

LODROM Sp. z o.o.

ul. Długa 56/1

31-146 Kraków

tel. +48/12/6237687, 790 578 333

Raport

z wykonania badań zawartości As, Cd, Cr i Pb oraz Hg w próbkach materiałów budowlanych i gruntu dostarczonych do analizy

Otrzymano do analizy 15 próbek oznaczonych jako 1-12, oraz A1, A2, A3.

Zawartość As, Cd, Cr, Pb oznaczono, zgodnie z ustaleniami, w próbkach 3, 5, 8, 11
(wyniki - tabela 4.)

Zawartość Hg oznaczono we wszystkich dostarczonych do badań próbkach (wyniki
- tabela 5).

1. Oznaczenie zawartości As, Cd, Cr, Pb w próbkach 3, 5, 8, 11.

1.1. Przygotowanie próbek do analizy, mineralizacja na mokro z wykorzystaniem energii mikrofalowej w systemie zamkniętym

Z wybranych do analizy próbek spośród dostarczonych (po ich wysuszeniu i zmieleniu) przygotowano po 3 próbki do analizy arsenu, kadmu, chromu i ołowiu.

1. Do jednorazowych szklanych naczyń odważono na wadze analitycznej po około 0,5 g analizowanej próbki i dodano 5 ml 65% HNO₃.
2. próbki poddano wstępnej mineralizacji w temp. 25⁰C w ciągu 25min. w łaźni ultradźwiękowej niemieckiej firmy BANDELIN.
3. Następnie próbki poddano mineralizacji w zamkniętym systemie mikrofalowym UltraWave, włoskiej firmy Milestone według procedury przedstawionej w tabeli 1.

Tabela 1. Warunki mineralizacji próbek w UltraWave.

Krok	Czas [min.]	T1 [°C]	T2 [°C]	Ciśnienie	Moc [W]
1	25	240	70	110	1500
2	10	240	70	110	1500

Roztworzone próbki przeniesiono do kolb miarowych o objętości 50 ml, dopełniono wodą dejonizowaną. Takiej samej procedurze poddano roztwór ślepej próby i certyfikowane materiały odniesienia.

1.2. Oznaczenie zawartości Cd, Cr, Pb

Zawartość Cd, Cr, Pb w wybranych do badań próbkach oznaczono metodą spektrometrii mas z jonizacją w plazmie sprzężonej indukcyjnie (ICP-MS), na spektrometrze ICP-QMS, model X-Series firmy Thermo Electron Corporation. Poprawność wykonanego oznaczenia potwierdzono analizując odpowiedni materiał odniesienia.

Uzyskane wyniki podano w tabeli 2.

Tabela 2. Zawartość Cr, Cd i Pb uzyskane na podstawie pomiarów wykonanych na spektrometrze mas ICP z analizatorem kwadrupolowym w oparciu o izotopy chromu ^{52}Cr , kadmu ^{111}Cd oraz ołowiu ^{208}Pb w dostarczonych próbkach w [$\mu\text{g}/\text{kg}$].

Próbka nr	Wynik ^{52}Cr [$\mu\text{g}/\text{kg}$]	SD [$\mu\text{g}/\text{kg}$]	Wynik ^{111}Cd [$\mu\text{g}/\text{kg}$]	SD [$\mu\text{g}/\text{kg}$]	Wynik ^{208}Pb [$\mu\text{g}/\text{kg}$]	SD [$\mu\text{g}/\text{kg}$]
3 (1)	8620		271,6		10885	
3 (2)	8115		249,3		10730	
3 (3)	7615		237,9		10024	
Średnia	8117	502,5	252,9	17,14	10546	458,9
5 (4)	10877		227,2		107009	
5 (5)	9791		225,3		98590	
5 (6)	11160		233,5		98831	
Średnia	10609	722,7	228,7	4,292	101477	4793
8 (7)	11268		122,8		168019	
8 (8)	12467		118,1		209570	
8 (9)	11527		118,9		183870	
Średnia	11754	630,9	119,9	2,514	187153	20969
11 (10)	36916		211,5		70712	
11 (11)	36381		410,2		70961	
11 (12)	41223		218,9		70247	
Średnia	38173	2655	280,2	112,6	70640	362,4

Certyfikowany materiał odniesienia	Uzyskany wynik \pm SD	Wartość certyfikowana \pm przedział ufności	Uzyskany wynik \pm SD	Wartość certyfikowana \pm przedział ufności	Uzyskany wynik \pm SD	Wartość certyfikowana \pm przedział ufności
NCS ZC 73001 [$\mu\text{g}/\text{kg}$]	56700 \pm 230	58 000 \pm 2000	95 \pm 11	105 \pm 13	2113 \pm 122	22 000 \pm 2000

SD - odchylenie standardowe

1.3. Oznaczenie zawartości As

Zawartość arsenu oznaczono metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej z atomizacją w kuwecie grafitowej (GF-AAS) przy długości fali 193,7 nm na spektrometrze SOLAAR M6 firmy Unicam Atomic Absorption.

