

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA CHEMICKÁ
ÚSTAV CHEMIE A TECHNOLOGIE OCHRANY ŽIVOTNÍHO
PROSTŘEDÍ

FACULTY OF CHEMISTRY
INSTITUTE OF CHEMISTRY AND TECHNOLOGY OF ENVIRONMENTAL PROTECTION

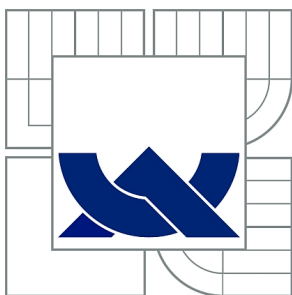
STANOVENÍ RIZIKOVÝCH PRVKŮ V PŮDÁCH S RŮZNÝM
ANTROPOGENNÍM ZNEČIŠTĚNÍM POMOCÍ SEKVENČNÍ EXTRAKČNÍ
ANALÝZY

DIPLOMOVÁ PRÁCE
MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

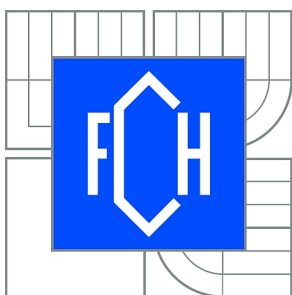
Bc. MICHAL ŽIDEK

BRNO 2012



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA CHEMICKÁ

ÚSTAV CHEMIE A TECHNOLOGIE OCHRANY
ŽIVOTNÍHO PROSTŘEDÍ

FACULTY OF CHEMISTRY

INSTITUTE OF CHEMISTRY AND TECHNOLOGY OF
ENVIRONMENTAL PROTECTION

STANOVENÍ RIZIKOVÝCH PRVKŮ V PŮDÁCH S RŮZNÝM ANTROPOGENNÍM ZNEČIŠTĚNÍM POMOCÍ SEKVENČNÍ EXTRAKČNÍ ANALÝZY

DETERMINATION OF HAZARDOUS ELEMENTS IN SOILS WITH DIFFERENT ANTHROPOGENIC
CONTAMINATION USING SEQUENTIAL EXTRACTION ANALYSIS

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. MICHAL ŽIDEK

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Mgr. HELENA DOLEŽALOVÁ
WEISSMANNOVÁ, Ph.D.

BRNO 2012



Vysoké učení technické v Brně
Fakulta chemická
Purkyňova 464/118, 61200 Brno 12

Zadání diplomové práce

Číslo diplomové práce: **FCH-DIP0668/2011** Akademický rok: **2011/2012**
Ústav: Ústav chemie a technologie ochrany životního prostředí
Student(ka): **Bc. Michal Židek**
Studijní program: Chemie a technologie ochrany životního prostředí (N2805)
Studijní obor: Chemie a technologie ochrany životního prostředí (2805T002)
Vedoucí práce **Mgr. Helena Doležalová Weissmannová, Ph.D.**
Konzultanti:

Název diplomové práce:

Stanovení rizikových prvků v půdách s různým antropogenním znečištěním pomocí sekvenční extrakční analýzy

Zadání diplomové práce:

1. Zpracování literární rešerše zaměřené na moderní aplikace sekvenčních extrakcí ke stanovení rizikových prvků v půdách
2. Provedení klasické sekvenční extrakce a BCR extrakce s půdními vzorky
3. Stanovení vybraných rizikových prvků v reálných vzorcích
4. Vyhodnocení dat a porovnání extrakčních postupů

Termín odevzdání diplomové práce: 11.5.2012

Diplomová práce se odevzdává ve třech exemplářích na sekretariát ústavu a v elektronické formě vedoucímu diplomové práce. Toto zadání je přílohou diplomové práce.

Bc. Michal Židek
Student(ka)

Mgr. Helena Doležalová Weissmannová, Ph.D.
Vedoucí práce

Doc. Ing. Josef Čáslavský, CSc.
Ředitel ústavu

V Brně, dne 15.1.2012

prof. Ing. Jaromír Havlica, DrSc.
Děkan fakulty

ABSTRAKT

Tato diplomová práce se zabývá stanovením mobility rizikových prvků v půdních vzorcích z Brna a Ostravy. Extrakce půdních vzorků byla provedena sekvenční extrakcí dle Tessiera a BCR. Byla provedena také extrakce v kyselině dusičné. Rizikové prvky byly stanoveny pomocí atomové absorpční spektrometrie. Rtuť byla stanovena pomocí atomového absorpčního analyzátoru rtuti AMA 254. Olovo, měď a zinek byly stanoveny pomocí atomové absorpční spektrometrie s plamenovou atomizací. Kadmium a vanad byly stanoveny pomocí atomové absorpční spektrometrie s elektrotermickou atomizací.

ABSTRACT

This diploma thesis deals about determination of hazardous elements and their mobility in soils from Brno and Ostrava. For extraction of soil samples was used sequential extraction by Tessier and BCR sequential extraction. Extraction by nitric acid was also used. Mercury was determined by the advanced mercury analyser AMA 254. Lead, copper and zinc were determined by the flame atomic absorption spectrometry. Cadmium and vanadium were determined by the electrotermic atomic absorption.

KLÍČOVÁ SLOVA

Rizikové prvky, Tessierova sekvenční extrakce, BCR sekvenční extrakce, půda, mobilita, rtuť, olovo, měď, zinek, kadmium, vanad, atomová absorpční spektrometrie

KEYWORDS

Hazardous elements, Tessier's sequential extraction, BCR sequential extraction, soil, mobility, mercury, lead, copper, zinc, cadmium, vanadium, atomic absorption spectrometry

ŽIDEK, M. *Stanovení rizikových prvků v půdách s různým antropogenním znečištěním pomocí sekvenční extrakční analýzy*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, 2012. XY s. Vedoucí diplomové práce Mgr. Helena Doležalová Weissmannová, Ph.D..

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci vypracoval samostatně a že všechny použité literární zdroje jsem správně a úplně citoval. Bakalářská práce je z hlediska obsahu majetkem Fakulty chemické VUT v Brně a může být využita ke komerčním účelům jen se souhlasem vedoucího diplomové práce a děkana FCH VUT.

.....
Podpis

PODĚKOVÁNÍ

Chtěl bych poděkovat vedoucí mé diplomové práce Mgr. Heleně Doležalové Weissmanové, Ph.D. za odborné rady, užitečné připomínky a trpělivost při vypracovávání této práce.

VĚNOVÁNÍ

Tuto diplomovou práci bych chtěl věnovat mé přítelkyni Lence a své nyní již bohužel zesnulé babičce Libuši.

OBSAH

1	ÚVOD	7
2	TEORETICKÁ ČÁST	8
2.1	RIZIKOVÉ PRVKY	8
2.1.1	Kontaminace půd rizikovými prvky	8
2.2	SEKVENČNÍ EXTRAKCE	11
2.2.1	Vyměnitelná frakce	11
2.2.2	Frakce vázaná na karbonáty	12
2.2.3	Frakce vázaná na oxidy železa a manganu	12
2.2.4	Frakce vázaná na organickou hmotu a sulfidy	13
2.2.5	Residuální frakce	13
2.2.6	Srovnání Tessierovy a BCR sekvenční extrakce	13
2.3	ATOMOVÁ ABSORPČNÍ SPEKTROMETRIE	14
2.3.1	Atomová absorpční spektrometrie s atomizací v plameni (F AAS)	16
2.3.2	Atomová absorpční spektrometrie s elektrotermickou atomizací (ET AAS) ..	17
2.3.3	Atomová absorpční spektrometrie pro analýzu rtuti	18
2.4	METODIKA VYHODNOCENÍ ANALYTICKÝCH DAT	18
2.4.1	Posouzení kalibrační závislosti	18
2.4.2	Výpočet meze stanovitelnosti a meze detekce	18
2.4.2.1	Mez stanovitelnosti podle IUPAC	18
2.4.2.2	Mez detekce podle IUPAC	19
2.4.2.3	Mez detekce vypočítaná z kalibrační křivky podle Grahama	19
2.4.2.4	Mez detekce vypočítaná z kalibrační křivky podle Millera	20
3	EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	21
3.1	CHARAKTERISTIKA ODBĚROVÝCH MÍST	21
3.2	PŘÍPRAVA VZORKŮ	22
3.2.1	Sušení	22
3.2.2	Sítování	22
3.3	STANOVENÍ SUŠINY PŮDY GRAVIMETRICKOU METODOU	22
3.4	STANOVENÍ PH	22
3.5	EXTRAKCE VZORKŮ	23
3.5.1	Sekvenční extrakce dle Tessiera	23
3.5.2	Sekvenční extrakce BCR	24
3.6	STANOVENÍ RTUTI	24
3.7	STANOVENÍ OLOVA, MĚDI A ZINKU	26
3.7.1	Kalibrační křivky olova, mědi a zinku	27
3.8	STANOVENÍ KADMIA A VANADU	29
3.8.1	Kalibrační křivky kadmia a vanadu	30
4	VÝSLEDKY A DISKUZE	32
4.1	STANOVENÍ PH	32
4.2	STANOVENÍ RIZIKOVÝCH PRVKŮ	33
4.2.1	Stanovení rtuti	34

4.2.1.1	Sekvenční extrakce dle Tessiera	34
4.2.1.2	Sekvenční extrakce BCR.....	35
4.2.1.3	Extrakce v kyselině dusičné	36
4.2.2	Stanovení olova	37
4.2.2.1	Sekvenční extrakce dle Tessiera	37
4.2.2.2	Sekvenční extrakce BCR.....	38
4.2.2.3	Extrakce v kyselině dusičné	39
4.2.3	Stanovení mědi	40
4.2.3.1	Sekvenční extrakce dle Tessiera	41
4.2.3.2	Sekvenční extrakce BCR.....	42
4.2.3.3	Extrakce v kyselině dusičné	42
4.2.4	Stanovení zinku	44
4.2.4.1	Sekvenční extrakce dle Tessiera	44
4.2.4.2	Sekvenční extrakce BCR.....	45
4.2.4.3	Extrakce v kyselině dusičné	46
4.2.5	Stanovení kadmia	47
4.2.5.1	Sekvenční extrakce dle Tessiera	47
4.2.5.2	Sekvenční extrakce BCR.....	48
4.2.5.3	Extrakce v kyselině dusičné	49
4.2.6	Stanovení vanadu	50
4.2.6.1	Sekvenční extrakce dle Tessiera	50
4.2.6.2	Sekvenční extrakce BCR.....	51
4.2.6.3	Extrakce v kyselině dusičné	52
4.2.7	Srovnání extrakčních postupů	53
5	ZÁVĚR.....	57
6	SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ	59
7	SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ	68

1 ÚVOD

Znečišťování životního prostředí je významným problémem na celém světě. Sledování stavu životního prostředí se tak stalo neodmyslitelnou součástí našich životů. A jsme to právě my, kdo je za současný stav životního prostředí zodpovědný. Antropogenní činností je totiž do životního prostředí vnášeno stále více a více cizorodých látek, což je způsobeno rapidním rozvojem technologií a nárůstem světové populace.

