

Zpráva z praxe

AQUATEST

Autor: Pavla Pešková

Třída: T3. (2003/04)

ÚVOD

Na praxi jsem byla na Barrandově v *Aquatestu* od 16.6.2004 do 29.6.2004. Laboratoře *Aquatestu* se zabývají především rozborů všech druhů vod a výluhů dále pak rozborů zemin, odpadů, půdního vzduchu, biologického materiálu. Stanovuje se množství anorganických látek (dusičnany, dusitany, chlornany, amonné ionty...), organických látek (fenoly, bifenylaminy, triaziny...), kovů, organický uhlík, EL (extrahované látky), NEL (nepolární extrahované látky), halogeny, kovy, tenzidy, CHSK (chemická spotřeba kyslíku), BSK (biologická spotřeba kyslíku) a další. Mimo chemických rozborů se zde provádí také testy bakteriologické a radiologické.

SYSTÉM JAKOSTI

Vzorek, který přijde na příjem musí být řádně označen a uskladněn. Dále musí být sepsán zakázkový list (viz.příloha). Po přijmutí putuje vzorek do jednotlivých laboratoří a je testován. Výsledky jednotlivých analýz a měření se zapisují do LAP-systému a na konci jsou zpracovávány do protokolu (viz.příloha). Každá laboratoř je také povinně vybavena SOP (standardní operační postup) podle kterých pracovníci pracují.

Laboratoře *Aquatestu* jsou akreditované (viz.příloha). Systém jakosti je zpracován v souladu s normou **ČSN EN ISO/IEC 17025**. Jsou 3 stupně jakosti.

1, STUPEŇ JAKOSTI

Je to interní test. Za kvalitu výrobků odpovídají pracovníci jednotlivých laboratoří. Jsou povinni provádět slepé pokusy, kalibraci přístrojů, kontrolovat čistotu laboratorního skla i laboratoře. Dále také řádně zapisovat údaje o vzorku, všechny své výsledky, výpočty a měření. Zpracovávají regulační diagram (viz.příloha), který jim potvrzuje dobrou činnost stroje pomocí kontrolního vzorku v sérii vzorků.

2, STUPEŇ JAKOSTI

Jedná se jako v prvním případě o interní test. Zde za kvalitu výrobků odpovídá manažer jakosti. Ten připravuje kontrolní vzorky se známými parametry a vsazuje je do ostatních vzorků bez vědomí ostatních aby byl test spolehlivý. Poté výsledky laboranta porovná se svými parametry a když nesouhlasí tak jsou zavedena nápravná opatření.

3, STUPEŇ JAKOSTI

V tomto případě je to externí test kdy se zasílají vzorky do externí laboratoře a ta pak vystaví protokol k porovnání výsledků. Tento test se provádí vždy jednou za 1 rok.

STANOVENÍ NEL A TENZIDŮ (PAL)

Tyto dvě stanovení jsem prováděla v prvních dnech praxe.

STANOVENÍ NEL (nepolární extrahované látky)

Stanovení EL (extrahované látky) a NEL je skupinové stanovení látek, extrahovaných z vody nebo ze zeminy vhodným extrakčním činidlem. Takto získaný extrakt obsahuje jak polární extrahované látky (tuky, rostlinné oleje a další podobné látky rostlinného původu), tak nepolární látky, které představují převážně antropogenní znečištění ropnými látkami.

Dále byl zjištěn výskyt NEL i v čistých vodách jako produkt syntézy zásobních látek některých sinic a řas, takže výsledky stanovení NEL na nízkých koncentracích je třeba ještě ověřit dalšími analytickými metodami (např. plynová chromatografie).

EL se odstraňují na vhodném sorbentu a ve vodě zůstanou jen NEL. Překážkou pro přesnost stanovení je omezená rozpustnost ropných látek ve vodě.

Pro stanovení NEL je předepsána infračervená spektrometrie, přičemž v *Aquatestu* je používán FTIR spektrometr Nicolet. Jeho hlavní součástí je zařízení obdobné *Michelsonovu interferometru*, který byl vyroben roku 1881 a později používán Einsteinem. Michelsonův interferometr rozděluje paprsek světla nebo jiného záření na dva paprsky. Děje se tak na polopropustné desce zvané beamsplitter. Pro střední infračervenou oblast se používá velmi tenká vrstva germania. Úlohou beamsplitteru je polovinu záření odrazit a druhou polovinu záření propustit.

Odražený paprsek dopadá na pevné zrcadlo a je odražen zpět na beamsplitter. Paprsek prošlý dopadá na pohyblivé zrcadlo, které se pohybuje směrem k beamsplitteru a zpět ve směru paprsku. Protože se toto zrcadlo pohybuje, není paprsek odražený od tohoto zrcadla vždy ve fázi s paprskem odraženým od pevného zrcadla.

