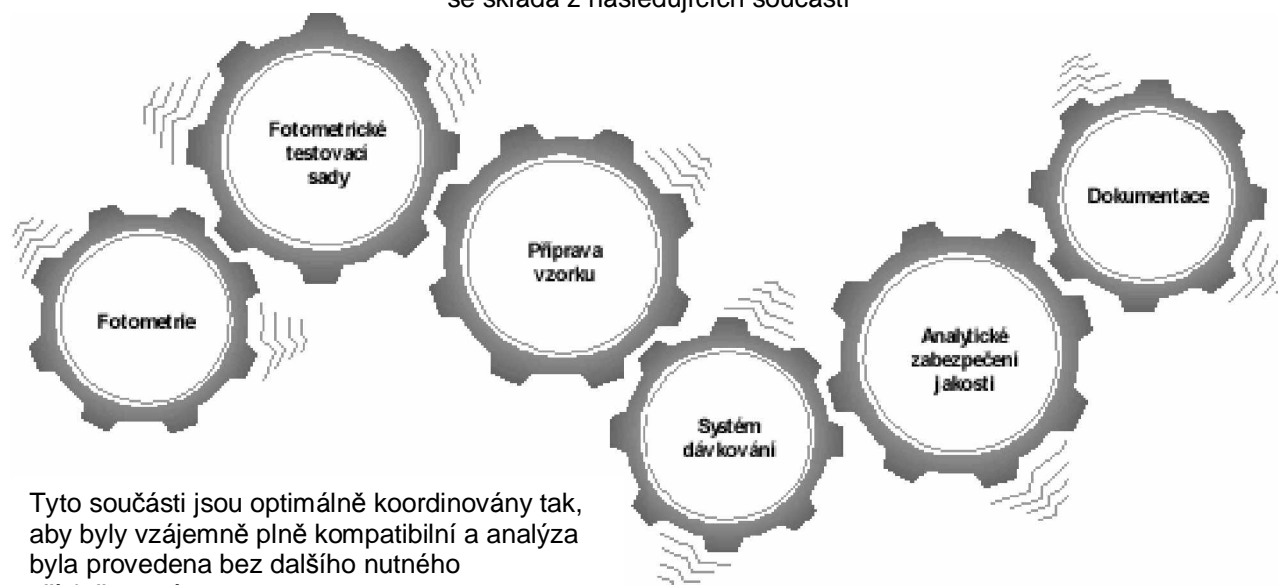


<b>1. Systémový fotometr .....</b>	<b>II</b>
1.1 Fotometrie .....	II
1.2 Fotometry .....	II
<b>2. Fotometrické sady testů.....</b>	<b>III</b>
2.1 Základní principy .....	III
2.1.1 Kyvetové testy Spectroquant® .....	III
2.1.2 Činidlové testy Spectroquant® .....	IV
2.2 Poznámky pro praktické použití .....	IV
2.2.1 Rozsah měření .....	IV
2.2.2 Vliv pH.....	V
2.2.3 Vliv teploty .....	V
2.2.4 Časová stálost .....	V
2.2.5 Vliv cizích látek.....	VI
2.2.6 Dávkování činidel.....	VI
2.2.7 Skladovatelnost činidel .....	VII
<b>3. Příprava vzorku.....</b>	<b>VII</b>
3.1 Odběr vzorku.....	VII
3.2 Orientační testy .....	VII
3.3 Ředění .....	VIII
3.4 Filtrace .....	VIII
3.5 Homogenizace .....	IX
3.6 Rozklad .....	IX
<b>4. Pipetovací systém .....</b>	<b>XI</b>
<b>5. Analytické zajištění kvality (AQA).....</b>	<b>XI</b>
5.1 Kontrola kvality u výrobce .....	XI
5.2 Kontrola kvality u uživatele .....	XII
5.2.1 Přeběhnutí fotometru .....	XIII
5.2.2 Přeběhnutí celkového systému.....	XIII
5.2.3 Přeběhnutí pipet.....	XIV
5.2.4 Přeběhnutí termoreaktoru.....	XIV
5.2.5 Prověření způsobu práce .....	XIV
5.3 Stanovení vlivu složení vzorku .....	XIV
5.4 Definice chyb měření .....	XV
<b>Tabulka - Vhodnost sad testů pro analýzu mořské vody .....</b>	<b>XVI</b>
<b>Tabulka – Spectroquant® CombiCheck a standardní roztoky.....</b>	<b>XVIII</b>
<b>Příloha – Pracovní předpisy pro přípravu standardních roztoků .....</b>	<b>XIX</b>

# Analytický systém Spectroquant®

se skládá z následujících součástí

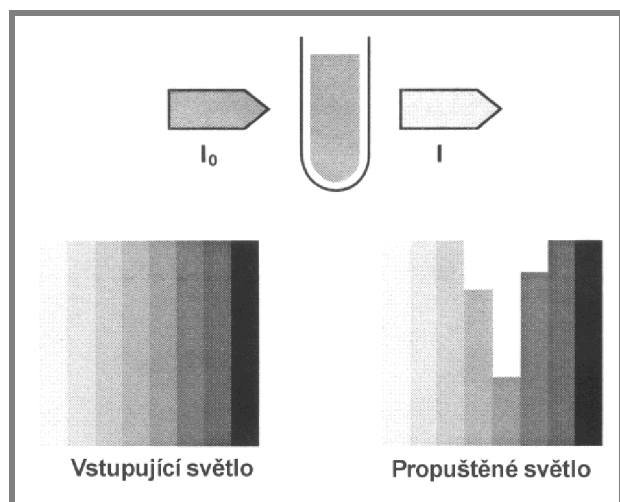


Tyto součásti jsou optimálně koordinovány tak, aby byly vzájemně plně kompatibilní a analýza byla provedena bez dalšího nutného příslušenství.

## ► 1. Fotometrie

### 1.1 Fotometrie

V případě průchodu světelného paprsku barevným roztokem dochází k ubytku jeho intenzity, jinými slovy, část světla je roztokem absorbována. V závislosti na typu látky dochází k této absorpci při určité vlnové délce.



Světlo dané vlnové délky je odděleno z bílého světla produkovaného wolframovo-halogenovou lampou úzkopásmovými interferenčními filtry nebo jinými monochromátory.

Intenzitu absorpce lze charakterizovat tzv. transmitancí ( $T$ ), která se obvykle vyjadřuje v procentech.

$$T = I/I_0$$

$I_0$  = intenzita světla vstupujícího do roztoku

$I$  = intenzita světla z roztoku vystupujícího

Pokud světlo roztokem není vůbec absorbováno, je transmitance roztoku 100 %; úplná absorpce světla v roztoku znamená jeho transmitanci 0 %.

K měření absorpce světla se obecně používá absorbance ( $A$ ), protože je přímo ve vztahu s koncentrací absorbující látky. Následující rovnice popisuje vztah mezi absorbancí a transmitancí:

$$A = -\log T$$

Experimenty BOUGUERA (1698 – 1758) a LAMBERTA (1728 – 1777) ukázaly závislost absorbance na tloušťce absorpční vrstvy použité kyvety. Vztah mezi absorbancí a koncentrací stanovované složky byl objeven BEEREM (1728 – 1777). Sloučením těchto obou přírodních zákonů vede k odvození Lambertova-Beerova zákona, který lze popsat následující rovnicí:

$$A = \varepsilon_\lambda \times c \times d$$

$\varepsilon_\lambda$  = molární absorpční koeficient, v  $\text{l}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$

$c$  = tloušťka vrstvy v kyvetě, v cm

$d$  = koncentrace stanovované složky,  $\text{mol}\cdot\text{l}^{-1}$

## ► 1. Systémový fotometr

### 1.2 Fotometry

Fotometry, které patří do analytického systému Spectroquant® se odlišují od běžných fotometrů v následujících důležitých bodech:

- Kalibrace všech sad testů je elektronicky uložena v paměti přístroje.
- Naměřené hodnoty lze bezprostředně odečíst z displeje v požadované formě parametru.
- Metody jsou zvoleny automaticky funkcí AutoSelect (čárový kód na kyvetách nebo na AutoSelectoru pro čídicí testy).

- Fotometry poskytují funkci analytického zabezpečení jakosti (AQA) k zajištění kvality měření.
- Nové metody jsou stále obnovovány pomocí funkce MemoChip.

V kapitole „Funkční popis“ naleznete další pokyny a informace o technických údajích.

## ► 2. Fotometrické sady testů

### 2.1 Základní principy

Pomocí čidel je stanovovaná složka převedena specifickou reakcí na barevnou sloučeninu. Činidla nebo směsi čidel obsahují – kromě činidla specifického pro stanovovanou složku – několik pomocných látek nezbytných pro správný průběh reakce. Mezi ně patří například tlumič, upravující pH na hodnotu optimální pro danou reakci a dále maskující činidla,

potlačující nebo zmenšující rušivé vlivy iontů. Vybarvovací reakce jsou ve většině případů založeny na úpravě klasických - a v mnoha případech popsány v příslušných normách – analytických postupů. Podrobnosti na příslušné referenční postupy jsou přiloženy ke každému balení testovací sady.

#### 2.1.1 Kyvetové testy Spectroquant®

Nejdůležitější částí těchto sad testů je kyveta

poziční značka pro správné vložení do kyvetového prostoru fotometru

číslo testu

název testu

obsažené látky

speciální kyveta v optické kvalitě

důkladně těsnící zátka

čárový kód pro rozeznání typu testu fotometrem

označení a popis nebezpečnosti obsahu

vysoce přesná dávka činidel

Další činidla  
Některé kyvetové testy, např. CHSK nebo dusičnany, obsahují veškeré potřebné reagenty již v kyvetě a je nutné pouze odpipetovat vzorek.

V jiných testech z důvodů chemické stálosti je nutné rozdělení činidel testu na dvě nebo tři různé směsi. V takovýchto testech se musí k činidlu v kyvetě vedle vzorku dávkovat ještě přídavné činidlo.

## ► 2. Fotometrické sady testů

### 2.1.2 Činidlové testy Spectroquant®

Princip činidlových testů spočívá v tom, že pro vybarvovací reakci nutná činidla jsou sjednocena ve formě kapalných koncentrátů nebo směsí pevných látek. Například k 5 ml vzorku se přidá několik kapek činidlového koncentráту.