Mezi nejnebezpečnější cizorodé látky patří rizikové prvky, jež jsou nebezpečné hlavně svou perzistencí v životním prostředí, toxicitou a bioakumulací v živých organismech, což mnohdy vede k jejich zavedení do potravního řetězce, kde mohou dále škodit.

Z tohoto důvodu je nutné tyto rizikové prvky, ale i další nebezpečné látky, sledovat. Současný trend znečišťování životního prostředí by totiž mohl mít již brzy pro život na Zemi katastrofální následky.

2 TEORETICKÁ ČÁST

2.1 Rizikové prvky

S rapidním rozvojem průmyslu a ekonomiky je do životního prostředí uvolňováno stále více a více škodlivých látek. Mezi jedny z nejnebezpečnějších patří rizikové prvky, častěji bývají označovány jako těžké kovy. Znečištění půd, ovzduší a vod těmito prvky je významným problémem ve vyspělých a rozvíjejících se zemích [1-5].

Mezi nejvíce nebezpečné rizikové prvky patří kadmium, rtuť, olovo, měď, arzen, zinek, nikl, vanad, chrom, kobalt a selen. Některé rizikové prvky (kobalt, měď, železo, mangan, molybden, nikl a zinek) jsou však i přesto pro organismy nezbytnou součástí k životu, jedná se tedy o esenciální prvky. Ovšem při vyšší než optimální koncentraci se stávají i tyto esenciální prvky toxickými. U neesenciálních rizikových prvků, stejně tak jako u těch esenciálních, tedy záleží na množství (dávce), které se pro organismy stává toxickým. Kvůli vysoké toxicitě rizikových prvků, jejich perzistenci v životním prostředí, bioakumulaci a jejich mechanismům působení různými způsoby, jsou tyto prvky předmětem zájmu vědců po celém světě již mnoho let. Sledování reaktivity, toxicity a mobility rizikových prvků v půdních systémech je jedním z hlavních aspektů ochrany životního prostředí [5-11].

Chronická toxicita, tedy vystavení se těmto prvkům dlouhodobě, je obvykle způsobena přenosem rizikových prvků v potravním řetězci. Akutní toxicita, způsobená příjmem rizikových prvků dermálně, inhalací či přímým pozřením, je vzácná avšak i přesto možná. Toxicita těžkých kovů se projevuje například poškozením ledvin, jater, zažívacího traktu či nervového systému, ovšem účinky se liší v závislosti na daném prvku a jeho koncentraci [7, 12-14].

2.1.1 Kontaminace půd rizikovými prvky

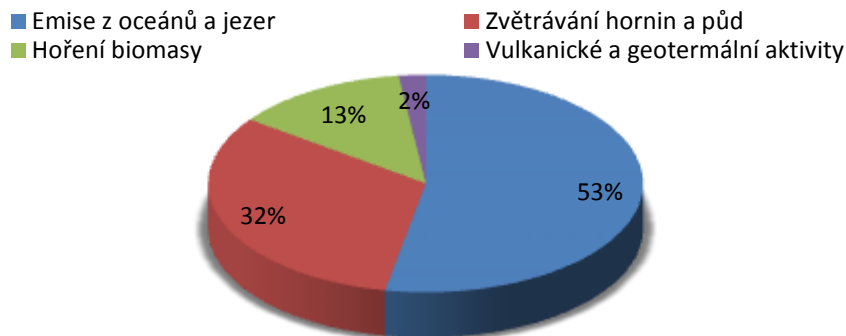
Do životního prostředí jsou tyto prvky uvolňovány především antropogenní činností. Hlavním zdrojem znečištění životního prostředí rizikovými prvky je automobilová doprava, zahrnující emise vznikající při spalování paliva, částičky opotřebovaných pneumatik či brzdových destiček, emise průmyslové výroby uvolňované do prostředí převážně elektrárnami, procesy spalování uhlí, hutním průmyslem a chemickými závody. Dalším zdrojem znečištění jsou těžba a zpracování rud, odstraňování odpadů, pesticidy a průmyslová hnojiva [12-14].

Jakmile se rizikové prvky dostanou do půdy, převážně z průmyslových hnojiv, z odpadů a z vody, začnou probíhat početné reakce. Mezi tyto reakce patří rozpouštění či srážení, adsorpce a desorpce, vytváření komplexů. Z tohoto tedy vyplývá, že rizikové prvky mají tendenci akumulovat se v půdě, buď transportem na dlouhé vzdálenosti, nebo imobilizací rozpuštěných forem rizikových prvků. Z půdy se pak těžké kovy mohou dostat opět do povrchových či podzemních vod nebo se mohou stát dostupnými pro rostliny [8, 14, 15].

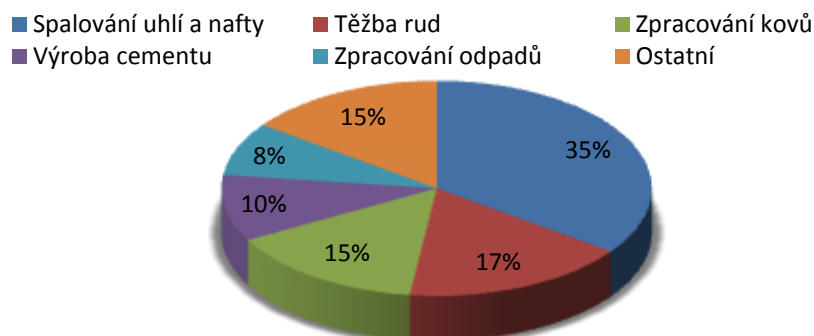
Jedním z nejnebezpečnějších rizikových prvků je rtuť, jejíž množství v životním prostředí je od tragické události v padesátých letech v japonském městě Minamata, kde byli obyvatelé zasaženi toxickým účinkem methylrtuti obsažené v rybách, pečlivě sledováno. Hlavní nebezpečí rtuti spočívá v její těkavosti a schopnosti transformace elementární rtuti na mnohem toxičtější a mobilnější organickou formu (methylrtuť) [16-18].

Přítomnost rtuti v životním prostředí vychází ze dvou hlavních zdrojů, kterými jsou přírodní procesy a antropogenní činnost. Výskyt rtuti v přirozeném stavu je vzácný, vyskytuje

se hlavně ve formě sulfidových komplexů se zinkem, železem a jinými kovy. Hlavními zdroji kontaminace rtuť přírodními procesy jsou emise z oceánů a jezer, zvětrávání hornin a půd, hoření biomasy a vulkanické a geotermální aktivity. Hlavními zdroji znečišťování životního prostředí rtuť antropogenními procesy jsou spalování ropy a uhlí, těžba rud, zpracování kovů, zpracování odpadů, výroba cementu a další činnosti. Zhruba 70-80 % emisí rtuť pochází z antropogenní činnosti. Asi 45 % z těchto emisí se vyskytuje v ovzduší, dalších 7 % se dostává do vody a 48 % této rtuť proniká do půdy. Vyjádření zastoupení jednotlivých procesů podílejících se na znečištění životního prostředí rtuť v procentech je uvedeno v grafu 1 a 2 [16, 19-21].

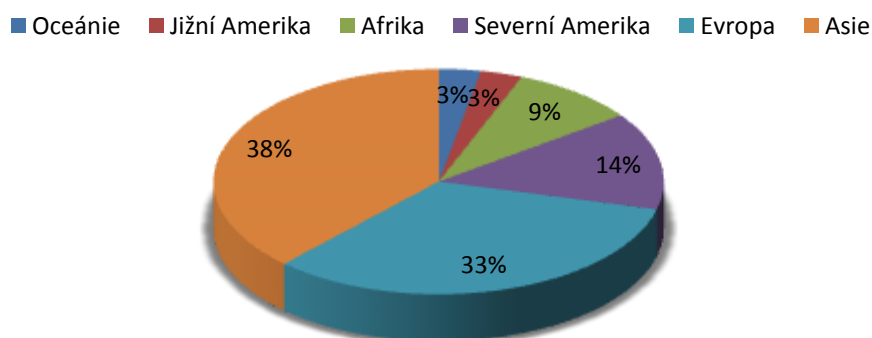


Graf 1: Procentuální zobrazení znečištění životního prostředí rtuť přírodními procesy (včetně reemisí rtuť z antropogenní činnosti) [20]

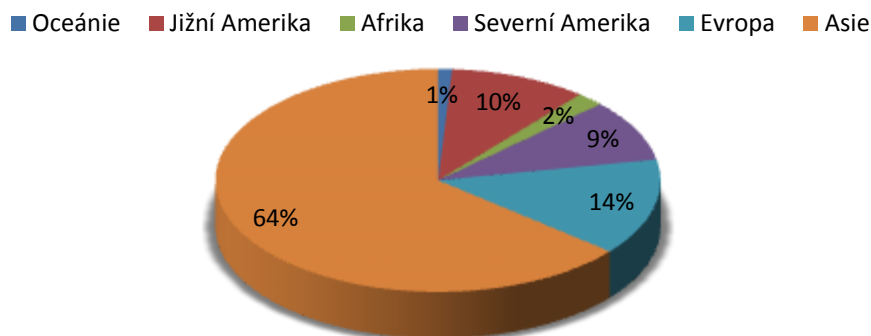


Graf 2: Procentuální zobrazení znečištění životního prostředí rtuť antropogenní činností [20]

Produkce emisí rtuť antropogenní činností však celosvětově klesá s výjimkou Asie, jak dokazují grafy 3 a 4. Například ve velké Británii klesla produkce těchto emisí od roku 1970 o 89 % [22].