STANOVENÍ TENZIDŮ (PAL)

PAL-Povrchově aktivní látky

Největším zdrojem tenzidů ve vodách jsou prací a čisticí prostředky. Jsou dva druhy tenzidů: *aniontové* (anionaktivní, anionické) a *neiontové* (neionogenní, neionické). *Aniontové tenzidy* jsou zejména typu alkylsulfátů, alkyl- nebo alkensulfonanů a alkylbenzensulfonanů. *Neiontové tenzidy* jsou zejména adukty vyšších alkoholů, ale i alkylfenolů a alifatických kyselin s alkylenoxidem (tj. buď s ethylenoxidem, případně propylenoxidem). V ČR se koncentrace aniontových tenzidů v městských odpadních vodách obvykle pohybuje v rozmezí asi 1 mg.l^{-1} až 2 mg.l^{-1} . *Kationtové tenzidy* tvoří pouze velmi nepatrný podíl z celkové produkce tenzidů. Největší význam z kationtových tenzidů mají kvarterní amoniové a pyridiniové sloučeniny, které obsahují v molekule alespoň jeden dlouhý hydrofobní řetězec. Takové tenzidy mají vlastnosti desinfekční,

hydrofobační a antiseptické a jsou obsaženy v odpadních vodách z výroby těchto tenzidů. Do odpadních a splaškových vod se mohou dostat i při jejich použití jako avivážních prostředků z máchacích lázní v domácnostech či avivážních prostředků užitých v textilním průmyslu.

My jsme prováděli *stanovení aniontových tenzidů*, které se provádí *spektrofotometricky s methylenovou modří*. Principem metody je reakce aniontového tenzidu s methylenovou modří za tvorby barevného iontového páru, extrahovaného do trichlormethanu. Je to metoda podle *Longwella a Maniece*. Výsledky stanovení se udávají v mg.l^{-1} určitého standardu jako **MBAS (methylene blue active substance)**.

MIKROBIOLOGICKÁ LABORATOŘ

V této laboratoři jsem strávila největší část praxe, protože jsem sama prováděla bakteriologický rozbor vlastního vzorku vody (viz. Protokol o zkoušce). Metody prováděné v této laboratoři patří mezi uzanční metody=>nedají se stanovit přímo a proto se stanovují podle dohodnutých podmínek (kultivační podmínky, teplota atd.). Kultivační půdy jsou buď **tuhé** a nebo **tekuté**.

Pro **tekuté** půdy se užívají zkumavky a lze stanovit pouze kvalitu. Tekutá půda je např. *laktóza*. Pro **tuhé** půdy se užívají Petriho misky. Hlavní složkou je **agar**, který se užívá na ztuhnutí. Jeho obsah je 1,5 – 2 %. **Tuhé půdy** se dále dělí na *živné půdy* a *selektivní půdy*.

V **živné půdě** naroste všechno (bakterie, kvasinky...)=>obecné znečištění.

Udávají se počty kolonií při 22°C a při 36°C. **Selektivní půdy** fungují na principu, že roste jen jeden druh a to ostatní se zahubí=>rozlišují druhy. Dále se provádí také **Biologický rozbor=mikroskopický obraz** což je stanovení počtu organismů na 1 ml. U mikroskopického obrazu se rozlišuje *seston*=vše co se vznáší ve vodě, *bioseston*=živé org. ve vodě a *abioseston*=nerozpuštěné neživé látky.

Pitná voda se vyhodnocuje podle vyhlášky 252/2004 pro pitnou vodu platné od 1.5.2004.

STANOVENÍ TRIAZINŮ VE VODÁCH

Stanovení triazinů (herbicidů na bázi triazinů) se provádí pomocí plynové chromatografie a hmotnostní spektrometrie. K izolaci z vody se používá metoda **SPE** (extrakce kapalina-tuhá fáze). Stanovují se : atrazin, simazin, propazin, tercbutylazin, prometryn. Stanovuje se v pitných, povrchových, odpadních vodách a vodných výluzích zemin.

Stanovované látky jsou ve slabě alkalickém prostředí extrahovány na SPE kolonce (fázi C₁₈). Po vysušení pevné fáze jsou zachycené triazinové herbicidy

eluovány methanolem. Extrakt je analyzován na plynovém chromatografu s kapilární kolonou a hmotnostním detektorem.

Triazinové herbicidy je nutno považovat za potenciální karcinogeny, proto je nutno s nimi zacházet jako se zdraví škodlivými látkami.

Přístroje: G C/ITD 800 firmy Finnigan MAT sestavený z plynového chromatografu VARIAN 3400 se split/splitless nástřikem, automatického dávkovače vzorků CTC-A200S, detektoru ITD-Ion TrapDetector. Celý systém je řízen a data zpracovávána počítačem.

Postup:

1, Sběr,doprava,předání vzorků

Vzorky vod se odebírají do skleněných lahví o objemu 1l. Během transportu musí být v chladu. Po předání vzorků pracovníkům příjmu vzorků jsou vzorky zaregistrovány a uskladněny v lednici při $t=4^{\circ}\text{C}$. Vzorky musí být extrahovány do 48 hodin po dodání do laboratoře.

2, Příprava vzorků

Odměří se 100-250 ml vzorku vody nebo výluhu a pomocí 2,8M NaOH (tj. 11,2g NaOH na 100 ml redestilované vody) se musí docílit $\text{pH}=8-9$. Extrakce: Vzorek se prosává pomocí vývěvy přes kolonu. Průtok je 5ml/min.

3, Uchovávání vzorků

Vzorky se mohou uchovávat dva dny a to při teplotě 4°C .

4, Analýza

Identifikace jednotlivých látek je prováděna porovnáním retenčních časů a hmotnostních spekter stanovovaných látek (viz. graf).

ZÁVĚR

Praxe v Aguatestu byla velice zajímavá a příjemná. Pracovníci u kterých jsme se v jednotlivých dnech vystřídali se nás snažili seznámit s náplní svojí práce i přístroji a umožnit nám vyzkoušet si některé úkoly osobně. Nejvíce ze všeho mě zaujala bakteriologie a s ní spojená práce s mikroskopem.