Nevzniká tak nežádoucí zředění vzorku, což zvyšuje práh stanovení. Také v klasické fotometrii běžné doplňování odměrné baňky na určitý objem může odpadnout.

## 2.2 Poznámky pro praktické použití

### 2.2.1 Rozsah měření

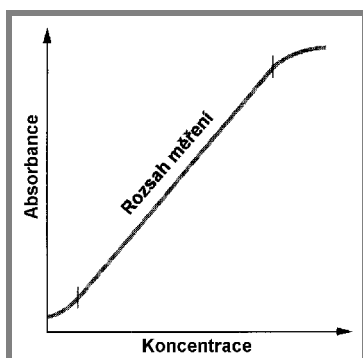
Intenzita zbarvení roztoku, měřená jako absorbance, je úměrná koncentraci stanovované složky pouze v určitém rozsahu koncentrací. Tento rozsah měření (efektivní rozsah) je elektronicky uložen ve fotometru pro každou individuální sadu testů (viz přehled v oddíle 1.3).

V případě potřeby pracovat pod rozsahem měření je nutné použít jiný kyvetový test nebo jinou metodu stanovení. Dolní mez rozsahu měření je určena nelinearitou kalibrační křivky (viz obrázek) nebo mezi stanovitelnosti dané analytické metody je nejnižší koncentrace, která se liší od nulové koncentrace za určité pravděpodobnosti (např. 95 %).

Horní mez rozsahu měření je charakterizována nelineární závislostí mezi koncentrací stanovované složky a absorbancí. V takovém případě je nutné vzorek ředit tak, aby měřená absorbance byla ve středě efektivního rozsahu (nejmenší chyba měření).

Ve fotometrii je běžná praxe měřit zpracovaný (vybarvený) vzorek proti slepému pokusu činidel. Zde je analýza provedena „naslepo“, tj. bez přítomnosti stanovované složky. Místo určitého množství vzorku se vezme v odpovídajícím objemu destilovaná nebo deionizovaná voda. V systémových fotometrech je **slepá hodnota činidel** již elektronicky uložena, takže není nutné zpracovávat slepý pokus zvlášť. Je však možné, ke zvýšení správnosti stanovení v oblasti meze stanovení, měřit proti vlastnímu slepému pokusu, zpracovanému uživatelem (viz popis funkce „Korekce na slepou hodnotu“).

Existují též případy, kdy dojde k poklesu intenzity zbarvení a tím i absorbance při velmi vysokých koncentracích stanovované složky. Tyto typické případy jsou uvedeny v následující tabulce. Hodnoty zobrazované na displeji jsou správné až do hodnoty koncentrace uvedené ve třetím sloupci, nad tuto hodnotu koncentrace jsou měřené údaje již nesprávné. V takovém případě je nutné ověřit hodnověrnost stanovení předběžnou orientační analýzou s použitím testovacích proužků nebo vzorek naředit.



Číslo metody	Metoda	Mez koncentrace	Změna barvy
14752	Amoniak-Test	25 mg/l	tyrkysová místo zelené
14558	Amoniak-KT	250 mg/l	tyrkysová místo zelené
14544	Amoniak-KT	100 mg/l	tyrkysová místo zelené
14559	Amoniak-KT	5000 mg/l	tyrkysová místo zelené
14828	Chlor-Test	30 mg/l	žlutá místo červené
14557	Fluorid-KT	4 mg/l	hnědožlutá místo violeti
14553	Měď-KT	25 mg/l	světle modrá/tyrkysová místo modré
14767	Měď-Test	25 mg/l	světle modrá/tyrkysová místo modré
14551	Fenoly-Test	100 mg/l	zeslabení barvy
14831	Stříbro-test	5 mg/l	beze změny barvy ( vysrážení )

## ► 2. Fotometrické sady testů

### 2.2.2 Vliv pH

Chemické reakce obvykle probíhají v určitém rozsahu pH. Činidla obsažená v testovacích sadách obsahují tlumič, který zaručuje v průběhu reakce optimální pH. Silně kyselé (pH<2) nebo silně alkalické (pH>12) roztoky vzorků mohou za určitých okolností vyčerpat tlumivou kapacitu tlumiče. V těchto případech je nutné upravit hodnotu pH roztokem kyseliny sírové (0,5 mol·l<sup>-1</sup>; snižování hodnoty pH) nebo roztokem hydroxidu sodného (1 mol·l<sup>-1</sup>; zvyšování hodnoty pH) po kapkách s kontrolou hodnoty

pH vhodným indikátorovým papírkem po každém přidavku. Přídavek kyseliny či hydroxidu má však za následek naředění roztoku vzorku. Přídavek pěti kapek k 10 ml vzorku lze zanedbat, protože výsledná chyba je nižší než 2 %. Přídavek většího množství je však nutné zohlednit a při výpočtu výsledné koncentrace vzít přidané množství kyseliny či hydroxidu v úvahu.

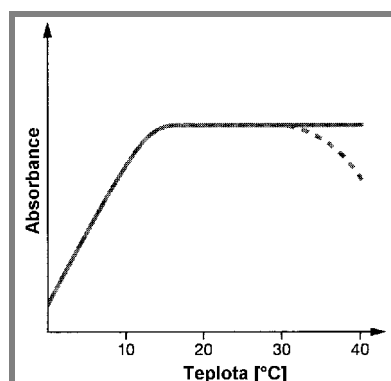
Předepsané hodnoty pH pro roztok vzorku jsou uvedeny u každé metodiky a v manuálu, kapitola 3, pokyny k analýze.

### 2.2.3 Vliv teploty

Teplota roztoku vzorku a činidel má vliv na vybarvovací reakci a tím i na naměřené výsledky. Typická závislost absorpance na teplotě je zobrazena na následujícím obrázku.

Pokud je teplota vzorku nižší než 15 C, dojde k chybnému snížení měřených hodnot. Teploty přesahující 30 C všeobecně ovlivňují stabilitu sloučeniny, vznikající během reakce. Optimální teplota je opět uvedena u každé metodiky sad testů Spectroquant®.

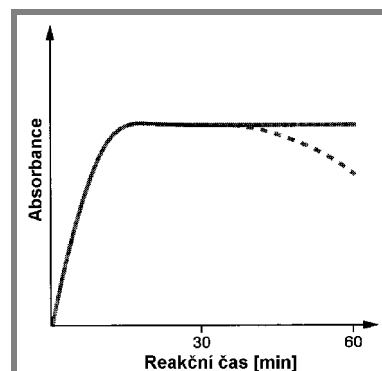
**Upozornění! Po termické mineralizaci (jedná se o stanovení CHSK, celkového dusíku, fosforu nebo kovů) je nutné ponechat roztok vychladnout na pokojovou teplotu.**



### ..... 2.2.4 Časová stálost

Většina vybarvovacích reakcí vyžaduje k dosažení maximální intenzity zbarvení určitou dobu. Nepřerušovaná křivka na následujícím obrázku zobrazuje typickou časovou závislost. Přerušovaná křivka představuje nestálou vybarvovací reakci.

Reakční doba uvedená v pracovních pokynech uvádí čas od přidání posledního činidla k vlastnímu měření. U každé metodiky sady testů je uveden časový interval, ve kterém nedochází ke změnám měřené hodnoty. Maximálně je tato doba 60 minut a neměla by být překročena ani v případě stálosti vybarvení.



## ► 2. Fotometrické sady testů

### ..... 2.2.5 Vliv cizích látek

Cizí látky v roztoku vzorku mohou:

- zvýšit měřenou hodnotu jako následek zesílení účinku reakce
- snížit měřenou hodnotu jako následek potlačení účinku reakce

Kvantifikace účinků je uvedena v příloženém letáku v tabelované formě u každé sady testů pro nejdůležitější ionty.

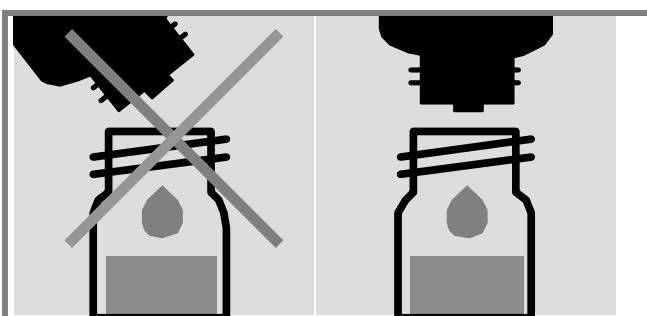
Příslušné toleranční meze jsou stanoveny pro každý ion zvlášť; kumulovaný vliv nelze určit sčítáním jednotlivých mezí.

#### **Použitelnost pro mořskou vodu**

V tabulce (viz kapitola 6) je uvedena vhodnost daného testu v případě mořské vody a také koncentrační meze přítomných solí.

### ..... 2.2.6 Dávkování činidel

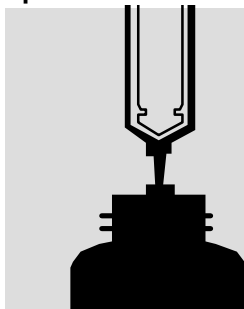
Malá množství kapalin jsou dávkována po kapkách z lahviček, zabezpečených proti volnému vytékání.



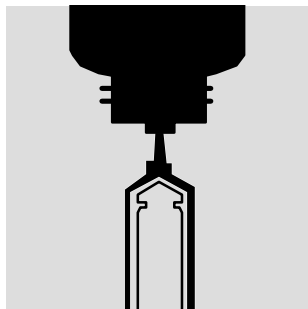
Větší množství kapalin je dávkováno pístovými stříkačkami, které jsou ke každé sadě testů přibaleny.

Při dávkování pomocí lahviček s kapátkem je důležité, aby lahvička byla ve svislé poloze a dávkování probíhalo pomalu po kapkách (přibližně 1 kapka za sekundu). Jinak nelze docílit správnou velikost kapky a dávkované množství nebude správné.