Graf 3: Procentuální zobrazení produkce emisí rtuti jednotlivými kontinenty v roce 1990 [20]



Graf 4: Procentuální zobrazení produkce emisí rtuti jednotlivými kontinenty v roce 2007 [20]

Dalším nebezpečným rizikovým prvkem je olovo, které se v lidském těle akumuluje po celý život, zvláště nebezpečné je pak pro děti. Olovo je používáno již více než 5000 let, využívá se v různých výrobních procesech. Hlavním antropogenním zdrojem znečištění životního prostředí olovem je jeho přidávání jako aditivum do benzínu a výroba barev na bázi olova. Olovo se začalo do benzínu přidávat jako aditivum ve dvacátých letech 20. století, od roku 1986 však začala výrazná redukce přidávání olova do benzínu. Během této doby bylo použito 5-6 t olova jako aditivum, zhruba 75 % tohoto olova bylo uvolněno do atmosféry. V roce 1996 bylo využívání olova k tomuto účelu v USA úplně zakázáno, stejně jako v Evropě a Kanadě. Nicméně řada zemí jako Čína, Rusko a některé další země jej stále využívají. K výrobě barev bylo olovo používáno od roku 1884 do roku 1978, výsledkem tohoto užívání bylo uvolnění 4-5 t olova do atmosféry. Dalším zdrojem znečištění olovem je produkce průmyslových hnojiv a pesticidů, těžba a zpracování rud [19, 23-27].

Měď patří mezi ty rizikové prvky, které jsou na jedné straně velmi důležité pro živé organismy, na druhé straně jsou však při vyšších koncentracích vysoce toxické. Měď se do životního prostředí dostává zvětráváním hornin nebo antropogenní činností převážně z průmyslových hnojiv, fungicidů, algicidů, těžbou rud a také korozí vodovodních sítí pro pitnou vodu. Poslední zmíněný způsob kontaminace představuje vážný problém, z tohoto důvodu je nutné sledovat množství mědi v pitné vodě [28, 29].

Mezi rizikové prvky, které jsou zároveň esenciální, patří zinek, který je druhým nejhojněji se vyskytujícím prvkem v lidském těle. Ten se také velmi často vyskytuje v životním prostředí. Zpracování rud zinku a jeho následné uvolnění do životního prostředí, bývá často doprovázeno také znečištěním kadmii, jelikož například v sulfidu zinečnatém je obsah kadmia 0,1-5 % a někdy i více. Kromě těžby rud, jejich zpracování a dalších průmyslových odvětví je zdrojem znečištění životního prostředí používání průmyslových hnojiv a pesticidů [30-34].

Mezi nejnebezpečnější rizikové prvky v potravním řetězci patří kadmium, které patří také mezi nejmobilitnější rizikové prvky. Jak již bylo zmíněno výše, kadmium v životním prostředí doprovází zinek a jeho sloučeniny. Do životního prostředí se pak dostává hlavně vlivem antropogenní činnosti převážně průmyslových procesů, zavlažováním odpadními vodami a používáním fosfátových hnojiv. Poměr emisí kadmia z antropogenních zdrojů a kadmia z přírodních zdrojů je asi 7:1. Stejně jako rtuť je kadmium velmi nebezpečné pro vodní

ekosystémy, kde dochází k jeho akumulaci. Kadmium je také považováno za potenciální karcinogen, jeho poločas rozpadu v lidském těle je asi dvacet let [35-40].

Vanad je dalším z řady nebezpečných rizikových prvků, který je zároveň esenciálním prvkem. V přírodě se vyskytuje ve více než 120 známých minerálech. Je obsažen také v černém uhlí, kde se jeho obsah pohybuje od 0,007 do 0,34 %. Vyskytuje se i v ropě, kde je jeho obsah od 0,034 do 0,12 % v závislosti na oblasti těžby. Vanad je jedním z mála prvků, který není globálním problémem znečištění životního prostředí, ale ve velkoměstech a průmyslových oblastech je jeho výskyt nebezpečným problémem. Antropogenní činností se vanad do životního prostředí dostává hlavně spalováním fosilních paliv a z různých průmyslových odvětví [41-44].

2.2 Sekvenční extrakce

Sekvenční extrakce jsou široce využívány pro zkoumání pevných matic, jako jsou půdy, sedimenty, kaly, popílky a atmosférické částice. Tyto extrakce poskytují informace o původu, potenciální mobilitě, biodostupnosti a transportu rizikových prvků v životním prostředí. Většina předchozích studií se omezovala pouze na určení celkového množství rizikových prvků v pevné matici, ovšem určení celkové koncentrace nepodává adekvátní informace o biodostupnosti či potenciální toxicitě. Sekvenční extrakce ve své podstatě simuluje procesy, které běžně probíhají v přírodě, jako je acidifikace, redukce v podloží půdy nebo oxidace ve svrchních částech půdy. K tomuto účelu slouží různá extrakční činidla, ve kterých jsou pevné matrice vyluhovány. Extrakce těmito činidly je prováděna postupně od nejslabších až po ta nejsilnější extrakční činidla. Tyto procesy však neinformují o kinetice uvolňování rizikových prvků z pevné matrice během přírodních procesů, nýbrž mohou poskytovat informace o celkovém množství rizikových prvků, které je potenciálně dostupné za specifických environmentálních podmínek [45-51].

Pro stanovení mobility rizikových prvků byla vyvinuta celá řada typů sekvenčních extrakcí. Počet jednotlivých kroků v těchto typech sekvenčních extrakcí je značně různorodý, některé se skládají ze tří kroků [52], jiné ze čtyř kroků [53], další z pěti [54], ze šesti kroků [55] ze sedmi kroků [56] či dokonce z osmi kroků [57]. Nejčastěji používanými modely sekvenční extrakce jsou Tessierova, složená z pěti kroků a sekvenční extrakce vytvořená Evropskou komisí v programu nazvaném Standards, Measurement and Testing Programme, formálně je tato sekvenční extrakční metoda nazvána BCR (Bureau Community of Reference), používá se v různých modifikacích a je složená ze tří kroků [45, 46, 48, 51, 58].

Reaktivita nebo mobilita rizikových prvků v půdách, sedimentech či jiných materiálech a jejich potenciální toxicita závisí na fázi, ve které je rizikový prvek obsažen, a kterým fyzikální a chemickým procesům tyto fáze podléhají. Sekvenční extrakce rozděluje rizikové prvky do pěti definovaných geochemických frakcí, kterými jsou frakce vyměnitelná, vázaná na karbonáty (vodou a kyselinou rozpustná), vázaná na oxidy železa a manganu (redukovatelná), vázaná na organickou hmotu a sulfidy (oxidovatelná) a nakonec residuální. Pro každou z těchto frakcí se používají různá extrakční činidla [56, 59-61].

2.2.1 Vyměnitelná frakce

V této frakci jsou vyextrahovány rizikové prvky, které jsou slabě sorbovány na povrchu půd relativně slabými elektrostatickými interakcemi a mohou být z tohoto povrchu uvolněny iontovou výměnou. Extrakční činidla, která se v této frakci používají, bývají elektrolyty

ve vodném roztoku, jako jsou soli silných kyselin a bází nebo soli slabých kyselin a bází při pH 7 [56, 59, 60].

Nejčastějším činidlem je $1 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ chlorid hořečnatý (MgCl_2), který kombinuje poměrně silnou iontovou výměnou kapacitu Mg^{2+} se slabou schopností tvorby komplexů Cl^- . Toto činidlo neatakuje organickou složku, křemičitany ani sulfidy, ale mírně rozpouští karbonáty [56,59,60].

Pro získání vyměnitelné frakce se také hojně využívá octanů, nejčastěji $1 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ octan amonný ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$), bivalentní kation může být více efektivní při iontové výměně, ale monovalentní kation NH_4^+ podporuje nahrazení iontů v mezivrstvě. Komplexy rizikových prvků s octanovými ionty jsou méně stabilní než chloridové, což může vést ke zpětné adsorpci či k vysrážení extrahovaného prvku, také proto řada autorů používá pro extrakci $0,01 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ octan amonný [59].

Tabulka 1: Extrakční činidla používaná pro získání vyměnitelné frakce [59]

Extrakční činidlo	Koncentrace [$\text{mol}\cdot\text{l}^{-1}$]	pH
Chlorid hořečnatý [MgCl_2]	1,00	7,00
Octan amonný [$\text{CH}_3\text{COONH}_4$]	1,00	7,00
	1,00	8,00
	0,01	7,00
Chlorid barnatý [BaCl_2]	1,00	7,00
Dusičnan hořečnatý [$\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$]	1,00	7,00
	0,50	7,00
Chlorid vápenatý [CaCl_2]	0,10	7,00
	0,01	7,00
Dusičnan draselný [KNO_3]	1,00	7,00
Dusičnan vápenatý [$\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$]	0,10	7,00
Chlorid amonný [NH_4Cl]	1,00	7,00
Dusičnan amonný [NH_4NO_3]	1,00	7,00

2.2.2 Frakce vázaná na karbonáty

Tato frakce je velmi citlivá na změnu pH, k uvolňování kovů dochází za pH blízkého 5, z čehož vyplývá, že k uvolňování kovů v životním prostředí probíhá již za slabě kyselých podmínek. Proto je tato frakce nejnebezpečnější pro životní prostředí. Jsou v ní rozpouštěny karbonáty, rozpouští však částečně i oxidy a hydroxidy. Nejčastěji používaným extrakčním činidlem je $1 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ octan sodný v kyselině octové [59-62].

2.2.3 Frakce vázaná na oxidy železa a manganu

Oxidy železa a manganu na sebe pevně váží ionty kovů. Nejlepší extrakční činidla redukovatelné frakce schopná uvolnit veškeré množství rizikových prvků vázaných v této frakci v sobě kombinují redukovatelnou složku a ligand, které jsou schopné zadržet ionty v rozpuštěné formě. Efektivita těchto činidel je závislá na redukčním potenciálu a schopnosti atakovat různé krystalické formy oxidů a hydroxidů železa. Toto rozpouštění může být provedeno v jednom, ve dvou nebo ve třech krocích a oddělovat amorfni a krystalické oxidy

železa a manganu. Nejčastěji používanými činidly jsou hydroxylamin hydrochlorid, kyselina šťavelová nebo disířičitan vápenatý [56, 59-62].

