

## ***CERTIFIKÁT***

### **Matricový certifikovaný referenční materiál zemědělské půdy**

### **METRANAL<sup>®</sup> CRM AN-ZP01 a AN-ZP02**

Tento Certifikát je formulován v souladu s TNI Pokynem ISO 31

#### **Název:**

Sada certifikovaných referenčních materiálů zemědělských půd AN-ZP01 a AN-ZP02

Sada se skládá z referenčních materiálů dvou zemědělských půd s odlišným chemickým složením

**AN-ZP01:** Těžká hlinitá půda s normálními obsahy analytů

**AN-ZP02:** Jílovito - hlinitá půda kontaminovaná některými těžkými kovy

Obsahy vyluhovatelných podílů prvků lučavkou královskou podle normy ISO 11466.

#### **Balení:**

50 g každého typu půdy ve formě prášku s velikostí částic pod 100  $\mu\text{m}$  v lahvičce z tmavého skla.

#### **Použití:**

Tato sada certifikovaných referenčních materiálů je určena pro zajištění metrologické návaznosti, validaci analytických metod a přidělení hodnot dalším materiálům podobného složení.

#### **Doporučené analytické metody pro měřené veličiny:**

Plamenová AAS, ETA-AAS, ICP-OES, ICP-MS, AMA-254

#### **Specifikace:**

**Datum výroby:** červen 2016

**Doba použitelnosti:** 10 let od data výroby

#### **Metrologická návaznost:**

Metrologická návaznost je zajištěna použitím certifikovaných kalibračních roztoků pro kalibraci měřících metod (přímá návaznost na SI jednotku) resp. paralelní analýzou matricových CRM (RM) obdobného složení.

### **Příprava vzorku k analýze (lučavkový výluh dle ISO 11466):**

---

Naváží se 3 g ( $\pm 0,001$  g) vzorku do 100 ml varné baňky se zábrusovým hrdlem, navážka se zvlhčí 2-3 ml redestilované vody a přidá se 7,5 ml konc.  $\text{HNO}_3$  (měrná hmotnost  $1,40 \text{ g}\cdot\text{ml}^{-1}$ ) čistoty p.p. Směs se nechá stát až do ukončení vývinu plynů. Pak se po částech přidá 22,5 ml konc.  $\text{HCl}$  (měrná hmotnost  $1,19 \text{ g}\cdot\text{ml}^{-1}$ ) čistoty p.p., směs se manuálně promíchá a hrdlo baňky se přikryje hodinovým sklem, obrácenou malou nálevkou, atp., nechá se stát při laboratorní teplotě ( $20 \pm 2^\circ\text{C}$ ) 16 hodin (přes noc). Směs se opět manuálně promíchá, na baňku se nasadí zpětný chladič délky 30-40 cm a mírně se vaří na topném hnízdě po dobu 2 hodin. Po zchladnutí reakční směsi na laboratorní teplotu se zpětný chladič promyje 20 ml teplé ( $\sim 50^\circ\text{C}$ ) 5 %  $\text{HNO}_3$  (obj. %) čistoty p.p., přičemž se roztok jímá do varné baňky. Po odstranění chladiče se obsah baňky zředí redestilovanou vodou a kvantitativně přefiltruje přes hustý, kyselinovzdorný papírový filtr do 100 ml odměrné baňky. Filtrát musí být naprosto čirý. Filtr se promyje 3 x 5 ml teplé ( $\sim 50^\circ\text{C}$ ) 5 %  $\text{HNO}_3$  a po ochlazení na laboratorní teplotu se odměrná baňka doplní 5 %  $\text{HNO}_3$  po značku. Roztok se z odměrné baňky ihned přelije do vyloužené a suché 100 ml PE lahvičky, která se dobře uzavře. Z této lahvičky se odebírají vzorky k analýze. Stejným způsobem se připraví slepé pokusy. Je přípustné provést celou výše uvedenou operaci v kádince přikryté hodinovým sklem. Minimální množství vzorku pro analýzu vyplývá z předepsaného postupu.

### **Skladování a návod k použití:**

---

CRM musí být uchováván a skladován v originálním obalu při běžných teplotách ( $5\text{-}30^\circ\text{C}$ ). Optimální je skladování v lednici nebo termostatu. Materiál se analyzuje v dodaném stavu a jeho suchá hmotnost by se měla stanovit v neanalyzovaných podílech sušením při  $105^\circ\text{C}$  do konstantní hmotnosti. Materiál v lahvičce se doporučuje před každým použitím rehomogenizovat mechanickým protřepáním obsahu. Lahvička by měla být otevřena 1-2 minuty po rehomogenizaci, aby se předešlo úniku jemných prachových částic z lahvičky a jejich usazování do okolí.