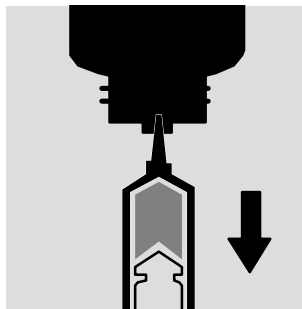
#### **Způsob zacházení:**



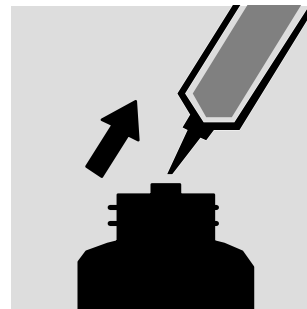
Stiskněte píst stříkačky do nulové polohy a vložte její špičku pevně do těsnící příruby lahve.



Otočte lahev s s pístovou stříkačkou dnem vzhůru tak, aby píst stříkačky byl umístěn pod lahvi.



Pomalou táhněte píst dolů na požadovaný objem (orientační pomůcka: horní okraj pístového kroužku). V případě nasátí bublinek do stříkačky s činidlem je nutné obsah stříkačky vrátit zpět do lahve a plnění zopakovat.



Po naplnění stříkačky bez bublinek otočte zpět lahev se stříkačkou do původní polohy, vyjměte z lahve naplněnou stříkačku a pečlivě vytlačte obsah do reakční nádoby.

V některých případech je nutné přesně dávkovat malá množství činidel. K tomuto účelu jsou určeny dávkovací pipety a jejich použití je podrobně popsáno v pokynech k dané metodě.

Pevné látky jsou dávkovány buď dávkovacím nástavcem nebo mikrolžičkou, které jsou součástí šroubovacího uzávěru lahve s činidlem.

Tyto dávkovací nástavce (zelený: 0,025 ml; modrý: 0,050 ml) lze použít v případě, že pevná látka popř. směs je volně sypká. V ostatních případech se provádí dávkování mikrolžičkami (šedá: 0,01 ml; zelená: 0,03 ml; modrá: 0,1 ml).

## ► 2. Fotometrické sady testů

### ..... 2.2.7 Skladovatelnost činidel

Testovací sady Spectroquant® lze uchovávat až tři roky na chladném a suchém místě. Několik málo testů má skladovatelnost kratší, 18 nebo 24 měsíců, nebo je nutné jejich uchování v chladničce. Výjimku tvoří některé kyvetové sady pro stanovení CHSK, které je nutné chránit před světlem. Za těchto podmínek je zaručena skladovatelnost tři roky.

Expirační doba je vyznačena na štítku. Skladovatelnost se zkracuje pokud není sada po použití těsně uzavřena.

## ► 3. Příprava vzorků

Příprava vzorku zahrnuje veškeré nutné kroky před vlastní analýzou

### 3.1 Odběr vzorku

Odběr vzorku je první nejdůležitější krok k získání správných analytických výsledků. Žádnou nejpřesnější analytickou metodou nelze napravit chyby způsobené při odběru vzorku. Cílem odběru je získat vzorek s reprezentativním složením. nejdůležitější podmínkou k získání reprezentativního vzorku je určení vhodného odběrového místa. Zde je třeba mít na paměti, že zkoumaný roztok se může vyskytovat v různých koncentracích, místě i čase. Odběr se odlišuje na odběr manuální a automatický. V mnoha případech lze skutečný obraz o průměrném složení vzorku získat pouze slitím několika individuálních odběrů. To lze provést opět manuálně nebo automaticky. Pro odběr vzorku jsou vhodné plastové lahve o obsahu 500 nebo 1000 ml. Měly by být několikrát promyty za intenzivního protřepání vzorkem,

poté naplněny bez vzduchových bublin a těsně uzavřeny. Lahve je nutné chránit proti účinkům vzduchu, tepla a je třeba je dopravit k analýze co nejrychleji. Ve vyjímečných případech je možná konzervace jak chemická, tak krátkodobým ochlazením na teplotu 2 až 5 °C.

Stanovovaná složka	Konzervace
CHSK	2 až 5 °C, max. 24 h nebo -18 °C, max 14 dní
Sloučeniny dusíku: N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> , N-NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> , N-NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	bezprostřední analýza, vyjímečně 2 až 5 °C, max. 6 h
Sloučeniny fosforu: P-PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> , P celkový	krátkodobé uložení bez konzervace; kyselinou dusičnou na pH=1, max 4 týdny
Těžké kovy	krátkodobé uložení bez konzervace; kyselinou dusičnou na pH=1, max 4 týdny

### 3.2 Orientační zkouška

Správné naměřené výsledky lze získat pouze v daném rozsahu měření, který je určen pro každou stanovovanou složku. Při práci s roztokem o neznámé koncentraci se doporučuje odhadnout zda stanovovaná koncentrace leží v rozsahu měření, ideálně zhruba uprostřed tohoto rozsahu.

Orientační testy zvyšují spolehlivost analytického stanovení a s jejich pomocí lze určit ředění v případě vysokých koncentrací. Pro tyto orientační testy jsou velice vhodné testovací tyčinky **Merckoquant®**.

## ► 3. Příprava vzorků

### 3.3 Ředění

Ředění vzorků je nutné ze dvou důvodů:

- Koncentrace zkoumané stanovované složky je příliš vysoká, tj. leží vně rozsahu měření.
- Rušivý vliv ostatních látek obsažených ve vzorku během stanovení (vliv matrice); pozitivní či negativní chyba stanovení.

Následující pomůcky jsou nezbytně nutné pro ředění vzorku:

- Odměrné baňky různých objemů (např. 50, 100 a 200 ml)
- Dávkovací pipety (dělené pipety)
- Destilovaná nebo deionizovaná voda

Ředění pouze s těmito pomůckami zaručuje dostatečnou spolehlivost při analýze v oblasti koncentrací  $\text{mg}\cdot\text{l}^{-1}$ , kam fotometrie patří (viz níže popsany zjednodušený postup).

Důležité je po doplnění odměrné baňky destilovanou vodou po rysku baňku uzavřít a obsah důkladně promíchat.

Zředovací faktor  $Z_F$  vyplývá z vlastního ředění a lze ho spočítat následujícím způsobem:

$$ZF = \frac{\text{Konečný objem (celkový objem)}}{\text{Výchozí objem (objem vzorku)}}$$

Analytické výsledky jsou pak následně násobeny zředovacím faktorem.

K výpočtu lze využít i naprogramování ředění do fotometru. Po vložení zředovacího čísla (viz tabulka dále) je naměřená hodnota správně spočítána a bezprostředně zobrazena na displeji (pro toto nastavení viz popis funkcí kapitola Parametry metody, ředění).

Veškerá ředění by měla být provedena takovým způsobem, aby měřená hodnota ležela uprostřed rozsahu měření. V jednom kroku by zředovací faktor neměl překročit hodnotu 100. V případě potřeby dosáhnout ještě většího ředění je nutné ředění rozdělit do dvou oddělených kroků.

#### Příklad:

Krok 1: Doplníte 2 ml vzorku na 200 ml destilovanou vodou;

$$Z_{F1}=100, \text{ zředovací číslo } 1+99$$

Krok 2: Doplníte 5 ml tohoto roztoku na 100 ml destilovanou vodou;

$$Z_{F2}=20, \text{ zředovací číslo } 1+19$$

Zředovací faktor pro celkové ředění je určen vynásobením dílčích zředovacích faktorů v jednotlivých krocích:

$$Z_{F_{\text{celk.}}} = Z_{F1} \times Z_{F2} = 100 \times 20 = 2000 \\ \text{zředovací číslo } 1+1999$$

#### Zjednodušený postup

Ředění do poměru 1:10 lze připravit bez odměrných baněk přímo v kádince odměřením daného objemu vzorku a přidáním příslušného objemu destilované vody dávkovací pipetou (viz následující tabulka).

Ředění	Objem vzorku v ml	Objem dest. vody v ml	Zředovací faktor	Zředovací „číslice“
1:2	5	5	2	1+1
1:3	5	10	3	1+2
1:4	2	6	4	1+3
1:5	2	8	5	1+4
1:10	1	9	10	1+9

### 3.4 Filtrace

Silně zakalené vzorky vyžadují před fotometrickým stanovením předúpravu, protože zákalu má za následek kolísání naměřených hodnot a pozitivní chybu stanovení. Pozornost je třeba věnovat tomu, zda stanovovaná složka není obsažena v suspendovaných látkách. V tomto případě je nutné podrobit vzorek rozkladu.

U vzorku obsahujícího stanovované složky, které se vždy vyskytují v rozpuštěné formě (např. amoniak,

dusičnany, dusitany, chlór, chloridy, kyanidy, fluoridy, fosforečnany a sírany) je povolena filtrace i v případě silně zakalených roztoků.

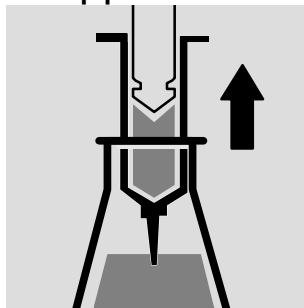
Slabé zákal lze eliminovat ve fotometru pomocí **automatické korekce zákalu** –(viz funkční popis „Setup přístroje/Korekční funkce“); v tomto případě není nutná filtrace vzorku před analýzou.

### ► 3. Příprava vzorků

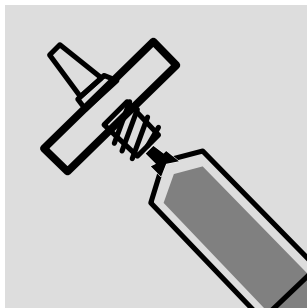
K odlišení ve vodě obsažených rozpuštěných a nerozpuštěných látek lze vzorek přefiltrovat přes běžný papírový filtr.

Následující postup se doporučuje pro definovanou filtraci přes membránové filtry s velikostí pórů 0,45  $\mu\text{m}$ .

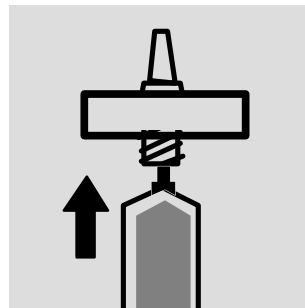
#### Postup při mikrofiltraci:



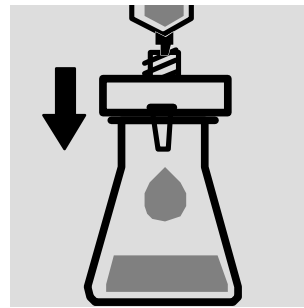
Naplňte kapalinu určenou k filtraci do stříkačky.



