



Tento výukový materiál je autorským dílem, které je chráněno autorským právem VŠCHT Praha.

Některé části výukového materiálu vycházejí z autorských děl třetích osob, která VŠCHT Praha užívá pro účely výuky svých studentů na základě zákonné licence.

Obsah tohoto výukového materiálu je určen výlučně pro výuku studentů VŠCHT Praha.

Obsah výukového materiálu nesmí být rozmnožován, zaznamenáván, napodobován, publikován ani jinak rozšiřován bez písemného souhlasu majitele autorských práv.

Autorské právo neporušuje ten student VŠCHT Praha, který výlučně pro svou osobní potřebu zhotoví záznam či napodobeninu díla nebo užije dílo jiným způsobem, který dle zákona autorské právo neporušuje.

© VŠCHT Praha 2020

Laboratorní práce č. 12: Stanovení celkového obsahu těžkých kovů v odpadním materiálu

Cíl práce:

Cílem práce je zjistit kvantitativní obsah toxických kovů ve vzorcích odpadních materiálů za využití technologie mineralizace pevného vzorku metodou mikrovlnného rozkladu.

Teoretický úvod

Mikrovlnný rozklad

Vzorek se rozpustí programovaným mikrovlnným ohřevem v uzavřené teflonové nádobce s kyselinou dusičnou a chlorovodíkovou. Většina organických látek je přitom zoxidoována. Teplota je během rozkladu udržována pod nastaveným limitem (175 °C). Řízení procesu je založeno na snímání tlaku. Při překročení horního limitu dojde okamžitě k přerušení dodávky energie, v okamžiku poklesu tlaku pod spodní limit se přívod energie obnoví. Výsledkem je čirý roztok vhodný po zředění k analýze metodami atomové spektrometrie.

Pracovní postup

Příprava vzorků pro mikrovlnný rozklad se provádí v digestoři!!!!

1. Do předem vyčištěných a suchých rozkladných teflonových nádobek připravte navážku 0,1 g vzorku čistírenského kalu (vzorky pevného odpadu je nutné upravit pomocí laboratorního mlýnku). Vzorky připravte do čtyř nádobek, pátá slouží pro slepý pokus. Zapište si přesné navážky jednotlivých vzorků a přehledně je označte.
2. Ke vzorku v nádobkách přidejte 0,4 ml HNO_3 65% a 1,4 ml HCl 37 %.
3. Neuzavřené nádoby opatrně promíchejte krouživými pohyby nádoby a nechte cca 15 min v digestoři.



EVROPSKÁ UNIE
Evropské strukturální a investiční fondy
Operační program Výzkum, vývoj a vzdělávání





4. Nádoby uzavřete pomocí speciálního lisu. Poté sestavte celou rozkladnou nádobku a umístěte ji do teflonového karuselu mikrovlnného rozkladného zařízení. Spolu se vzorky se zpracovává také slepý pokus, který obsahuje pouze směs kyseliny dusičné a chlorovodíkové.
5. Na mikrovlnném rozkladném zařízení zvolte metodu „P2 - Zemina“ a spusťte zařízení. Rozklad trvá včetně chladnutí vzorku cca 50 minut. Po ukončení rozkladného programu vyjměte rozkladné nádoby a opatrně je otevřete v digestoři. Otvírání nádobek musí být pomalé, aby uvolněné rozkladné plyny nestrhávaly vzorek (PRACUJEME V DIGESTOŘI). Po otevření nádoby ponechte ještě cca 15 minut stát, aby došlo k odkouření rozkladných plynů.
6. Vzorky z nádobek kvantitativně převedte do 50 ml odměrných baněk a doplňte po rysku.
7. Ve vzorcích stanovte koncentraci chromu (případně dalších toxických kovů dle pokynů školitele) metodou AAS.

Vyhodnocení výsledků

Ze získaných dat vypočtete množství chromu na kilogram odpadního materiálu podle rovnice (1).

$$m(\text{Cr}) = (\rho_e - \rho_{sl}) \cdot V_0 / m_{vz} \quad [\text{mg/kg}] \quad (1)$$

$m(\text{Cr})$ obsah chromu ve odpadním materiálu [mg/kg]

ρ_e koncentrace chromu ve mineralizovaném vzorku [mg/l]

ρ_{sl} koncentrace chromu ve slepém vzorku [mg/l]

ρ_e koncentrace chromu ve mineralizovaném vzorku [mg/l]

V_0 objem odměrné baňky [l]

m_{vz} hmotnost navážky odpadního materiálu [kg]

Návody zpracoval:

Ing. Josef Farták

2018

Aktualizováno:

Ing. Eva Mištová, Ph.D.

2020



EVROPSKÁ UNIE
Evropské strukturální a investiční fondy
Operační program Výzkum, vývoj a vzdělávání