### **Certifikované a indikativní hodnoty a jejich nejistoty:**

---

Certifikované a indikativní hodnoty vyluhovatelných podílů prvků jsou uvedeny v Tabulce 1. Celkovým průměrem přijatých laboratorních průměrů byl přiřazen statut certifikovaných a indikativních hodnot při splnění následujících kritérií: data pro výpočet celkového laboratorního průměru byla získána alespoň dvěma principiálně odlišnými analytickými metodami. Certifikovaná hodnota byla odvozena minimálně z pěti přijatých souborů dat, indikativní hodnota alespoň ze tří přijatých souborů dat. V uvedených kombinovaných nejistotách dominuje příspěvek nejistoty charakterizace příslušné hodnoty vlastnosti.

**Tabulka č. 1** Certifikované a indikativní hodnoty obsahů konvenčně definovaných podílů prvků vyluhovatelných lučavkou královskou a jejich přidružené nejistoty.

Prvek	AN-ZP01		AN-ZP02	
	konc[mg/kg]	nejistota [mg/kg]	konc. [mg/kg]	nejistota [mg/kg]
As	16,6	0,9	16,0	1,0
Ba	185	7	158	7
Be	2,31	0,08	0,64	0,05
Cd	0,43	0,04	1,63	0,11
Co	18,0	0,9	27,2	1,1
Cr	46,2	2,5	68,1	2,3
Cu	29,2	1,4	22,0	1,2
Hg-výluh	(0,085)*		(0,149)*	
Hg-total	0,082	0,010	0,136	0,010
Mn	649	27	1802	70
Mo	0,49	0,08	0,75	0,07
Ni	38,3	1,9	9,75	0,57
Pb	33,6	1,4	205	8
Sb	(0,75)*		8,03	0,54
Sn	3,00	0,38	(4,65)*	
Sr	76,8	4,1	31,6	1,5
Tl	0,73	0,14	N.M.	
V	53,3	2,4	138	3
Zn	125	5	173	7

Všechny výsledky vztaženy na sušinu při 105°C  
 Nejistota - rozšířená kombinovaná nejistota (k=2)

\* Indikativní hodnota  
 N.M. Nebylo měřeno

### Chemická charakterizace matrice půd:

V tabulce č. 2 jsou uvedeny obsahy hlavních složek matrice obou zemědělských půd (přepočtené na obsah příslušných oxidů). Dále jsou připojeny hodnoty pro obsah vody, ztrátu žiháním a obsah celkového dusíku. Hodnoty uvedené v tabulce nejsou certifikovány a slouží jen pro posouzení možných interferencí při stanovení analytů, pro něž jsou uvedeny certifikované a indikativní hodnoty v tabulce č. 1 a pro výběr vhodných postupů mineralizace vzorků, mají-li být k analýze použity destrukční metody.

**Tabulka č. 2** Složení matrice CRM AN-ZP01 a AN-ZP02 (% oxidů, suchá hmotnost 105°C)

analyt	AN-ZP01	AN-ZP02
SiO <sub>2</sub>	62,10	60,30
TiO <sub>2</sub>	0,77	1,56
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	12,69	12,92
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5,25	8,33
MgO	1,20	1,62
MnO	0,085	0,263
CaO	1,61	2,07
Li <sub>2</sub> O	0,008	0,006
Na <sub>2</sub> O	0,56	2,89
K <sub>2</sub> O	2,21	0,99
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,230	0,212
H <sub>2</sub> O (105°C)	4,99	2,61
ztráta žiháním (900°C)*	8,82	6,77
celkový dusík	0,25	0,17

\* Hmotnostní frakce (%) původního materiálu ztracená při žihání na vzduchu do konstantní hmotnosti

**Upozornění:**

---

Podrobnější informace o přípravě, testování homogenity a charakterizaci těchto CRM jsou uvedeny v certifikační zprávě, která je zájemcům k dispozici na vyžádání.

**Výrobce:**

---

ANALYTIKA®, spol. s r.o.  
Oddělení referenčních materiálů  
Ke Klíčovu 2a/816  
190 00 Praha 9 – Vysočany

[www.analytika.net](http://www.analytika.net)  
[sales@analytika.net](mailto:sales@analytika.net)

Tel/Fax: +420 286 589 616

**Systémy managementu kvality společnosti ANALYTIKA®, spol. s r.o.:**

---


ČSN EN ISO 9001:2016  
ČSN EN ISO/IEC 17025:2018  
ČSN EN ISO 17034:2017

**Vedoucí oddělení Výrobce RM:**

Ing. Daniela Weissarová

Datum vydání 1. verze certifikátu: červen 2016

Datum revize certifikátu: srpen 2020

**Vedoucí výrobního střediska:**

Mgr. Mirka Petránková

Revize certifikátu: změna formátu

Verze certifikátu: 02