Stříkačku zepředu našroubujte na filtrační element.



Ve svislé poloze pomalu zatlačte na píst dokud nedojde k úplnému zvlhčení filtru a uvolnění vzduchových bublin.



Přefiltrujte obsah stříkačky do předem připravené nádoby.

### 3.5 Homogenizace

Pro zajištění reprezentativního složení u vzorku, obsahujícího suspendované látky, je nutné vzorek předem homogenizovat (např. před stanovením CHSK, celkového obsahu kovů).

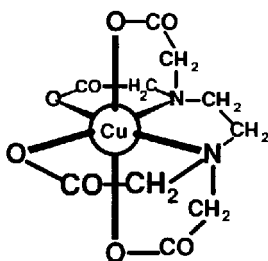
Homogenizace se provede mícháním vzorku na magnetické míchačce při otáčkách 700–900  $\text{min}^{-1}$  po dobu 2 minut. Odběr dílčí části vzorku se provede během míchání.

### 3.6 Rozklad

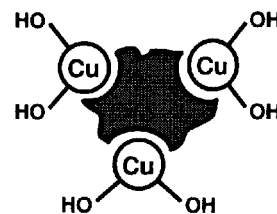
Zkoumané látky ve vodě se mohou vyskytovat v různých formách: jako ion, vázaný více či méně pevně v komplexu nebo jako pevná (nerozpuštěná) částice.



Ion



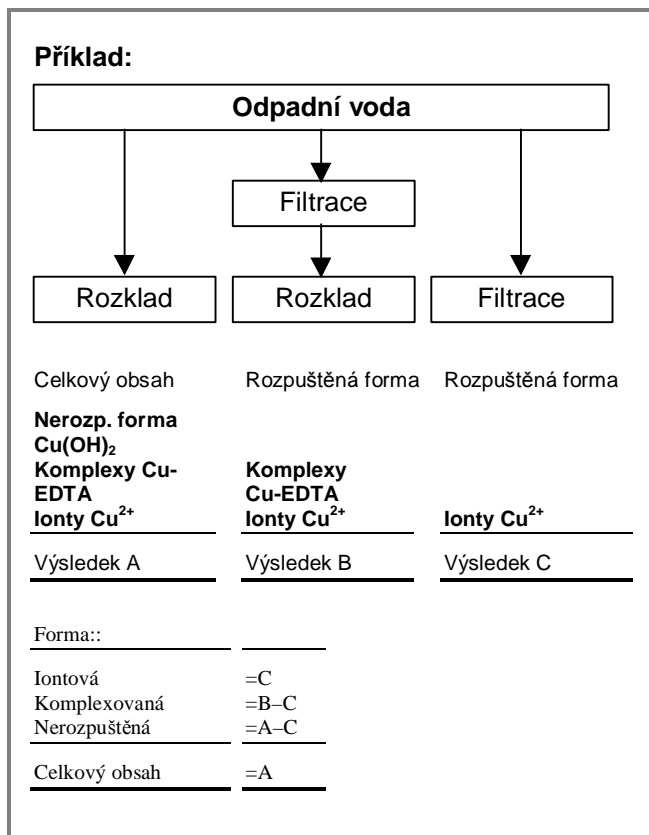
Komplex



Pevná látka

### ► 3. Příprava vzorků

Způsobem předúpravy vzorku lze tyto tři formy odlišit. Na příkladu vzorku obsahujícího měď lze tento způsob ukázat.



Rozklad převádí stanovovanou složku na analyzovatelnou formu. Ve většině případů slouží k rozkladu kyselina v kombinaci s oxidačním činidlem, v některých případech (např. stanovení celkového dusíku) je účinnější rozklad v alkalickém prostředí. Typ rozkladu závisí na stanovované složce a matici daného vzorku.

K tomuto účelu jsou určeny rozkladné sady Spectroquant® Crack Set 10 a 20 ke stanovením podle tabulky.

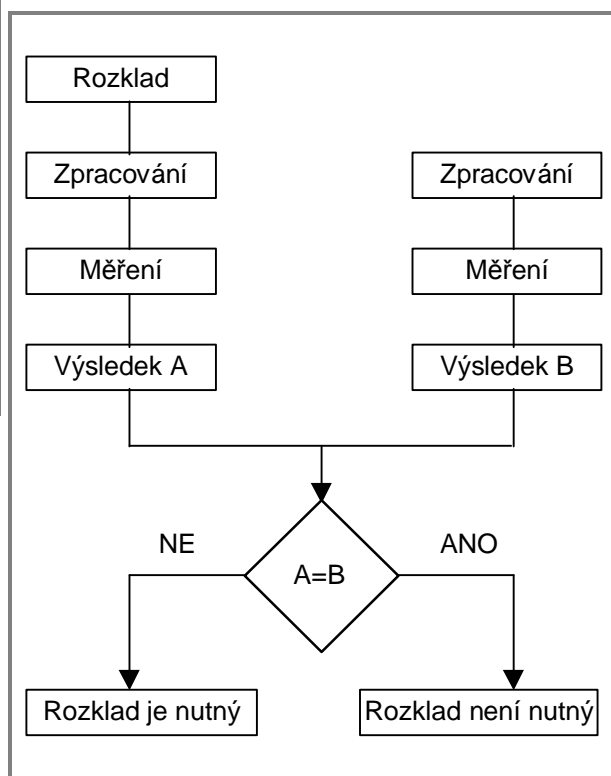
Stanovovaná složka	Rozkladná sada
Celkový fosfor*	Crack Set 10 popř. 10C**
Celkový chrom* [suma Cr <sup>6+</sup> a Cr <sup>3+</sup> ]	Crack Set 10 popř. 10C
Celkové kovy [suma volného a vázaného]	Crack Set 10 popř. 10C
Celkový dusík*	Crack Set 20

\* Činidla určená k rozkladu jsou již zahrnuta v příslušné kyvetové sadě.

\*\* Kyvety určené k rozkladu jsou již zahrnuty v příslušné sadě; pro rozklad se sadami Crack Set 10 a 20 jsou potřeba prázdné kyvety.

Rozklad probíhá v mineralizačním **termoreaktoru** (kapacita 8/12 rozkladných kyvet) při teplotě 120 °C nebo 100 °C. Podrobnější informace o době rozkladu a dalším zpracování je uveden v návodu, který je přiložen k balení sady **Spectroquant® Crack Set**.

V případě vzorků s vysokým obsahem organických nebo nerozpuštěných látek nelze vyloučit nutnost rozkladu s použitím koncentrovaných kyselin. Popis jednotlivých případů pro reálné vzorky je uveden v Aplikačním kompendiu firmy Merck. Potřebu rozkladu lze určit podle následujícího diagramu:



Pro odpadní vodu se stálým složením je nutné provést zkoušku zpravidla pouze jednou, měla by být ale čas od času opakována.

## ► 4. Pipetovací systém

Pístové sací pipety dovolují:

- přesné dávkování příslušného objemu vzorku
- přesné odměření množství vzorku, činidel a vody pro ředění.

K dispozici jsou pipety s nastavitelným objemem dávky a také pipety s fixním objemem.

### Zdroje chyb a pokyny k jejich odstranění:

- Pečlivě dbejte přiložených pokynů pro použití pipet.
- Kontrolujte odměřovaný objem stanovením jeho hmotnosti na analytických vahách (správnost vážení  $\pm 1$  mg), 1 ml vody má při teplotě 20 °C hmotnost 1,000 g  $\pm 1$  mg.

- Kontrola odměřovaného objemu kontrolní sadou Spectroquant® PipeCheck; jedná se o fotometrickou kontrolu pipet bez potřeby analytických vah.
- Před vlastním dávkováním promyjte pipetu odměřovaným roztokem.
- Vždy vyměňujte špičky pipet.

Pipetu plňte pomalu a stiskem pístu pipetu zcela vyprázdněte

## ► 5. Analytické zajištění kvality (AQA)

Cílem analýzy musí vždy být stanovení skutečného obsahu stanovované složky co nejspřávněji a co nejpřesněji.

Analytické zabezpečení kvality představuje vhodnou a nepostradatelnou metodu k dosažení kvality vlastní práce, k odhalení chyb v systému měření a porovnatelnost výsledků s odpovídajícími referenčními postupy.

Chyby mohou být způsobeny:

- užíváním pracovním materiálem;
- stylem práce;
- zkoumaným vzorkem.

Tyto chyby mají vliv jak na správnost, tak na přesnost získaných výsledků.

### 5.1 Kontrola kvality u výrobce

Fotometry a fotometrické sady testů mají vlastní technické specifikace, která jsou výrobcem dodržována a především také dokumentována

**Certifikát fotometru**, přiložený ke každému přístroji, dokládá kvalitu měřícího zařízení.

## ► 5. Analytické zajištění kvality

Certifikát sady testu, který lze obdržet pro každou vyrobenou šarži, dokládá kvalitu činidel v sadě testu.

### **Kalibrační funkce:**

Stanovená funkce musí souhlasit v daných mezích s funkcí elektronicky uloženou ve fotometru.

### **Interval spolehlivosti:**

Maximální odchylka od požadované hodnoty v celém rozsahu měření; každá naměřená hodnota může být ovlivněna touto odchylkou; tento parametr je mírou správnosti.

### **Standardní odchylka stanovení:**

Míra rozptylu měřených hodnot v celém rozsahu měření vyjádřená v  $\text{mg} \cdot \text{l}^{-1}$ .