2.2.4 Frakce vázaná na organickou hmotu a sulfidy

Rizikové prvky mohou být obsaženy v mnoha formách organické hmoty včetně živých organismů. V půdách a sedimentech představují organickou hmotu hlavně polymerní materiály známé jako huminové sloučeniny, dalšími méně zastoupenými složkami organické hmoty jsou pak cukry, peptidy, proteiny, aminokyseliny a tuky [59, 62].

Za oxidačních podmínek mají organické materiály tendenci degradovat, což vede k uvolnění nasorbovaných rizikových prvků. Použitím extrakčních činidel s oxidačními vlastnostmi dochází také k uvolnění rizikových prvků ze sulfidů. Nejčastěji používanými extrakčními činidly jsou peroxid vodíku a chlornan sodný [59].

Peroxid vodíku je používán ve zředěné kyselině dusičné, aby se zabránilo tvorbě oxidů železa či manganu. Tento proces je prováděn za teploty kolem 85 °C po několik hodin. Během této reakce někdy nastává readsorpce uvolněných rizikových prvků. Proto se po extrakci peroxidem vodíku používá ještě extrakce slabým komplexotvorným rozpouštědlem, jako je například octan amonný ve zředěné kyselině dusičné. Oxidace peroxidem však úplně neničí organickou hmotu a sulfidy jen částečně rozpouští [56, 59, 62].

2.2.5 Residuální frakce

Tato frakce se získává extrakcí silnými kyselinami, jako je kyselina fluorovodíková (HF), kyselina chloristá (HClO₄), kyselina chlorovodíková (HCl) a kyselina dusičná (HNO₃). Prvky jsou uvolňovány z krystalických mřížek pevných matic [59, 62].

2.2.6 Srovnání Tessierovy a BCR sekvenční extrakce

Tessierova sekvenční extrakce byla původně navržena pro stanovení množství rizikových prvků vázaných v rozdílných frakcích půd a sedimentů za různých environmentálních podmínek, jako byla změna pH či redoxního potenciálu. Tato extrakce byla později použita pro určení zdroje kontaminace [63], při určení kvality vody [64] a dále například pro zjištění vazebného chování rizikových prvků [65]. BCR sekvenční extrakce byla několik let poté zavedena pro standardizaci metodiky sekvenční extrakce mezi laboratořemi a s tím bylo spojeno i zavedení certifikovaných materiálů. Tato metodika byla primárně zavedena pro stanovení mobility a biodostupnosti rizikových prvků [47, 48, 56, 59].

Tessierovou extrakcí se získá pět frakcí, kterými jsou vyměnitelná, vázaná na karbonáty, vázaná na oxidy železa a manganu, vázaná na organickou hmotu a sulfidy a nakonec frakce residuální. BCR sekvenční extrakce spojuje první a druhou frakci do jedné a residuální frakce není součástí této metodiky, ale doporučuje se provádět v lučavce královské. Extrakční činidla pro jednotlivé frakce obou metod jsou uvedena v tabulce 2 a 3 [48, 50].

Tabulka 2: Sekvenční extrakce dle Tessiera

Extrakční krok	Extrakční činidlo	Frakce
1	1 mol·l ⁻¹ MgCl ₂ (pH 7)	Vyměnitelná
2	1 mol·l ⁻¹ CH ₃ COONa (pH 5)	Vázaná na karbonáty
3	0,04 mol·l ⁻¹ NH ₂ OH·HCl ve 25 % CH ₃ COOH (pH 2)	Vázaná na oxidy železa a manganu
4	0,02 mol·l ⁻¹ HNO ₃ + 30 % H ₂ O ₂ následně CH ₃ COONH ₄ ve 20 % HNO ₃	Vázaná na organickou hmotu a sulfidy
5	HF	Residuální

Tabulka 3: Sekvenční extrakce BCR

Extrakční krok	Extrakční činidlo	Frakce
1	0,11 mol·l ⁻¹ CH ₃ COOH	Vyměnitelná, vodou a kyselinou ředitelná
2	0,5 mol·l ⁻¹ NH ₂ OH·HCl (pH 2)	Redukovatelná
3	8,8 mol·l ⁻¹ H ₂ O ₂ následně 1 mol·l ⁻¹ CH ₃ COONH ₄ (pH 2)	Oxidovatelná
4 ¹	3 HCl + HNO ₃	Residuální

2.3 Atomová absorpční spektrometrie

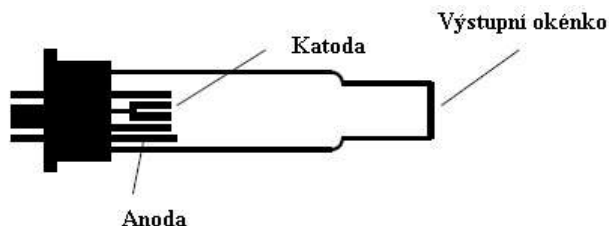
Atomová absorpční spektrometrie patří mezi kvantitativní analytické metody, dále se dělí na atomovou absorpční (AAS), atomovou emisní (AES) a atomovou fluorescenční (AFS) spektrometrii a další. Tyto metody využívají absorpci elektromagnetického záření volnými atomy prvků v plynném stavu [66-69].

Atomová absorpční spektrometrie se používá k měření více než 60 prvků. Je to jednoduchá a levná metoda. Má dostatečnou citlivost pro měření i při nízkých koncentracích. Atomový absorpční spektrometr se skládá ze zdroje záření, atomizátoru, disperzního prvku, detektoru a zařízení pro zpracování signálu, tedy počítače [66-69].

Jako zdroje záření se nejčastěji používají výbojky s dutou katodou (HCL), schéma této výbojky je na obrázku 1. Tyto výbojky jsou vyrobeny ze skla a mají tvar válce. Na konci

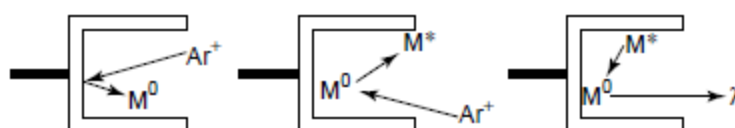
¹ Použití lučavky královské není samostatným krokem BCR sekvenční extrakce, pro kontrolu se ale doporučuje provést na residuu a zároveň na samotném vzorku. [61]

je výstupní okénko většinou z křemene. Jsou naplněny inertním plynem, buď argonem, nebo neonem za nízkého tlaku kolem 100 Pa [66-69].



Obrázek 1: Schéma výbojky s dutou katodou [69]

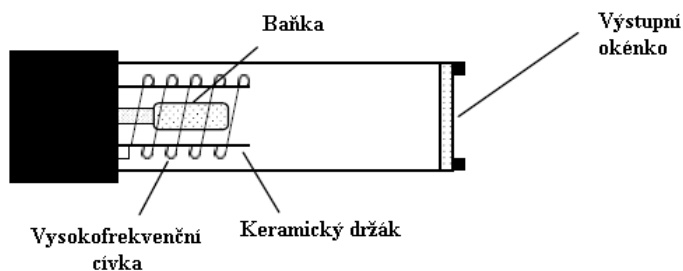
Tento plyn hraje důležitou roli při emisních procesech. Jakmile je lampa zapnuta, začnou atomy argonu podléhat ionizaci. Pozitivně nabitě ionty argonu (Ar^+) začnou narážet do katody, díky silné přitažlivosti jejich pozitivního náboje ke katodě. Prudký kontakt iontů argonu s vnitřním povrchem katody způsobí rozprašování, tedy přechod pevné fáze vzorku do plynné fáze. Dodatečné kolize iontů argonu s plynnou fází kovových iontů (M^0) způsobí přechod těchto iontů do excitovaného stavu (M^*), ze kterého se po emitování záření (λ) vracejí zpět do základního stavu, jak naznačuje obrázek 2 [66-69].



Obrázek 2: Ionizace argonu uvnitř výbojky s dutou katodou [71]

Výbojky s dutou katodou musí obsahovat prvek, který se má měřit. Záření emitované výbojkou s dutou katodou se skládá z čárových spekter všech atomů obsažených v daném vzorku. K izolování potřebného spektra slouží monochromátor [66, 67, 69].

Dalším často používaným zdrojem záření jsou bezelektrodové výbojky (EDL), schéma této výbojky je na obrázku 3. V těchto lampách není žádná katoda ani anoda. Uvnitř je malá uzavřená křemenná trubice, která je umístěna v cívce z důvodu vytvoření radiofrekvenčního pole. Trubice je tak indukčně spojena s radiofrekvenčním polem, vzniklá energie ionizuje argon uvnitř trubice. Ten se pak sráží s atomy kovu a způsobuje jejich přechod do excitovaného stavu. Tato trubice obsahuje měřený prvek nebo jeho sůl a argon za nízkého tlaku. Výhodou bezelektrodových výbojek je, že jsou schopné produkovat mnohem intenzivnější spektra než výbojky s dutou katodou. Jsou tak užitečnější pro stanovení prvků, jejichž spektra mají při použití výbojek s dutou katodou malou intenzitu [66-69].



Obrázek 3: Schéma bezelektrodové výbojky [69]

Důležitou součástí každého přístroje atomové absorpční spektrometrie je atomizátor, který slouží k účinnému převedení stanovovaného prvku z roztoku vzorku do plynného stavu. Atomizace se provádí buď v plameni, nebo elektrotermicky [66-69].

Typický plamenový atomizátor obsahuje zmlžovač, mlžnou komoru a laminární plamen z vhodné směsi plynů o délce 5 nebo 10 cm, podle použité směsi plynů. Nejčastěji využívanou směsí plynů je acetylén se vzduchem, teplota plamene se pohybuje kolem 2000 °C. Pro hliník a chróm, které v tomto plameni tvoří odolné oxidy a tudíž jejich atomizace není dostačující, se používá směs oxidu dusného a acetylénu o teplotě plamene kolem 3000 °C. Rychlost nasávání vzorku je dána tlakem způsobeným oxidovadlem. Vzorek pak prochází zmlžovačem rychlostí asi 5 ml·min⁻¹, nutností pro stabilní signál je nasávání po několik vteřin. Ze zmlžovače již vzorek vychází ve formě aerosolu s širokou škálou velikostí kapiček, poté je smíchán v mlžné komoře s palivovým plynem a pokračuje do hořáku, kde proběhne atomizace vzorku. Protože je vzorek v mlžné komoře smíchán s palivovým plynem, část vzorku je ztracena. Další část vzorku je ztracena při samotné atomizaci, kdy se v plameni tvoří oxidy či jiné sloučeniny [68, 70, 71].

