinuty.

Literatura

Code of Federal Regulations, Title 40, 40CFR60 *Standard of Performance for new stationary sources*, 1999.

ČSN EN 14385 *Kvalita ovzduší - Stacionární zdroje emisí – Stanovení celkových emisí As, Cd, Cr, Co, Cu, Mn, Ni, Pb, Sb, Tl a V*, ČNI Praha 2004.

ISO 8518 *Workplace air -- Determination of particulate lead and lead compounds -- Flame or electrothermal atomic absorption spectrometric method*, ISO Geneve 2001.

ISO 15202-1 *Workplace air -- Determination of metals and metalloids in airborne particulate matter by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry -- Part 1: Sampling*, ISO Geneve 2000.

ISO 15202-2 *Workplace air -- Determination of metals and metalloids in airborne particulate matter by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry -- Part 2: Sample preparation*, ISO Geneve 2001.

ISO 15202-3 *Workplace air -- Determination of metals and metalloids in airborne particulate matter by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry -- Part 3: Analysis*, ISO Geneve 2004.