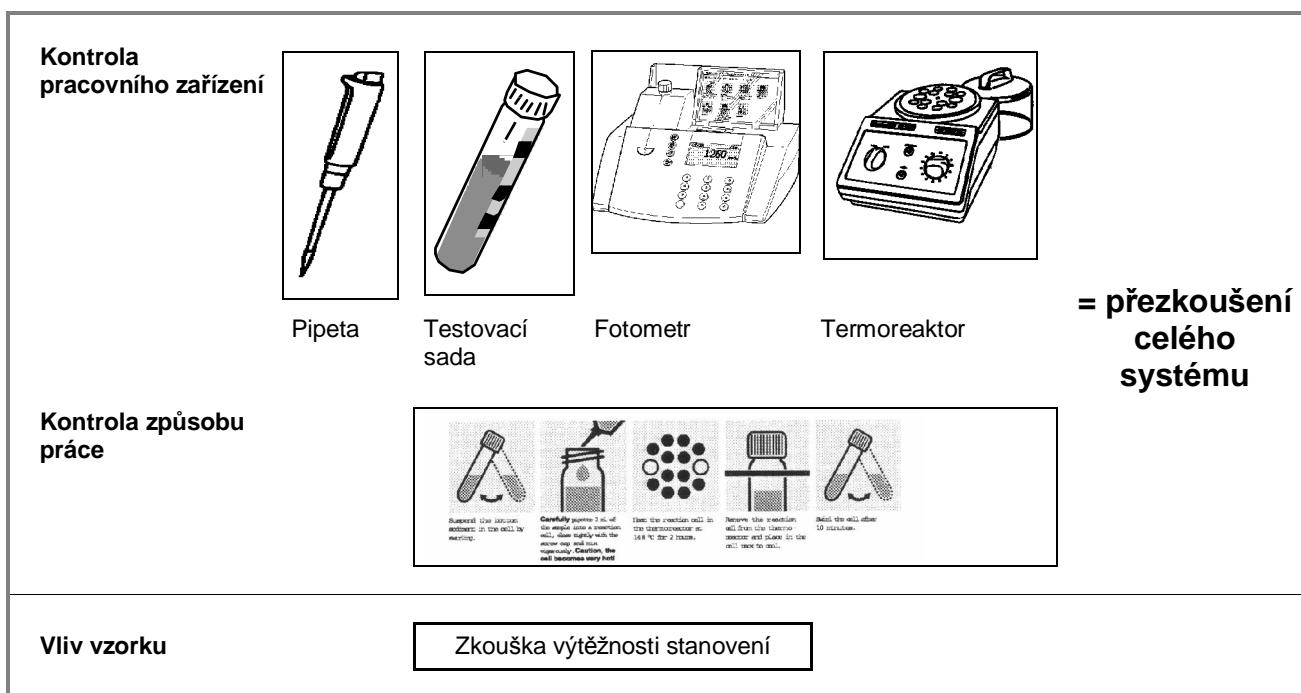
### **Koeficient variace stanovení:**

Míra rozptylu měřených hodnot v celém rozsahu měření vyjádřená v %. Čím je menší standardní odchylka/koeficient variace stanovení, tím je výraznější linearita kalibrační přímky.

## 5.2 Kontrola kvality u uživatele

Úplná kontrola zahrnuje celý systém, tj. pracovní zařízení a způsob práce. V tomto ohledu poskytuje fotometr optimální podporu formou různých kontrolních režimů. V závislosti na nastavení kontrolního režimu se kontroluje přístroj nebo celý systém, včetně činidel a příslušenství

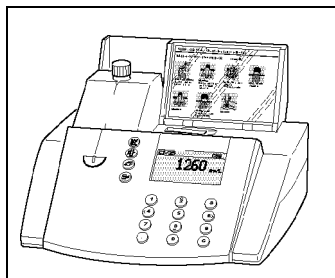
Na nejvyšší úrovni se mohou nakonec všechny výsledky podle zásad správné laboratorní praxe (GLP) zdokumentovat (viz funkční popis, část „Analytické zajištění kvality“). Následujícím obrázkem dává přehled pro interní kontrolu kvality.



## ► 5. Analytické zajištění kvality

### 5.2.1 Přezkoušení fotometru

Po zapnutí provádí fotometr vlastní kontrolu, tzn. že hardware a software fotometr samočinně přezkouší a porovná podle vnitřních standardů.



Fotometr se kontroluje v režimu **AQA 1** pomocí **Spectroquant® Photo-Check**. Tato souprava obsahuje kruhové kyvety se stálými zkušebními roztoky (**sekundárními standardy**) pro kontrolu fotometru při vlnových délkách 445, 525 nm

a 690 nm. V **referenčním fotometru**, který je kontrolován na **standardy primární**, jsou zkušební roztoky proměřeny a hodnoty extinkce jsou dokumentovány v příloženém letáku. Tyto žádané hodnoty s přípustnými odchylkami se zadávají do fotometru fotometru nebo zapisují do kontrolního protokolu.

Při měření se kyvety se zasunují do kyvetové šachty kruhových kyvet, fotometrem jsou rozeznány pomocí čárového kódu a změřená extinkce se ve fotometru porovná s žádanou hodnotou. Na displeji se zobrazí výsledek a ten se může zaznamenat do zkušebního protokolu.

Při zkoušce fotometru se doporučuje změření alespoň jedné kyvety (vhodnější jsou dvě až tři) pro jednu vlnovou délku. Kromě stanovení správnosti vlnové délky lze při měření čtyř kyvet přezkoušet i linearitu absorbance v daném rozsahu.

Kontrolu přístroje podle požadavků DIN/ISO 9000 nebo GLP lze snadno provést pomocí „Photo-Check“. PhotoCheck dovoluje zkontrolovat linearitu filtrů a tak si může uživatel na místě kontrolovat přístroj v souladu s požadavky certifikovaného systému zajišťování kvality sám a nejjednodušším způsobem výsledky kontroly dokumentovat.

Na soupravu Spectroquant® PhotoCheck je poskytována záruka dva roky.

### 5.2.2 Přezkoušení celkového systému

Test celkového systému zahrnuje jak kontrolu pracovního vybavení, tak způsob práce uživatele.

Celkový systém se může přezkoušet se standardními roztoky o známém složení, přednostně pomocí Spectroquant® CombiCheck v režimu fotometru AQA 2.

Sada CombiCheck obsahuje standardní roztoky o koncentraci stanovované složky dokonale přizpůsobené sadě testu. Obsahuje směs několika složek, které se vzájemně během stanovení neovlivňují. Standardní roztok (R-1) se použije stejným způsobem jako vzorek. K rozpoznání náhodných chyb se doporučuje provést stanovení dvakrát.

Požadované hodnoty jsou již s přípustnými odchylkami elektronicky vloženy do fotometru. Kontrolní režim AQA lze zvolit při měření pomocí memočipu „MemoChip AQA/AQS“. Kyveta se standardním roztokem je fotometrem rozeznána jako zkušební standard a změřená koncentrace je porovnána s žádanou hodnotou. Pokud výsledek odpovídá v přípustných odchylkách danému rozsahu tolerance hodnotě, zobrazí se na displeji změřená hodnota a hlášení „OK“. standardních roztoků.

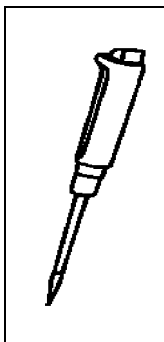
Vedle sady CombiCheck lze použít připravené standardní roztoky s obsahem jediné stanovované složky v koncentraci 1000 mg/l. Z tohoto roztoku mohou být různým řaděním připraveny kalibrační roztoky, jejichž koncentrace leží přibližně uprostřed rozsahu měření příslušné sady testu. V tabulce na straně XVIII je uveden seznam dodávaných sad CombiCheck a hotových standardních roztoků.

Vzhledem k omezené době stálosti neexistují pro některé stanovované látky ani sady CombiCheck ani standardní roztoky. K tabulce na straně XVIII jsou jako příloha připojeny **Pracovní předpisy**, které popisují potřebné chemikálie a pracovní postupy, jak připravit vlastní roztoky s přesnou koncentrací, s nimiž je pak možná kontrola také parametrů, pro které nejsou k dispozici jednoduše připravitelné hotové standardy.

Pokud při zkoušce celkového systému je všechno „ok“, pak jednotlivé naměřené výsledky obdrží označení AQA 2. Když zkouška celkového systému skončí chybovým hlášením, musí se detailně přezkoušet všechny jednotlivé komponenty systému.

## ► 5. Analytické zajištění kvality

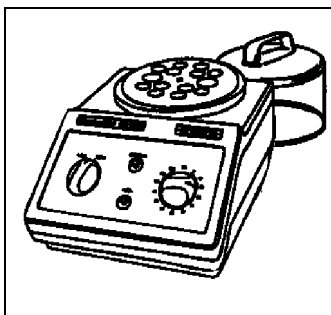
### 5.2.3 Přezkoušení pipet



Pro kontrolu pipet lze použít sadu **Spectroquant® PipeCheck**. Sada obsahuje kyvety, které jsou naplněny koncentrátem barviva. Po přidání definovaného objemu vody zkoušenou pipetou se kyveta proměří proti kyvetě referenční, která je také součástí sady

PipeCheck. Odchytky v hodnotách absorbance (měrná kyveta - referenční kyveta) nesmí překročit meze uvedené na přiloženém listě. Pokud jsou meze překročeny, dbejte pokynů v kapitole „Systém dávkování“.

### 5.2.4 Přezkoušení termoreaktoru

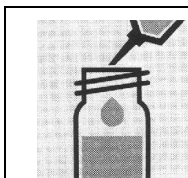


Zkouška termoreaktoru se provádí při 100 popř. 120 a 148 °C. Kyveta, do poloviny naplněná glycerolem, se umístí se do libovolného otvoru termobloku a termoreaktor se nechá

podle návodu vyhřát. Po té co kontrolka vyhřívání zhasne, se změří kalibrovaným teploměrem teplota v kyvetě. V následující tabulce je uveden seznam teplot, které musí být při daném nastavení dosaženy:

Teplota nastavená	=	Teplota žádaná
100 °C		95 ± 5 °C
120 °C		110 ± 5 °C
148 °C		135 ± 5 °C

### 5.2.5 Prověření způsobu práce



Do kyvety **pe** člivě odpipetujte 3 ml vzorku, t ěsn ě ji uzav řete zátkou a obsahintenzivn ě promíchejte.  
**Upozorn ění:** kyveta se siln ě zah řej e.

Předm ětem kontroly musí b ět i z p ůsob práce laboranta. N ěsledující ot ězky mohou posloužit jako vod ětko:

- Je testovací sada zvolena optim ěln ě pro dan ě druh stanoven ě?
- Je vhodn ě zvolen rozsah m ěření testovací sady?

- Bylo b ěhem anal ězy postupov ěno podle pokyn ů?
- Bylo odm ěřeno spr ěvn ě množství vzorku?
- Bylo s pipetou pracov ěno spr ěvn ě?
- Byla použit a nov ě špička do pipety?
- Je hodnota pH spr ěvn ě?
- Byla dodržena reakční doba?
- Maj ě vzorky i činidla p ředepsanou teplotu?
- Je kyveta čist ě?
- Nebyla p řekročena expirační doba použit ěch činidel?