Pro elektrotermickou atomizaci se využívají kyvety z elektricky vodivých materiálů, nejpoužívanější jsou grafitové kyvety. K atomizaci dochází elektrickým ohřevem těchto kyvet. Ty musí být chráněny před termální oxidací vzduchem, což je zajištěno průtokem inertního plynu uvnitř a vně kyvety, tímto plynem je vysoce čistý argon [66-68, 70, 71].

Samotná atomizace probíhá po nadávkování vzorku o objemu 5-50 µl do kyvety. Atomizace je dosahováno ve třech krocích. V prvním kroku je vzorek sušen při teplotě kolem 110 °C. Ve druhém kroku probíhá spalování za teploty 350-1200 °C, při této teplotě jsou organické materiály přeměněny na oxid uhličitý a vodní páru a anorganické materiály jsou odpařovány. Tyto plyny jsou odnášeny průtokem inertního plynu. Ve třetím kroku je vzorek atomizován rapidním zvýšením teploty na 2000-3000 °C [66-68, 70, 71].

Elektrotermická atomizace poskytuje mnohonásobně lepší detekční limity než plamenová atomizace. Další výhodou je potřeba jen velmi malého množství vzorku. Nevýhodou je však vysoká cena a délka měření, která je ve srovnání s plamenovou atomizací vyšší [68, 69].

Jako disperzní prvek se při atomové absorpční spektrometrii používá monochromátor. Jenž má za úkol izolovat potřebné čárové spektrum. Jeho konstrukce je hlavně Czerny-Turner [72].

K detekci záření se využívá hlavně fotonásobič, což je skleněná baňka s fotokatodou a se sérií dynod. Tento typ detektoru je při měření dostatečně citlivý a rychlý [68].

2.3.1 Atomová absorpční spektrometrie s atomizací v plameni (F AAS)

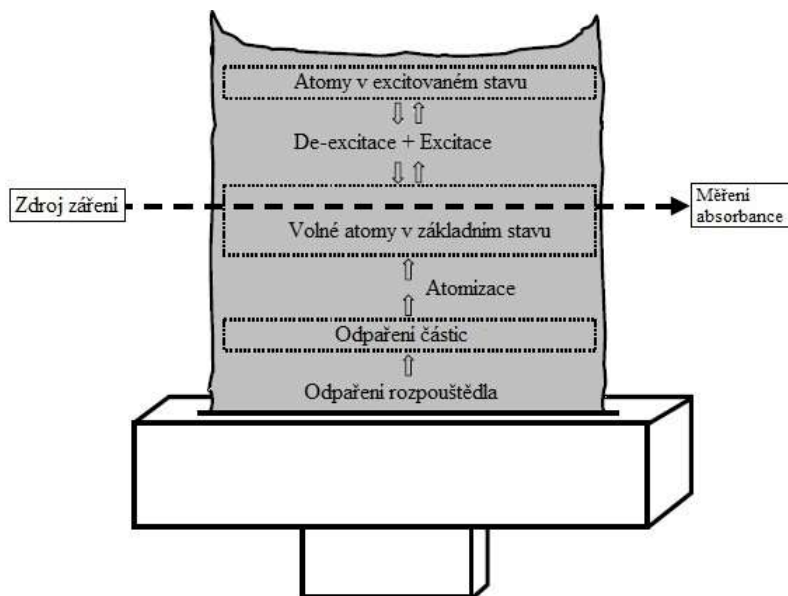
Plamenová atomová absorpční spektrometrie je jednou z nejstarších metod atomizace vzorku. Je to levná a jednoduchá metoda, ve které je vzorek zmlžován v mlžné komoře a výsledný aerosol jde se směsí palivového plynu a oxidantu do vhodného hořáku, kde proběhne atomizace [66].

Nejčastěji používanou směsí plynů je acetylén a vzduch, další možné kombinace jsou uvedeny v tabulce 4. Hořáky jsou šěrbinové a jsou vyráběny z tepelně odolných materiálů například z nerezů či titanu, rozměry hořáků pro jednotlivé směsi plynů jsou taktéž uvedeny v tabulce 4 [66].

Tabulka 4: Používané směsi palivových plynů a oxidantů a parametry hořáků [71]

Palivový plyn	Oxidant	Teplota plamene [°C]	Rozměr štěrbinu hořáku – délka a šířka [mm]
Propan	Vzduch	1700-1900	100 x 1,5
Acetylén	Vzduch	2100-2400	100 x 0,5
Vodík	Vzduch	2000-2100	100 x 1,5
Acetylén	Oxid dusný	2600-2800	50 x 0,5
Acetylén	Kyslík	3050-3150	-

Po vstupu aerosolu do plamene začne probíhat řada procesů. Nejprve dojde k odpaření aerosolu, pak následuje odpaření částic, po kterém dochází k atomizaci. Volné atomy jsou v základním stavu, potom nastává jejich excitace, kdy se dostávají do excitovaného stavu. Z tohoto stavu se de-excitací vrací zpět na základní hladinu. Tento proces je vyobrazen na obrázku 4 [66].



Obrázek 4: Procesy probíhající při atomizaci v plameni [66]

2.3.2 Atomová absorpční spektrometrie s elektrotermickou atomizací (ET AAS)

Tato metoda využívá k atomizaci grafitové kyvety vyhřívané odporově elektrickým proudem. Vzorek je nanášen na stěnu kyvety, nebo na platformu uvnitř kyvety, která umožňuje zpoždění teplotního přechodu vzorku. Nezbytnou součástí měření je patřičná optimalizace teplotního programu, jenž byl zmíněn již výše. V atomové absorpční spektrometrii s elektrotermickou atomizací dochází k úplné atomizaci nadávkovaného vzorku, jehož dávkované množství je jen několik málo μl [68].

2.3.3 Atomová absorpční spektrometrie pro analýzu rtuti

Pro analýzu rtuti se využívá jednoúčelový atomový absorpční spektrometr AMA 254. Tento model je české výroby a jeho největší výhodou je měření kapalných či pevných vzorků bez nutnosti jejich jakékoli úpravy. Spektrometr využívá principu generování par kovové rtuti tepelným rozkladem vzorku ve spalovací trubici s následným zachycením a zakoncentrováním na zlatém amalgamátoru, opětovným tepelným vypuzením a detekcí. Tímto je dosaženo vysoké citlivosti bez závislosti na matici. Nosným plynem je kyslík. Dávkovaný vzorek má objem 100-500 μl nebo váhu zhruba 300 mg. Orientační mez detekce je 0,01 ng rtuti [73].

2.4 Metodika vyhodnocení analytických dat

Pro vyhodnocení experimentálních dat se nejčastěji využívá lineární kalibrační závislost. Statistické zpracování dat se u nás provádí dle české státní normy ČSN ISO 8466-1, která popisuje veškeré kroky nutné pro hodnocení statistických charakteristik lineární kalibrační funkce [74-76].

2.4.1 Posouzení kalibrační závislosti

Ze zákona o rozdělení chyb vyplývá, že pro každou hodnotu x existuje konfidenční interval (interval spolehlivosti) pokrývající skutečnou hodnotu y . Krajiní body tohoto intervalu leží na dvou hyperbolických obloucích (meze intervalu spolehlivosti) mezi nimiž lze očekávat skutečnou kalibrační funkci pro úroveň významnosti α , která se určí pomocí kvantilu t -rozdělení podle Studenta [74-76].

Horní mez intervalu spolehlivosti:

$$UCL = \frac{y-a}{b} + \frac{s_{y_1} \cdot t}{b} \cdot \sqrt{\frac{1}{N} + \frac{1}{n} + \frac{y-\bar{y}}{b^2 \cdot \sum_{i=1}^N x_i - \bar{x}^2}} \quad (2.4.1)$$

V rovnici t vyjadřuje kvantil t -rozdělení podle Studenta.

Dolní mez intervalu spolehlivosti:

$$LCL = \frac{y-a}{b} - \frac{s_{y_1} \cdot t}{b} \cdot \sqrt{\frac{1}{N} + \frac{1}{n} + \frac{y-\bar{y}}{b^2 \cdot \sum_{i=1}^N x_i - \bar{x}^2}} \quad (2.4.2)$$

2.4.2 Výpočet meze stanovitelnosti a meze detekce

2.4.2.1 Mez stanovitelnosti podle IUPAC

Mez stanovitelnosti (Limit of quantification - LOQ) je podle IUPAC definována jako nejnižší množství nebo koncentrace, kterou můžeme ještě danou metodou stanovit s určitou pravděpodobností. Mez stanovitelnosti je vyjádřena vztahem:

$$LOQ = \frac{10 \cdot s_{BL}}{S} \quad (2.4.3)$$

V rovnici S označuje citlivost, která je dána směrnici kalibrační křivky a s_{BL} je směrodatná odchylka signálu slepého pokusu (blanku), což je desetinásobné proměření signálu slepého pokusu [74].

2.4.2.2 Mez detekce podle IUPAC

Mez detekce (Limit of detection – LOD) podle IUPAC je definována jako absolutní množství či koncentrace analytu, která poskytuje signál rovný trojnásobku směrodatné odchylky signálu pozadí. Tato mez detekce je vyjádřena vztahem:

$$LOD = X_{3\sigma} = \frac{3 \cdot s_{BL}}{S} \quad (2.4.4)$$

Stejně jako u meze stanovitelnosti označuje v rovnici S citlivost, která je dána směrnici kalibrační křivky a s_{BL} je směrodatná odchylka signálu slepého pokusu (blanku), což je desetinásobné proměření signálu slepého pokusu [74].

2.4.2.3 Mez detekce vypočítaná z kalibrační křivky podle Grahama

Hodnocení analytických metod podle normy ČSN ISO 8466-1 bylo doplnkem rozšířeno o elegantní využití informací získaných při měření kalibrace pro vyčíslení detekčního limitu testované metody bez dalších doplňujících měření [74-76].

Běžně používané metody určení detekčního limitu často ignorují závislost odezvy měřicího přístroje na koncentraci analytu ve vzorku. Základním předpokladem popisované metody je lineární odezva měřicího přístroje až k téměř nulové koncentraci analytu v měřeném vzorku. Vzhledem k tomu, že tento předpoklad nemusí být vždy dopředu úplně splněn, je třeba pro zajištění dostatečné věrohodnosti výsledků změřit odezvu ve vzorcích s tak nízkou koncentrací, jak je to jen možné [74-76].