Poprawność wykonanego oznaczenia potwierdzono analizując materiał odniesienia INCT-MPH-2 z certyfikowaną zawartością arsenu 191 \pm 23 [$\mu\text{g}/\text{kg}$].

Uzyskane wyniki przedstawiono w tabeli nr 3.

Tabela 3. Zawartość As w dostarczonych do badań próbkach w [$\mu\text{g}/\text{kg}$].

Oznaczenie próbki	Zawartość As [$\mu\text{g}/\text{kg}$]				
	Pomiar 1	Pomiar 2	Pomiar 3	Średnia	SD
3.	3088	2550	2803	2814	219,9
5.	2735	3285	2961	2994	225,7
8.	2413	2160	2371	2315	110,7
11.	1238	1029	1208	1158	91,6
INCT-MPH-2	183,1	213,6	195,3	197,3	12,5

SD - odchylenie standardowe

INCT-MPH-2, certyfikowana zawartość arsenu 191 \pm 23 [$\mu\text{g}/\text{kg}$].

1.4. Oznaczona zawartość As, Cd, Cr, Pb w badanych próbkach

W tabeli nr 4 podano oznaczone zawartości As, Cd, Cr, Pb dla próbek 3, 5, 8, 11.

Tabela 4. Zawartość As, Cd, Cr, Pb w dostarczonych do badań próbkach w [$\mu\text{g}/\text{kg}$].

Oznaczenie próbki	Zawartość As, Cd, Cr, Pb [$\mu\text{g}/\text{kg}$]			
	As	Cd	Cr	Pb
3.	2814	252,9	8117	10546
5.	2994	228,7	10609	101477
8.	2315	119,9	11754	187153
11.	1158	280,2	38173	70640

2. Oznaczenie zawartości Hg w dostarczonych do badań próbkach

Z dostarczonych próbek (po ich wysuszeniu i zmieleniu) przygotowano po 3 próbki o masie po około 0,2g. Stężenie rtęci oznaczono przy długości fali 253,3 nm metodą zimnych par atomowej spektrometrii absorpcyjnej (CV-AAS). Poprawność wykonanego oznaczenia potwierdzono analizując materiał odniesienia NCS ZC 73001z certyfikowaną zawartością rtęci 33 +/- 4 [$\mu\text{g}/\text{kg}$] oraz M-2 BotSed z certyfikowaną zawartością rtęci 884 +/- 53 [$\mu\text{g}/\text{kg}$].

Uzyskane wyniki oznaczeń zawartości Hg w dostarczonych do badań próbkach podano w tabeli 5.

Tabela 5. Zawartość Hg w dostarczonych do badań próbkach [$\mu\text{g}/\text{kg}$]

Oznaczenie próbki	Zawartość Hg [$\mu\text{g}/\text{kg}$]				
	Pomiar 1	Pomiar 2	Pomiar 3	średnia	SD
1.	194,8	172,7	198,8	188,8	14,1
2.	166,3	131,0	144,0	147,1	17,9
3.	29943	26216	29384	28514	2010
4.	76,20	80,00	71,30	75,80	4,4
5.	4283	4298	4251	4277	24,1
6.	2536	2347	2047	2310	246,8
7.	720,8	858,3	868,6	815,9	82,5

8.	2821	1963	2426	2403	429,6
9.	1037	811,0	1052	966,7	135,2
10.	154,1	162,3	153,7	156,7	4,9
11.	198,5	142,0	129,2	156,6	36,9
12.	87,10	65,50	90,00	80,90	13,4
A1.	2102	2105	1940	2049	94,0
A2.	75,80	60,40	78,70	71,60	9,8
A3.	513,7	517,9	569,3	533,6	31,0
NCS ZC 73001	32,20	31,40	33,90	32,50	1,3
M-2 BotSed	904,9	912,2	897,8	905,0	7,2

SD - odchylenie standardowe

NCS ZC 73001 certyfikowana zawartość rtęci 33 +/- 4 [µg/kg]

M-2 BotSed certyfikowana zawartość rtęci 884 +/- 53 [µg/kg]

UWAGA:

Dostarczone do badań próbki były niejednorodne. Podane powyżej wyniki dotyczą próbek zmielonych. W tabeli A przedstawionej poniżej zamieszczono wyniki badań zawartości Hg dla kilku próbek nie zmielonych.

Tabela A. Zawartość Hg w dostarczonych do badań próbkach [µg/kg]
(próbki wysuszone, nie zmielone)

Oznaczenie próbki	Zawartość Hg [µg/kg]				
	Pomiar 1	Pomiar 2	Pomiar 3	średnia	RSD [%]
1.	71,00	329,2	242,2	214,1	61,35
3.	18010	34319	23972	25434	32,45
9.	275,3	987,4	1052	771,7	55,87
10.	241,7	228,0	133,8	189,3	28,27
11.	91,40	337,9	129,2	186,2	71,31

RSD – względne odchylenie standardowe

*Analizy wykonały: mgr inż. Jadwiga Albińska, dr inż. Aleksandra Pawlaczyk (ICP-MS),
raport przygotowała dr inż. Ewa Leśniewska*

pod kierunkiem prof. dr hab. inż. Małgorzaty I. Szyrkowskiej.