## 5.3 Stanoven ě vlivu složen ě vzorku

Ostatn ě l ětky, p řitomn ě ve vzorku, mohou za ur ěit ěch okolnost ě ovlivnit v ět ěžnost reakce stanovovan ě složky i o n ěkolik procent. K p řezkoušen ě se doporu ěuje p řidavn ě roztok, kter ě je součástí sady CombiCheck ke vzorku.

P řidavn ě roztok (R-2), kter ě obsahuje zn ěmou koncentraci analytu, se p řid ě v definovan ěm množství ke vzorku a stanov ě se v ět ěžek reakce.

K tomu se vypo ěte rozd ěl:

**V ěsledek (vzorek + p řídavek) – V ěsledek (vzorek)**

Pokud je rozd ěl roven množství p řidan ěho analytu, je v ět ěžek reakce 100 %. Pokud je menší ne ž 90 %, je prokazateln ě rušiv ě vliv matrice vzorku.



## ► 5. Vhodnost sad testů pro analýzu mořské vody

Sada testu	Č. metody.	Vhodnost pro mořskou vodu	Omezení v % solí		
			NaCl	NaNO <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
Amoniak	A5/25	ano	20	10	15
Amoniak -KT	14558	ano	20	10	15
Amoniak -KT	14544	ano	20	15	20
Amoniak -KT	14559	ano	20	20	20
Amoniak -Test	14752	ne	10	10	20
Amoniak-KT	14739	ano	5	5	5
Bór-Test	14839	ne	20	5	20
Cín-KT	14622	ano	20	20	20
Draslík-KT	14562	ano	20	20	20
Dusičnany	N1/25	ne	0,2	–	20
Dusičnany -KT	14563	ne	0,2	–	20
Dusičnany -KT	14764	ne	0,5	–	20
Dusičnany -KT	14542	ne	0,4	–	20
Dusičnany -Test	14773	ne	0,4	–	20
Dusičnany-KT	14556	ano	20	–	20
Dusík celkový -KT	14763	ne	2	–	20
Dusík celkový-KT	14537	ne	0,5	–	10
Dusitany	N4/25	ano	20	20	15
Dusitany -Test	14776	ano	20	20	15
Dusitany-KT	14547	ano	20	20	15
Fenol-KT	14551	ano	20	20	15
Fluoridy-KT	14557	ne	10	10	10
Formaldehyd-KT	14500	ne	5	0	10
Formaldehyd-Test	14678	ne	5	0	10
Fosfáty	P4/25	ano	5	10	10
Fosfáty	P5/25	ano	20	20	20
Fosfáty -KT	14729	ano	20	20	20
Fosfáty -KT	14546	ano	20	20	20
Fosfáty -Test	14842	ano	20	20	20
Fosfáty-KT	14543	ano	5	10	10
Fosfáty-Test	14848	ano	5	10	10
Fosfor celkový	14543	ne	1	10	10
Fosfor celkový	14729	ano	5	20	20
Fosfor celkový	P4/25	ne	1	10	10
Fosfor celkový	P5/25	ano	5	20	20
Hliník-Test	14825	ano	10	20	20
Hořčík-KT	14684	ne	5	5	1
Hydrazin-Test	09711	ne	20	5	2
Chlórdioxid-Test	14732	ne	10	10	10
Chloridy-KT	14730	ano	–	20	1
Chloridy-Test	14897	ano	–	10	0,1
Chlór-Test	14828	ne	10	10	10
Chlór-Test	14732	ne	10	10	10
Chrom celkový	14552	ne	5	10	10
Chromany-KT	14552	ano	10	10	10
Chromany-Test	14758	ano	10	10	10
CHSK	C1/25	ne	0,4	10	10
CHSK	C2/25	ne	0,4	10	10
CHSK -KT	14540	ne	0,4	10	10
CHSK -KT	14895	ne	0,4	10	10
CHSK -KT	14690	ne	0,4	20	20
CHSK -KT	14541	ne	0,4	10	10
CHSK -KT	14691	ne	0,4	20	20
CHSK -KT	14555	ne	1,0	10	10
CHSK-KT	14560	ne	0,4	10	10
Kadmium-KT	14834	ano	10	10	10
Křemičitany-Test	14794	ano	5	10	5
Kyanid-KT	14561	ne	10	10	10
Kyanid-Test	09701	ne	10	10	10
Kyslík-KT	14694	ne	10	5	1
Mangan-Test	14770	ano	20	20	20
Měď-KT	14553	ano	15	15	15
Měď-Test	14767	ano	15	15	15
Nikl-KT	14554	ne	20	20	20
Nikl-Test	14785	ne	20	20	20
Olovo-KT	14833	ne	20	20	1
Ozón-Test	14732	ne	10	10	10
Peroxid vodíku-KT	14731	ano	20	20	20
Sírany -KT	14564	ano	10	20	–
Sírany -Test	14791	ne	0,2	0,2	–
Sírany-KT	14548	ano	10	20	–
Sírníky-KT	14394	ne	20	20	20

## ► 5. Vhodnost sad testů pro analýzu mořské vody

Sada testu	Č. metody.	Vhodnost pro mořskou vodu	Omezení v % solí		
			NaCl	NaNO <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
Stříbro-Test	14831	ne	0	1	5
Sulfidy-Test	14779	ne	0,5	1	1
Tenzidy anionakt.-KT	14697	ne	0,1	0,01	10
Tvrdost celková-KT	14565	ne	5	5	1
Tvrdost zbytková-KT	14683	ne	0,01	0,01	0,01
Vápník-Test	14815	ano	20	20	10
Zinek-KT	14566	ne	10	10	10
Zinek-Test	14832	ne	5	15	15
Zlato-Test	14821	ano	10	20	5
Železo -KT	14896	ne	5	5	5
Železo -Test	14761	ano	20	20	20
Železo-KT	14549	ano	20	20	20