Detekční limit metody X_D představuje koncentraci analytu, jež nemůže být statisticky rozlišena od koncentrace nulové. S využitím výše uvedených statistických výpočtů lze X_D nalézt jako koncentraci, jejíž dolní mez intervalu spolehlivosti na dané hladině statistické významnosti je právě rovna nule. Takto nalezený detekční limit včetně příslušných mezí intervalu spolehlivosti chrání před chybou prvního druhu, což je přijetí hypotézy, že analyt je přítomen, když ve skutečnosti přítomen není. Bývá označován jako X_D^α [74-76].

$$HMIS = LLCI \quad X_D^\alpha = 0 = X_D^\alpha - \frac{s_{y_1} \cdot t}{b} \cdot \frac{1}{N} + \frac{1}{n} + \frac{y - \bar{y}}{b^2 \cdot \frac{N}{i=1} x_i - \bar{x}^2} \quad (2.4.5)$$

Ochranu před chybou druhého druhu, což je přijetí hypotézy, že analyt je nepřítomen, když ve skutečnosti přítomen je, poskytuje detekční limit metody označovaný jako X_D^β , pro nějž platí, že jeho dolní mez intervalu spolehlivosti je totožná s horní mezí intervalu spolehlivosti X_D^α [74-76].

$$DMIS \quad X_D^\beta = ULCI \quad X_D^\alpha = X_D^\alpha + \frac{s_{y_1} \cdot t}{b} \cdot \frac{1}{N} + \frac{1}{n} + \frac{y - \bar{y}}{b^2 \cdot \frac{N}{i=1} x_i - \bar{x}^2} \quad (2.4.6)$$

Hodnoty detekčních limitů X_D^α a X_D^β se získají z těchto rovnic pomocí funkce Analýza hypotéz, respektive Hledání řešení v programu Microsoft Excel.

2.4.2.4 Mez detekce vypočítaná z kalibrační křivky podle Millera

Tento způsob je elegantní využití informací získaných při kalibraci pro vyčíslení detekčního limitu testované metody bez dalších doplňujících měření. V podstatě se jedná o metodu tři sigma (IUPAC), která ovšem využívá informací získaných z kalibrační křivky, tzn., že se nemusí desetkrát proměřovat blank (systém, který neobsahuje analyt). Nejdříve se musí vypočítat regresní rovnice kalibrační křivky. Ze které se odečte úsek y_B , který kalibrační křivka vytíná na ose y , k tomuto úseku se poté přičte trojnásobek směrodatné odchylky rozptylu bodu kolem kalibrační křivky, která se dá vypočítat za použití funkce STEYX

v programu Microsoft Excel nebo ze vzorce:

$$s_{y/x} = \frac{\overline{y_i - y'_i}}{n-2} \quad (2.4.7)$$

Celkový vzorec pro vypočet úseku na ose y je:

$$y = y_B + 3 \cdot s_{y/x} \quad (2.4.8)$$

Tato rovnice se poté dosadí zpět do regresní rovnice a po vyjádření x se vypočítá detekční limit [74-76].

3 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

Pro stanovení rizikových prvků v půdách sekvenční extrakční analýzou bylo použito 12 vzorků, z nichž jedna polovina pocházela z Brna a druhá z Ostravy, odběrová místa jsou zobrazena v tabulce 5. Jednalo se o lokality s různým stupněm zatížení rizikovými prvky. Vzorky byly odebrány v loňském roce diplomanty UCHTOZP, FCH VUT v Brně ročníku 2010/2011. Rizikové prvky byly podrobeny sekvenční extrakci dle Tessiera a modifikované sekvenční extrakci BCR, navíc byly vzorky ještě extrahovány ve $2 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ kyselině dusičné. Následně byly vybrané rizikové prvky (rtuť, olovo, měď, zinek, kadmium, vanad) stanoveny pomocí atomové absorpční spektrometrie. Olovo, zinek a měď byly stanoveny pomocí atomové absorpční spektrometrie s atomizací v plameni (SpectraAA 30), rtuť pomocí atomového absorpčního analyzátoru rtuti (AMA 254), kadmium a vanad byly stanoveny pomocí atomové absorpční spektrometrie s elektrotermickou atomizací (AAS ZENit 60).

Tabulka 5: Odběrová místa vzorků

Označení vzorku	Odběrové místo	Souřadnice GPS
JM1	Brno - Kníničky, ulice Ondrova	49°14'28" 16°31'48"
JM2	Brno - Jih, ulice Vídeňská	49°09'29" 16°36'03"
JM3	Brno - Střed, ulice Pellicova	49°11'36" 16°35'49"
JM4	Brno - Střed, Björnсенův sad, ulice Veveří	49°12'24" 16°35'38"
JM5	Brno - Střed, Lužánecký park, ulice Pionýrská	49°12'31" 16°36'34"
JM6	Brno - Střed, ulice Koliště	49°11'50" 16°36'51"
SM1	Ostrava – Bartovice, ulice U Důlnáků	49°46'39" 18°20'28"
SM2	Ostrava – Kunčice, ulice Vratimovská	49°48'12" 18°18'14"
SM3	Ostrava – Bartovice, ulice Šenovská	49°48'15" 18°19'35"
SM4	Ostrava – Vítkovice, ulice Rudná	49°48'22" 18°16'00"
SM5	Ostrava – Vítkovice, ulice Rudná	49°48'27" 18°16'21"
SM6	Ostrava – Slezská Ostrava, ulice Rudná	49°48'15" 18°17'58"

3.1 Charakteristika odběrových míst

- Vzorek JM1 Na ulici Ondrova se nachází relativně nově postavené rodinné domy. Okolí není příliš zatíženo dopravou. V blízkosti se nachází Brněnská přehrada.
- Vzorek JM2 Ulice Vídeňská je velice důležitou dopravní komunikací, jedná se tudíž o dopravou velmi znečištěnou oblast. V jejím okolí se nachází řada průmyslových podniků, obchodní centrum s benzinovou pumpou. Silnice bývá pravidelně rekonstruována.
- Vzorek JM3 Ulice Pellicova se nachází v centru Brna pod Špilberkem, nejedná se o příliš frekventovanou komunikaci, ale v její blízkosti se nacházejí dopravou výrazně zatížené ulice Pekařská a Úvoz.
- Vzorek JM4 Björnсенův sad se nachází na ulici Veveří, v jeho blízkosti je křižovatka spojující ulice Veveří, Kotlářská a Úvoz. Dále se v lokalitě odběru nachází Stavební fakulta VUT a Právnická fakulta MU a také velké parkoviště.
- Vzorek JM5 Na ulici Pionýrská a Drobného se nachází Lužánecký park (téměř v centru Brna), který je obklopen velice frekventovanými ulicemi.

- Vzorek JM6 Ulice koliště je součástí malého městského okruhu, který je každodenně velmi hustě zatížen dopravou. Na této ulici se nachází park, ze kterého vzorek pochází.
- Vzorek SM1 Z ulice U Důlnáků pochází další vzorek, v okolí se nachází les Důlnák a rodinné domy.
- Vzorek SM2 Ulice Vratimovská se stala dalším zdrojem vzorků. Tato lokalita se nachází v bezprostřední blízkosti průmyslového podniku s vlastní železniční dopravou, nedaleko se nachází rušná dopravní komunikace na ulici Rudná.
- Vzorek SM3 Na ulici Šenovská byl získán další vzorek, v okolí se nachází průmyslový podnik.
- Vzorek SM4 Tento vzorek byl získán na ulici Rudná nedaleko autobusové zastávky Ocelářská. V blízkosti odběrového místa se nachází také jeden pneuservis.
- Vzorek SM5 Tento vzorek pochází opět z rušné dopravní komunikace na ulici Rudná, nedaleko autobusové zastávky Bivojova a čerpací stanice.
- Vzorek SM6 Poslední vzorek pochází také z ulice Rudná a nedaleko místa odběru se nachází tenisové kurty.

3.2 Příprava vzorků

3.2.1 Sušení

Sušení bylo provedeno dle normy ČSN ISO 11464. Půdní vzorky byly sušeny na filtračním papíru při laboratorní teplotě. Tloušťka vrstvy půdy byla asi 1,5 cm. Takto vysušená půda byla poté přesítována [77].

3.2.2 Sítování

Půdní vzorky byly přesítovány dle normy ČSN ISO 11464 pomocí pertinaxového síta o velikosti ok 2 mm do polyetylenových sáčků, které byly patřičně označeny. Takto přesítované vzorky pak byly použity ke stanovení sušiny, pH a následně k extrakčním analýzám.

3.3 Stanovení sušiny půdy gravimetrickou metodou

Stanovení sušiny bylo provedeno gravimetrickou metodou dle normy ČSN 11465. Půdní vzorky o přesných hmotnostech kolem 1 g byly naváženy na porcelánové misky, které pak byly umístěny do sušárny předehřáté na 105 °C. Vysušení bylo provedeno do konstantní hmotnosti. Jakmile vzorky zchladly, byly zvaženy a z úbytků jejich hmotností byla stanovena sušina [77,78].

3.4 Stanovení pH

Stanovení pH bylo provedeno dle normy ČSN ISO 10390. Vzorky půd o hmotnostech 10 g byly naváženy do polyetylenových nádobek, ke každému vzorku bylo přidáno 50 ml $0,01 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ CaCl_2 . Následně byly nádobky umístěny do třepacího stroje LT2, kde byly ponechány jednu hodinu. Poté byly nádobky vyjmuty z třepacího stroje a byly ponechány v klidu, opět jednu hodinu. Po této době bylo proměřeno pH všech vzorků skleněnou elektrodou pH metru, každý vzorek byl před samotným měření pH důkladně promíchán [78].

3.5 Extrakce vzorků

Stanovení rizikových prvků bylo prováděno ve vodných roztocích půdních vzorků za laboratorní teploty v polyetylenových nádobkách, do kterých byl navážen vždy zhruba asi 1 g půdního vzorku a do kterých bylo přidáno 50 ml extrakčního činidla. Jako extrakční činidlo byla použita $2 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ kyselina dusičná (HNO_3), dále pak činidla Tessierovy sekvenční extrakce a činidla sekvenční extrakce BCR, která jsou uvedena v tabulce 6 a 7. Nádobky pak byly umístěny do třepacího stroje, kde probíhalo jejich promíchávání po dobu 24 hodin. Po této době byly nádobky vyjmuty z třepacího zařízení a vodné roztoky byly přefiltrovány pomocí vakuové filtrační aparatury Sartorius přes filtr pro kvalitativní analýzu Whatman. Přefiltrované extrakty byly přelity do čistých polyetylenových nádobek, ve kterých byly uchovávány po celou dobu stanovování rizikových prvků atomovou absorpční spektrometrií.