# ► Spectroquant® CombiCheck a standardní roztoky

Testovací sada, Katalog. č.	CombiCheck-typové číslo	Měřená forma	Interval spolehlivosti pro standard	Odchylka	Ostatní standardy**, typové č.
Hliník-Test, 14825	CombiCheck 40, 14692	Al	0,75 mg/l	±0,08 mg/l	1.19770
Amoniak-KT, 14739	CombiCheck 50, 14695	NH4-N	1,00 mg/l	±0,10 mg/l	1.19812
Amoniak -KT, 14558	CombiCheck 10, 14676	NH4-N	4,00 mg/l	± 0,30 mg/l	1.19812
Amoniak -KT, 14544	CombiCheck 20, 14675	NH4-N	12,0 mg/l	± 1,0 mg/l	1.19812
Amoniak -KT, 14559	CombiCheck 70, 14689	NH4-N	50,0 mg/l	± 5,0 mg/l	1.19812
Amoniak -Test, 14752	CombiCheck 50, 14695	NH4-N	1,00 mg/l	± 0,10 mg/l	1.19812
Amoniak, A5/25	CombiCheck 10, 14676	NH4-N	4,00 mg/l	± 0,30 mg/l	1.19812
Olovo-KT, 14833	CombiCheck 40, 14692	Pb	2,00 mg/l	± 0,20 mg/l	1.19776
Bór-Test, 14839	–	B	0,400 mg/l*	± 0,040 mg/l	1.19500
Kadmium-KT, 14834	CombiCheck 30, 14677	Cd	0,500 mg/l	± 0,060 mg/l	1.19777
Vápník-Test, 14815	–	Ca	80 mg/l*	± 8 mg/l	1.19778
Chlór-Test, 14828	–	Cl2	4,00 mg/l*	± 0,40 mg/l	viz pokyny k přípravě
Chlór-Test, 14732	–	Cl2	2,50 mg/l*	± 0,25 mg/l	viz pokyny k přípravě
Chloridy-KT, 14730	CombiCheck 20, 14675	Cl–	60 mg/l	± 10 mg/l	1.19897
	CombiCheck 10, 14676		25 mg/l	± 6 mg/l	1.19897
	CombiCheck 60, 14696	Cl–	125 mg/l	± 13 mg/l	1.19897
Chloridy-Test, 14897	CombiCheck 40, 14692	Cr	1,00 mg/l	± 0,10 mg/l	1.19780
Chromany-KT, 14552	CombiCheck 40, 14692	Cr	1,00 mg/l	± 0,10 mg/l	1.19780
Chromany-Test, 14758	CombiCheck 50, 14695	CSB	20,0 mg/l	± 4,0 mg/l	viz pokyny k přípravě
CHSK-KT, 14560	CombiCheck 10, 14676	CSB	80 mg/l	± 12 mg/l	viz pokyny k přípravě
CHSK-KT, 14540	CombiCheck 10, 14676	CSB	80 mg/l	± 12 mg/l	viz pokyny k přípravě
CHSK, C1/25	CombiCheck 60, 14696	CSB	250 mg/l	± 20 mg/l	viz pokyny k přípravě
CHSK -KT, 14895	CombiCheck 60, 14696	CSB	250 mg/l	± 25 mg/l	viz pokyny k přípravě
CHSK -KT, 14690	CombiCheck 20, 14675	CSB	750 mg/l	± 75 mg/l	viz pokyny k přípravě
CHSK -KT, 14541	CombiCheck 20, 14675	CSB	750 mg/l	± 75 mg/l	viz pokyny k přípravě
CHSK, C2/25	CombiCheck 80, 14738	CSB	1500 mg/l	± 150 mg/l	viz pokyny k přípravě
CHSK -KT, 14691	CombiCheck 70, 14689	CSB	5000 mg/l	± 400 mg/l	viz pokyny k přípravě
CHSK -KT, 14555	–	CN–	0,250 mg/l*	± 0,030 mg/l	1.19533
Kyanidy KT, 14561	–	CN–	0,250 mg/l*	± 0,030 mg/l	1.19533
Kyanidy-Test, .09701	CombiCheck 30, 14677	Fe	1,00 mg/l	± 0,15 mg/l	1.19781
Železo-KT, 14549	–	Fe	25,0 mg/l*	± 2,5 mg/l	1.19781
Železo -KT, 14896	CombiCheck 30, 14677	Fe	1,00 mg/l	± 0,15 mg/l	1.19781
Železo -Test, 14761	–	F–	0,75 mg/l*	± 0,08 mg/l	1.19814
Fluoridy-KT, 14557	–	HCHO	5,00 mg/l*	± 0,50 mg/l	viz pokyny k přípravě
Formaldehyd-KT, 14500	–	HCHO	4,50 mg/l*	± 0,50 mg/l	viz pokyny k přípravě
Formaldehyd-Test, 14678	–	Ca	75 mg/l*	± 10 mg/l	1.19778
Tvrdość celková-KT, 14565	–	Au	6,0 mg/l*	± 0,6 mg/l	1.09868
Zlato-Test, 14821	–	N2H4	1,00 mg/l*	± 0,10 mg/l	viz pokyny k přípravě
Hydrazin-Test, 09711	–	K	25,0 mg/l*	± 4,0 mg/l	1.19505
Draslík-KT, 14562	CombiCheck 30, 14677	Cu	2,00 mg/l	± 0,20 mg/l	1.19786
Měď-KT, 14553	CombiCheck 30, 14677	Cu	2,00 mg/l	± 0,20 mg/l	1.19786
Měď-Test, 14767	–	Mg	25,0 mg/l	± 3,0 mg/l	1.19788
Hořčík-KT, 14684	CombiCheck 30, 14677	Mn	1,00 mg/l	± 0,15 mg/l	1.19789
Mangan-Test, 14770	CombiCheck 40, 14692	Ni	2,00 mg/l	± 0,20 mg/l	1.09989
Nikl-KT, 14554	CombiCheck 40, 14692	Ni	2,00 mg/l	± 0,20 mg/l	1.09989
Nikl-Test, 14785	–	NO3-N	1,50 mg/l	± 0,15 mg/l	1.19811
Dusičnany-KT, 14556	CombiCheck 20, 14675	NO3-N	9,0 mg/l	± 0,9 mg/l	1.19811
Dusičnany -KT, 14563	CombiCheck 80, 14738	NO3-N	25,0 mg/l	± 2,5 mg/l	1.19811
Dusičnany -KT, 14764	CombiCheck 20, 14675	NO3-N	9,0 mg/l	± 0,9 mg/l	1.19811
Dusičnany -KT, 14542	CombiCheck 20, 14675	NO3-N	9,0 mg/l	± 0,9 mg/l	1.19811
Dusičnany -Test, 14773	CombiCheck 20, 14675	NO3-N	9,0 mg/l	± 0,9 mg/l	1.19811
Dusičnany, N1/25	–	NO2-N	0,30 mg/l*	± 0,03 mg/l	1.19899
Dusitany -KT, 14547	–	NO2-N	0,50 mg/l*	± 0,05 mg/l	1.19899
Dusitany -Test, 14776	–	NO2-N	0,30 mg/l*	± 0,03 mg/l	1.19899
Dusitany, N4/25	–	Phenol	1,25 mg/l*	± 0,13 mg/l	viz pokyny k přípravě
Fenol-KT, 14551	CombiCheck 10, 14676	PO4-P	0,80 mg/l	± 0,08 mg/l	1.19898
Fosfáty-KT, 14543	CombiCheck 80, 14738	PO4-P	15,0 mg/l	± 1,0 mg/l	1.19898
Fosfáty -KT, 14729	CombiCheck 20, 14675	PO4-P	8,0 mg/l	± 0,7 mg/l	1.19898
	CombiCheck 10, 14676	PO4-P	0,80 mg/l	± 0,08 mg/l	1.19898
Fosfáty -Test, 14848	–	PO4-P	15,0 mg/l*	± 1,0 mg/l	1.19898
Fosfáty -KT, 14546	–	PO4-P	15,0 mg/l*	± 1,0 mg/l	1.19898
Fosfáty -Test, 14842	CombiCheck 10, 14676	PO4-P	0,80 mg/l	± 0,08 mg/l	1.19898
Fosfáty, P4/25	CombiCheck 20, 14675	PO4-P	8,0 mg/l	± 0,7 mg/l	1.19898
Fosfáty, P5/25	–	Ca	2,50 mg/l	± 0,30 mg/l	1.19778
Tvrdość zb. -KT, 14683	–	O2	–	± 0,6 mg/l	porovnat s O2-sondou
Kyslík-KT, 14694	–	Ag	1,50 mg/l*	± 0,20 mg/l	1.19797
Stříbro-Test, 14831	–	Si	2,50 mg/l*	± 0,25 mg/l	1.19798
Křemičitany-Test, 14794	CombiCheck 50, 14695	N	5,0 mg/l	± 0,7 mg/l	viz pokyny k přípravě
Dusík celkovýKT, 14537	CombiCheck 70, 14689	N	50 mg/l	± 7 mg/l	viz pokyny k přípravě
Dusík celkový-KT, 14763	CombiCheck 10, 14676	SO42–	100 mg/l	± 15 mg/l	1.19813
Sířany-KT, 14548	CombiCheck 20, 14675	SO42–	500 mg/l	± 75 mg/l	1.19813
Sířany -KT, 14564	–	SO42–	150 mg/l*	± 15 mg/l	1.19813
Sířany -Test, 14791	–	S2–	0,75 mg/l*	± 0,08 mg/l	viz pokyny k přípravě
Sulfidy-Test, 14779	–	SO32–	12,5 mg/l*	± 1,5 mg/l	viz pokyny k přípravě
Sírníky-KT, 14394	–	a-Ten	1,00 mg/l*	± 0,20 mg/l	viz pokyny k přípravě
Tenzidy anion.-KT, 14697	–	H2O2	10,0 mg/l*	± 1,0 mg/l	viz pokyny k přípravě
Peroxid vodíku-KT, 14731	CombiCheck 40, 14692	Zn	2,00 mg/l	± 0,40 mg/l	1.19806
Zinek-KT, 14566	–	Zn	1,25 mg/l*	0,20 mg/l	1.19806
Zinek-Test, 14832	–	Sn	1,25 mg/l*	0,13 mg/l	1.19807
Cín-KT, 14622	–				

\* Doporučená koncentrace, příprava v laboratoři

\*\* c = 1000 mg/l stanovená složka

## ► Pracovní předpisy pro přípravu standardních roztoků

### Standardní roztok - volný chlór

#### Příprava zásobního roztoku:

Roztok chlornanu sodného s přibližnou koncentrací 13 % aktivního chlóru zřeďte (1:10). Odpipetujte 10 ml roztoku chlornanu sodného do 100ml odměrné baňky a baňku doplňte po rysku deionizovanou vodou.

#### Stanovení koncentrace volného chlóru v zásobním roztoku:

Do 250ml jodační baňky s 30 ml deionizované vody odměřte 5,00 ml zásobního roztoku. Přidejte 5 ml kyseliny octové (100 %) a 2 g jodidu draselného. Baňku uzavřete, obsah promíchejte a ponechte 5 minut stát.

Uvolněný jód titrujte roztokem thiosíranu sodného o koncentraci  $0,1 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$  do slabě žlutého zbarvení. Po přidání 2 ml indikátoru (jodid zinečnatý-škrob) dotitrujte z modrého zbarvení do bezbarvého.

#### Výpočet:

$$\text{ml thiosíranu sodného} \times 710 = \text{mg/l volného chlóru}$$

Podle výše uvedených pravidel o ředění roztoků lze připravit ze zásobního roztoku další pracovní roztoky o požadované koncentraci.

#### Stálost:

Zásobní roztok je stálý přibližně jeden týden při uložení na chladném (chladnička) místě. Další pracovní roztoky připravené ředěním zásobního roztoku jsou stálé přibližně 2 hodiny.

#### Potřebná činidla:

1.00063.1000	Kyselina octová, 100 %
1.05614.9025	Chlornan sodný, roztok, techn. přibližně 13 % aktivního chlóru
1.09147.1000	Thiosíran sodný, roztok $0,1 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$
1.05043.0250	Jodid draselný
1.05445.0500	Indikátorový roztok (jodid zinečnatý-škrob)
1.16754.9010	Voda

### Standardní roztok - celkový chlór

#### Příprava standardního roztoku:

4,00 g chloraminu T se rozpustí v deionizované vodě a touto vodou se doplní v odměrné baňce na 1000 ml. Takto připravený zásobní roztok má koncentraci celkového chlóru  $1000 \text{ mg}\cdot\text{l}^{-1}$ . Podle výše uvedených pravidel o ředění roztoků lze připravit ze zásobního roztoku další pracovní roztoky o požadované koncentraci.

#### Stálost:

Zásobní roztok a další pracovní roztoky připravené ředěním zásobního roztoku jsou stálé přibližně jeden den při uložení na chladném (chladnička) místě.

#### Potřebná činidla:

1.02426.0250	Chloramin T
1.16754.9010	Voda pro analýzy

### Standardní roztok - CHSK

#### Příprava zásobního roztoku:

0,850 g hydrogenftalátu draselného se rozpustí v deionizované vodě a touto vodou se doplní v odměrné baňce na 1000 ml. Takto připravený zásobní roztok má koncentraci  $1000 \text{ mg}\cdot\text{l}^{-1}$  jako CHSK.

Podle výše uvedených pravidel o ředění roztoků lze připravit ze zásobního roztoku další pracovní roztoky o požadované koncentraci.

#### Stálost:

Zásobní roztok je stálý přibližně jeden měsíc při uložení na chladném (chladnička) místě. Další pracovní roztoky připravené ředěním zásobního roztoku jsou stálé při uložení na chladném (chladnička) místě - v závislosti na koncentraci - přibližně jeden týden až jeden měsíc.

#### Potřebná činidla:

1.02400.0800	Hydrogenftalát draselný, standard
1.16754.9010	Voda

## ► Pracovní předpisy pro přípravu standardních roztoků

### Standardní roztok - formaldehyd

#### Příprava zásobního roztoku:

2,50 ml roztoku formaldehydu (37 %) se rozpustí v deionizované vodě a touto vodou se doplní v odměrné baňce na 1000 ml. Takto připravený zásobní roztok má přibližnou koncentraci formaldehydu  $1000 \text{ mg}\cdot\text{l}^{-1}$ .

#### Stanovení přesné koncentrace standardního (zásobního) roztoku formaldehydu:

Do 300ml jodační baňky odměřte 40,0 ml zásobního roztoku s přibližnou koncentrací formaldehydu  $1000 \text{ mg}\cdot\text{l}^{-1}$ . Přidejte (byretou) 50,0 ml roztoku jodidu o koncentraci  $0,05 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$  a 20 ml roztoku hydroxidu sodného o koncentraci  $1 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ .

Baňku ponechte 15 minut stát. Poté přidejte 8 ml roztoku kyseliny sírové (25 %), 1 ml indikátoru (jodid zinečnatý-škrob) a roztok titrujte do bodu ekvivalence roztokem thiosíranu sodného o koncentraci  $0,1 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ .

#### Výpočet přesné koncentrace formaldehydu:

$$C1 = \text{spotřeba thiosíranu sodného (0,1 mol}\cdot\text{l}^{-1})$$

$$C2 = \text{množství roztoku jodidu (0,05 mol}\cdot\text{l}^{-1})$$

$$\text{mg/l formaldehydu} = (C2 - C1) \times 37,525$$

Podle výše uvedených pravidel o ředění roztoků lze připravit ze zásobního roztoku další pracovní roztoky o požadované koncentraci.

#### Stálost:

Zásobní roztok je stálý přibližně jeden týden při uložení na chladném (chladnička) místě. Po této době je nutné opět stanovit a vypočítat přesnou koncentraci formaldehydu zásobního roztoku. Další pracovní roztoky připravené ředěním zásobního roztoku je nutné bezprostředně analyzovat.

#### Potřebná činidla:

1.04003.1000	Formaldehyd, roztok, 37 %
1.09099.1000	Jodid draselný, roztok $0,05 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$
1.09147.1000	Thiosíran sodný, roztok $0,1 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$
1.00716.1000	Kyselina sírová, 25 %
1.05445.0500	Indikátorový roztok (jodid zinečnatý-škrob)
1.16754.9010	Voda

### Standardní roztok – hydrazin

#### Příprava zásobního roztoku:

4,07 g síranu hydrazinia se rozpustí v deionizované vodě (s nízkým obsahem kyslíku – převařená) a touto vodou se doplní v odměrné baňce na 1000 ml. Takto připravený zásobní roztok má koncentraci hydrazinu  $1000 \text{ mg}\cdot\text{l}^{-1}$ .

Podle výše uvedených pravidel o ředění roztoků lze připravit ze zásobního roztoku další pracovní roztoky o požadované koncentraci.

#### Stálost:

Zásobní roztok a další pracovní roztoky připravené ředěním zásobního roztoku jsou stále přibližně jeden den při uložení na chladném (chladnička) místě.

#### Potřebná činidla:

1.04603.0100	Síran hydrazinia
1.16754.9010	Voda pro analýzy

### Standardní roztok – fenol

#### Příprava zásobního roztoku:

1,00 g fenolu se rozpustí v deionizované vodě a touto vodou se doplní v odměrné baňce na 1000 ml. Takto připravený zásobní roztok má koncentraci fenolu  $1000 \text{ mg}\cdot\text{l}^{-1}$ .

Podle výše uvedených pravidel o ředění roztoků lze připravit ze zásobního roztoku další pracovní roztoky o požadované koncentraci.

#### Stálost:

Zásobní roztok a další pracovní roztoky připravené ředěním zásobního roztoku jsou stále přibližně jeden týden při uložení na chladném (chladnička) místě.

#### Potřebná činidla:

1.00206.0250	Fenol
1.16754.9010	Voda

## ► Pracovní předpisy pro přípravu standardních roztoků

### Standardní roztok – dusík celkový

#### Příprava zásobního roztoku:

5,36 g glycinu se rozpustí v deionizované vodě a touto vodou se doplní v odměrné baňce na 1000 ml. Takto připravený zásobní roztok má koncentraci celkového dusíku  $1000 \text{ mg}\cdot\text{l}^{-1}$ .

Podle výše uvedených pravidel o ředění roztoků lze připravit ze zásobního roztoku další pracovní roztoky o požadované koncentraci.

#### Stálost:

Zásobní roztok je stálý přibližně jeden týden při uložení na chladném (chladnička) místě. Další pracovní roztoky připravené ředěním zásobního roztoku je nutné bezprostředně analyzovat.

#### Potřebná činidla:

1.04201.0100	Glycin
1.16754.9010	Voda pro analýzy

### Standardní roztok – sulfidy

#### Příprava zásobního roztoku:

7,2 g krystalů hydrátu hydrogensulfidu sodného (35 %) se rozpustí v deionizované vodě a touto vodou se doplní v odměrné baňce na 1000 ml. Takto připravený zásobní roztok má přibližnou koncentraci sulfidů  $1000 \text{ mg}\cdot\text{l}^{-1}$ .

#### Stanovení přesné koncentrace standardního (zásobního) roztoku sulfidů:

Do 500ml jodační baňky obsahující 100 ml deionizované vody přidejte 5 ml roztoku kyseliny sírové (25 %). K tomuto roztoku odměřte nedělenou pipetou 25,0 ml zásobního roztoku s přibližnou koncentrací sulfidů  $1000 \text{ mg}\cdot\text{l}^{-1}$  a 25,0 ml (nedělenou pipetou) roztoku jodidu o koncentraci  $0,05 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ . Obsah promíchejte asi 1 minutu, poté roztok titrujte roztokem thiosíranu sodného o koncentraci  $0,1 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$  dokud žlutého zbarvení jodidu nezmizí. Po přidání 1 ml indikátoru (jodid zinečnatý-škrob) dotitrujte dokud se neobjeví bíle mléčný zákal.

#### Výpočet přesné koncentrace formaldehydu:

$$C1 = \text{spotřeba thiosíranu sodného (0,1 mol}\cdot\text{l}^{-1})$$
$$C2 = \text{množství roztoku jodidu (0,05 mol}\cdot\text{l}^{-1}; 25 \text{ ml})$$
$$\text{mg/l sulfidů} = (C2 - C1) \times 64,1026$$

Podle výše uvedených pravidel o ředění roztoků lze připravit ze zásobního roztoku další pracovní roztoky o požadované koncentraci.

#### Stálost:

Zásobní roztok je stálý přibližně maximálně jeden den při uložení na chladném (chladnička) místě. Další pracovní roztoky připravené ředěním zásobního roztoku je nutné bezprostředně analyzovat.

#### Potřebná činidla:

1.09099.1000	Jodid draselný, roztok $0,05 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$
1.06638.0250	Sulfid sodný, hydrát (35 %)
1.09147.1000	Thiosíran sodný, roztok $0,1 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$
1.00716.1000	Kyselina sírová, 25 %
1.05445.0500	Indikátorový roztok (jodid zinečnatý-škrob)
1.16754.9010	Voda

## ► Pracovní předpisy pro přípravu standardních roztoků

### Standardní roztok – siřičitany

#### Příprava zásobního roztoku:

1,57 g siřičitanu sodného a 0,4 g látky Titriplex III se rozpustí v deionizované vodě a touto vodou se doplní v odměrné baňce na 1000 ml. Takto připravený zásobní roztok má koncentraci siřičitanů  $1000 \text{ mg}\cdot\text{l}^{-1}$ .

Podle výše uvedených pravidel o ředění roztoků lze připravit ze zásobního roztoku další pracovní roztoky o požadované koncentraci.

#### Stálost:

Zásobní roztok je stálý přibližně jeden den při uložení na chladném (chladnička) místě.

#### Potřebná činidla:

1.06657.0500	Siřičitan sodný
1.08418.0100	Titriplex III
1.16754.9010	Voda

### Standardní roztok – anion. tensidy

#### Příprava zásobního roztoku:

1,00 g 1-dodecylsíranu sodného se rozpustí v deionizované vodě a touto vodou se doplní v odměrné baňce na 1000 ml. Takto připravený zásobní roztok má koncentraci anionaktivních tenzidů (jako 1-dodecylsíran sodný)  $1000 \text{ mg}\cdot\text{l}^{-1}$ .

Podle výše uvedených pravidel o ředění roztoků lze připravit ze zásobního roztoku další pracovní roztoky o požadované koncentraci.

#### Stálost:

Zásobní roztok je stálý přibližně jeden měsíc při uložení na chladném (chladnička) místě. Další pracovní roztoky připravené ředěním zásobního roztoku je nutné bezprostředně analyzovat.

#### Potřebná činidla:

1.12146.0005	1- dodecylsíran sodný
1.16754.9010	Voda

### Standardní roztok – peroxid vodíku

#### Příprava zásobního roztoku:

10 ml roztoku Perhydrol (30 %  $\text{H}_2\text{O}_2$ ) se rozpustí v deionizované vodě a touto vodou se doplní v odměrné baňce na 100 ml. 30 ml tohoto roztoku se rozpustí v deionizované vodě a touto vodou se doplní v odměrné baňce na 1000 ml. Takto připravený zásobní roztok má přibližnou koncentraci peroxidu vodíku  $1000 \text{ mg}\cdot\text{l}^{-1}$ .

#### Stanovení přesné koncentrace standardního (zásobního) peroxidu vodíku:

Do 500ml kónické baňky odměřte nedělenou pipetou 50,0 ml zásobního roztoku s přibližnou koncentrací peroxidu vodíku  $1000 \text{ mg}\cdot\text{l}^{-1}$ . Roztok zředěte 200 ml deionizované vody a přidejte 30 ml roztoku kyseliny sírové (25 %). Roztok titrujte roztokem manganistanu draselného o koncentraci  $0,05 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$  z bezbarvého di růžového zbarvení.

#### Výpočet přesné koncentrace peroxidu vodíku:

$$\text{spotřeba manganistanu draselného v ml} \times 34,02 = \\ = \text{obsah peroxidu vodíku v mg/l}$$

Podle výše uvedených pravidel o ředění roztoků lze připravit ze zásobního roztoku další pracovní roztoky o požadované koncentraci.

#### Stálost:

Zásobní roztok a další pracovní roztoky připravené ředěním zásobního roztoku jsou stále přibližně jeden den při uložení na chladném (chladnička) místě.

#### Potřebná činidla:

1.09122.1000	Manganistan draselný, roztok $0,05 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$
1.07209.0250	Perhydrol, 30 %
1.00716.1000	Kyselina sírová, 25 %
1.16754.9010	Voda