Tabulka 6: Použitá extrakční činidla pro sekvenční extrakci dle Tessiera

Označení frakce	Extrakční činidlo
T1	$1 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1} \text{MgCl}_2$
T2	$1 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1} \text{CH}_3\text{COONa}$
T3	$0,04 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1} \text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$; 25 % CH_3COOH
T4	$0,02 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1} \text{HNO}_3$; 30 % H_2O_2 ; $3,2 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1} \text{CH}_3\text{COONH}_4$; 20 % HNO_3
T5	HF

Tabulka 7: Použitá extrakční činidla pro sekvenční extrakci BCR

Označení frakce	Extrakční činidlo
B1	$0,11 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1} \text{CH}_3\text{COOH}$
B2	$0,5 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1} \text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$
B3	$8,8 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1} \text{H}_2\text{O}_2$; $1 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1} \text{CH}_3\text{COONH}_4$
B4	HNO_3 a 3HCl

3.5.1 Sekvenční extrakce dle Tessiera

Tessierovou sekvenční extrakcí bylo získáno pět frakcí:

První frakce T1 (vyměnitelná) byla získána extrakcí půdních vzorků v $1 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ chloridu hořečnatém (MgCl_2) při pH 7.

Druhá frakce T2 (vázaná na karbonáty) byla získána po extrakci vzorků $1 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ octanem sodným (CH_3COONa) při pH 5, které bylo na požadovanou hodnotu upraveno pomocí kyseliny octové (CH_3COOH).

Třetí frakce T3 (vázaná na oxidy železa a manganu) byla získána extrakcí $0,04 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ hydroxyl amin hydrochloridem ($\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$) ve 25 % kyselině octové.

Čtvrtá frakce T4 (vázaná na organickou hmotu a sulfidy) byla získána extrakcí ve směsi $0,02 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ kyseliny dusičné (HNO_3) a 30 % peroxidu vodíku (H_2O_2) následovaná extrakcí v $3,2 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ octanu amonném ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$). Nejprve byly k naváženým vzorkům přidány 3 ml $0,02 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ kyseliny dusičné a 5 ml 30 % peroxidu vodíku a směs byla vložena do vodní lázně o teplotě 85°C . Směs byla příležitostně protřepána, po jedné hodině byly ke směsi přidány 3 ml 30 % peroxidu vodíku, vše probíhalo ve vodní lázni o teplotě 85°C . Po redukci objemu na 2-3 ml, byla směs vyndána z vodní lázně, po ochlazení na laboratorní

teplotu bylo do nádobek přidáno 50 ml $3,2 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ octanu amonného ve 20 % kyselině dusičné. Nádobky byly následně umístěny do třepacího zařízení na 24 hodin.

Pátá frakce T5 (residuální) byla získána extrakcí půdních vzorků v koncentrované kyselině fluorovodíkové (HF). Po ukončení extrakce byla kyselina fluorovodíková odpařena a odparek byl rozpuštěn ve $2 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ kyselině dusičné.

Po všech těchto extrakcích následovala filtrace a filtráty byly přelity do čistých polyetylenových nádobek, pro pozdější analýzu rizikových prvků atomovou absorpční spektrometrií.

3.5.2 Sekvenční extrakce BCR

Sekvenční extrakcí BCR byly získány 4 frakce:

První frakce B1 (vyměnitelná, vodou a kyselinou rozpustná) byla získána extrakcí půdních vzorků v $0,11 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ kyselině octové (CH_3COOH).

Druhá frakce B2 (redukovatelná) byla získána extrakcí půdních vzorků v $0,5 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ hydroxyl amin hydrochloridu ($\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$) při pH 1,5.

Třetí frakce B3 (oxidovatelná) byla získána extrakcí půdních vzorků v $8,8 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ peroxidu vodíku (H_2O_2) následovaná extrakcí $1 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ octanem amonným ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$). K naváženým vzorkům bylo přidáno 10 ml $8,8 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ peroxidu vodíku a nádobky byly za laboratorní teploty občasně promíchávány po dobu jedné hodiny. Po této době byly nádobky vloženy do vodní lázně o teplotě $85 \text{ }^\circ\text{C}$, kde byly ponechány opět za občasného promíchání jednu hodinu. Po zredukování objemu na 2-3 ml, bylo k roztoku přidáno dalších 10 ml $8,8 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ peroxidu vodíku. V lázni o teplotě $85 \text{ }^\circ\text{C}$ byly nádobky ponechány znovu jednu hodinu, po té byl zredukován objem v nádobkách na 2-3 ml. Po ochlazení směsi na laboratorní teplotu bylo do nádobek přidáno 50 ml $1 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ octanu amonného a nádobky byly umístěny do třepacího stroje, kde byly ponechány 24 hodin.

Čtvrtá frakce B4 (residuální) byla získána extrakcí půdních vzorků v lučavce královské, která byla připravena smícháním koncentrované kyseliny chlorovodíkové (HCl) a koncentrované kyseliny dusičné (HNO_3) v poměru 3:1.

Po těchto extrakcích následovala opět vždy filtrace a filtráty byly přelity do čistých polyetylenových nádobek. Tyto vodné roztoky pak byly použity pro pozdější analýzu rizikových prvků atomovou absorpční spektrometrií.

3.6 Stanovení rtuti

Rtuť byla stanovena pomocí atomového absorpčního analyzátoru rtuti AMA 254 (obrázek 5). Před měřením bylo nutné nejprve pustit přívod kyslíku, poté byl zapnut analyzátor AMA 254 a následně byl spuštěn program pro jeho ovládání v počítači k němu připojeném.

Po spuštění programu bylo nutné vyčkat na ustálení teploty pecí. Jakmile došlo k ustálení teploty, bylo spuštěno čištění přístroje, jednotlivé parametry pro všechna měření jsou uvedeny v tabulce 8. Při čištění bylo dávkováno na lodičku 100 μl vodovodní vody. Čištění bylo prováděno tak dlouho, dokud absorbance neklesla pod 0,003. Po procesu čištění bylo spuštěno měření slepého pokusu tzv. blanku, při kterém byla lodička ponechána prázdná, při tomto měření nesmělo množství rtuti přesáhnout 0,3 ng. Poté bylo ještě vždy před samotným měřením nutné ověřit správnost kalibrace přístroje, kdy byl na lodičku dávkován vzorek o přesně známé koncentraci rtuti tzv. check standard. Objem tohoto roztoku byl 20 ml

a obsahoval 0,5 ml koncentrované kyseliny dusičné (HNO_3), 0,5 ml 1 % roztoku dichromanu draselného ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$), 10 μl kalibračního roztoku rtuti o koncentraci $1 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$, nakonec byl roztok doplněn po rysku ultračistou destilovanou vodou. Konečná koncentrace rtuti v check standardu byla $0,2 \text{ mg}\cdot\text{l}^{-1}$. Před samotným měřením vzorků byl check standard pro kontrolu přesnosti měření přístroje dvakrát proměřen, dávkováno bylo 50 μl standardu na lodičku přístroje. Výsledný obsah rtuti měl pak odpovídat skutečnému množství rtuti v check standardu, přičemž odchylka neměla přesáhnout 10 %. Po tomto ověření kalibrace přístroje byl opět spuštěn proces čištění.

Teprve po všech těchto krocích mohlo být zahájeno samotné měření vzorků. Na lodičku bylo vždy dávkováno 100 μl vodných vzorků půdy, získaných z extrakcí, jejichž popis je uveden výše. Vzorky byly proměřeny třikrát. Přístroj uváděl výslednou koncentraci rtuti v ng.

Po ukončení analýzy bylo vždy nutné provést čištění přístroje, než byl přístroj vypnut, bylo nutné spustit jeho chlazení, teprve až byla teplota peci v přístroji pod $100 \text{ }^\circ\text{C}$, byl přístroj vypnut, následně byl vypnut počítač a nakonec přívod kyslíku.

Tabulka 8: Parametry jednotlivých měřících procesů přístroje AMA 254

Proces	Trvání procesu [s]			
	Čištění	Blank	Check standard	Analýza
Sušení	60	60	60	60
Rozklad	120	60	120	150
Čekání	45	45	45	45



Obrázek 5: Atomový absorpční spektrometr pro analýzu rtuti AMA 254 (Altec, Česká republika)

3.7 Stanovení olova, mědi a zinku

Olovo, měď a zinek byly stanoveny pomocí atomového absorpčního spektrometru s atomizací v plameni Varian SpectrAA 30 (obrázek 6). Před měřením byl puštěn přívod acetylénu a vzduchu, byl zapnut samotný přístroj a počítač, v něm pak byl spuštěn program pro ovládání atomového absorpčního spektrometru.

V ovládacím programu bylo nutné vytvořit metodu pro stanovení daných prvků, pro každý prvek byla vytvořena metoda zvlášť. Pro každý prvek bylo také nutné vložit do přístroje vhodnou HCL lampu, která byla kompatibilní s daným prvkem, a nastavit parametry měření. Parametry jednotlivých měřících metod jsou zobrazeny v tabulce 9.

Pro každý prvek byla vytvořena kalibrační řada roztoků. Pro vytvoření kalibrační křivky olova byly namíchány roztoky o koncentracích 2; 4; 6; 8; 10 a 12 mg·l⁻¹ ze standardního roztoku o koncentraci 1 g·l⁻¹, pro měď o koncentracích 1; 2; 3; 4 a 5 mg·l⁻¹ ze standardního roztoku o koncentraci 1 g·l⁻¹ a nakonec pro zinek o koncentracích 0,5; 1; 1,5; 2; 2,5 a 3 mg·l⁻¹ ze standardního roztoku o koncentraci 1 g·l⁻¹.

Pro finální měření vzorků bylo nutné změřit kalibrační křivky těchto prvků. Po jejich naměření byly proměřeny slepé vzorky a vodné roztoky půdních extraktů, které byly podle potřeby dále ředěny. Každá analýza jednoho vzorku byla provedena třikrát.

Tabulka 9: Parametry měření na přístroji Varian SpectrAA 30 pro olovo, měď a zinek

Prvek	I [mA]	Šířka štěrbin [mm]	λ [nm]	Průtok vzduch-acetylén [l·min ⁻¹]	Kalibrační rozsah [mg·l ⁻¹]
Olovo	6	1,0	217,0	3,5/1,5	0 – 12
Měď	4	0,5	324,8	3,5/1,5	0 – 5
Zinek	5	1,0	213,9	3,5/1,5	0 – 3



Obrázek 6: Atomový absorpční spektrometr s atomizací v plameni SpectrAA 30 (Varian, Austrálie)

3.7.1 Kalibrační křivky olova, mědi a zinku

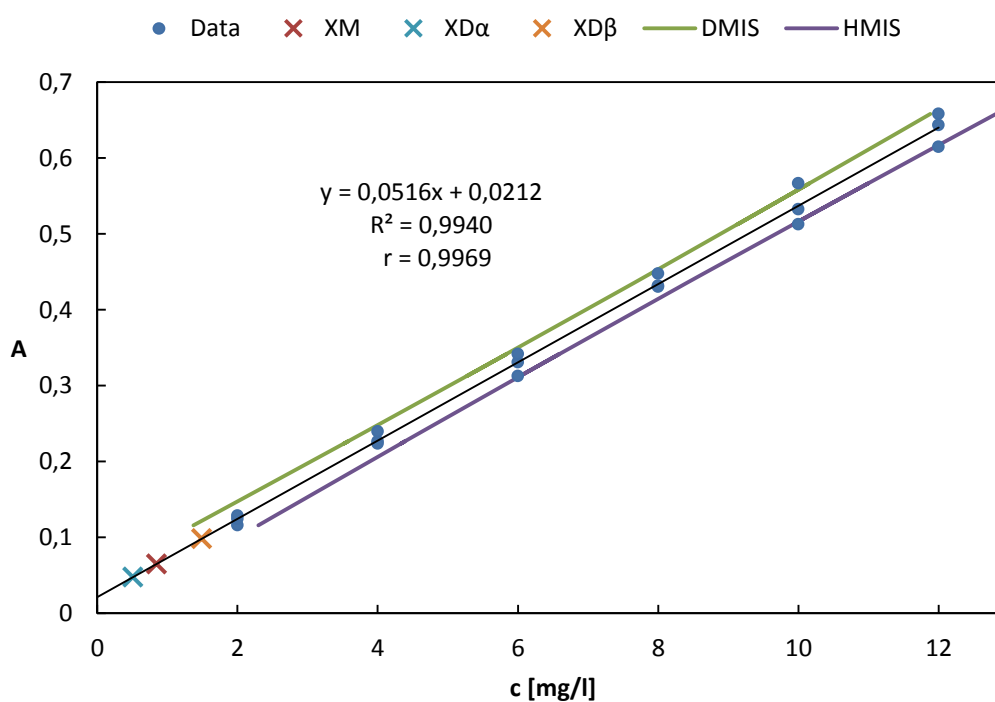
V tabulce 10 je uveden popis legendy kalibrační křivky olova (graf 5), mědi (graf 6) a zinku (graf 7). V následující tabulce 11 jsou uvedeny hodnoty mezí detekce a mezí stanovitelnosti pro olovo, měď a zinek.

Tabulka 10: Popis legendy grafu kalibrace olova, mědi a zinku

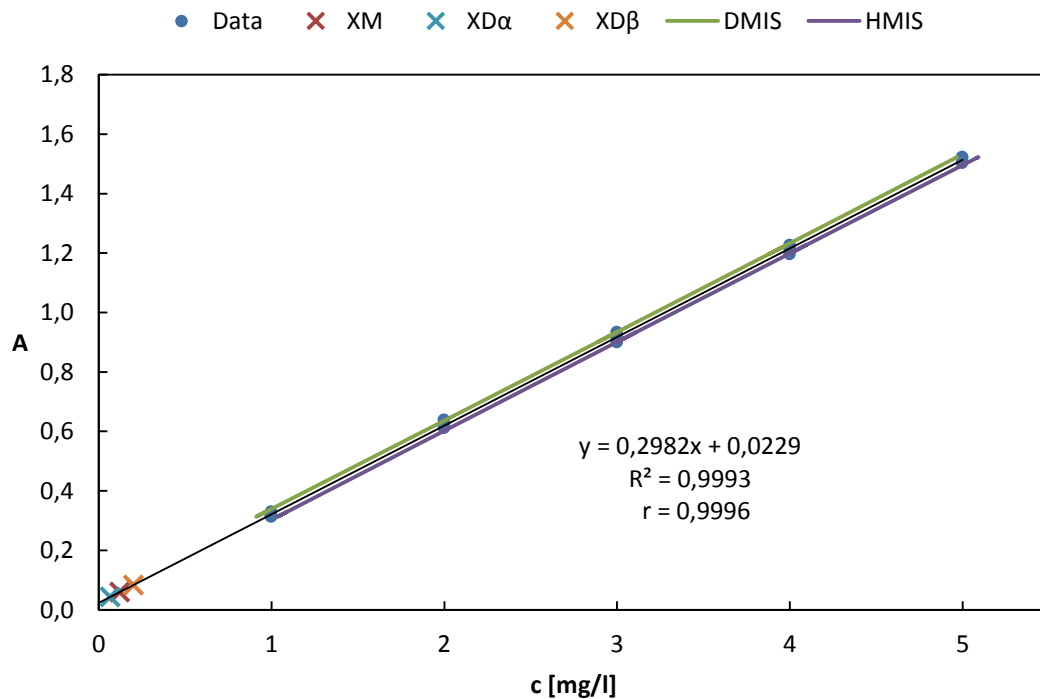
Označení	Popis
Data	Naměřená data kalibrace
X_M	Mez detekce podle Millera
$X_{D\alpha}$	Mez detekce podle Grahama
$X_{D\beta}$	Mez detekce podle Grahama
DMIS	Dolní mez intervalu spolehlivosti
HMIS	Horní mez intervalu spolehlivosti

Tabulka 11: Mez stanovitelnosti (LOQ) a meze detekce ($X_{3\sigma}$, X_D^{α} , X_D^{β} , X_M) pro olovo, měď a zinek

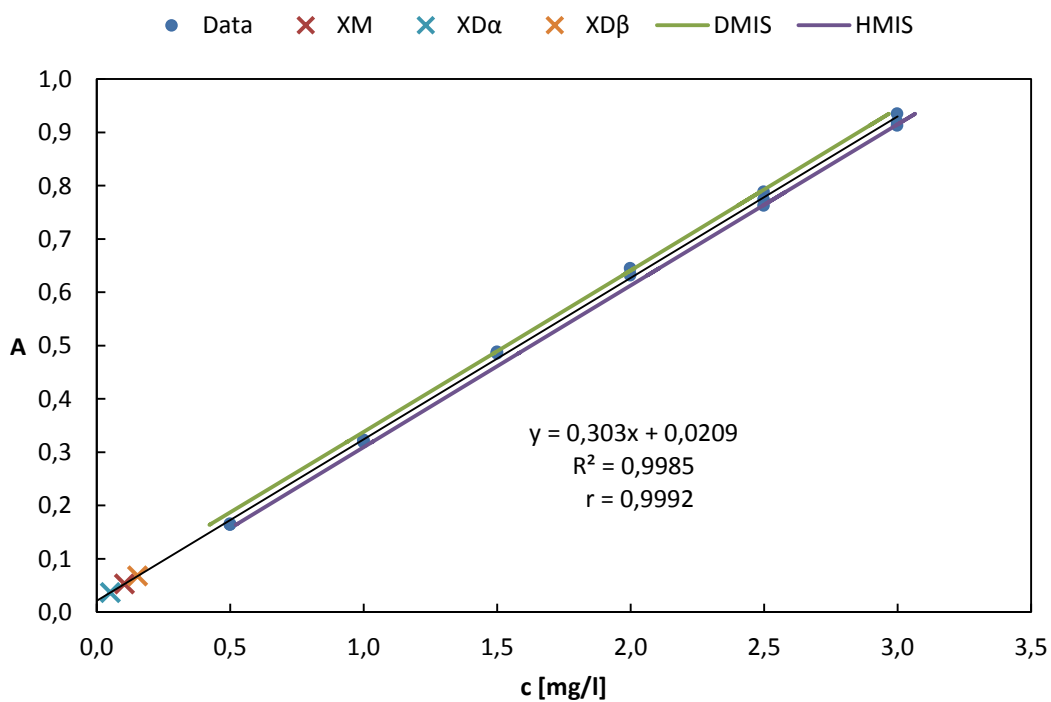
Prvek	$X_{3\sigma}$ [mg·l ⁻¹]	X_D^{α} [mg·l ⁻¹]	X_D^{β} [mg·l ⁻¹]	X_M [mg·l ⁻¹]	LOQ [mg·l ⁻¹]
Olovo	0,0274	0,5075	1,4898	0,8454	0,0421
Měď	0,0315	0,0677	0,2021	0,1223	0,0516
Zinek	0,0272	0,0515	0,1542	0,1051	0,0418



Graf 5: Kalibrační křivka pro stanovení olova



Graf 6: Kalibrační křivka pro stanovení mědi



Graf 7: Kalibrační křivka pro stanovení zinku

3.8 Stanovení kadmia a vanadu

Stanovení kadmia a vanadu bylo provedeno na atomovém absorpčním spektrometru s elektrotermickou atomizací AAS ZEE nit 60 (obrázek 7).

Před měřením bylo nutné provést nastavení přístroje dle parametrů uvedených v tabulce 12 a poté byl vytvořen teplotní program pro kadmium podle tabulky 13 a pro vanad podle tabulky 14.

Po nastavení přístroje byly namíchány kalibrační roztoky, které byly následně proměřeny. Poté byly měřeny roztoky vzorků, jejichž dávkované množství bylo 20 μl . Každý vzorek byl proměřen třikrát.

Tabulka 12: Nastavené parametry přístroje AAS ZEE nit 60 pro měření kadmia a vanadu

Prvek	I [mA]	Šířka štěrbin [mm]	λ [nm]	Maximální průtok argonu při tlaku 130 kPa [$\text{l}\cdot\text{min}^{-1}$]
Kadmium	7	0,8	228,8	48 NL·hod ⁻¹
Vanad	6	0,8	318,4	48 NL·hod ⁻¹

Tabulka 13: Teplotní program přístroje AAS ZEE nit 60 pro stanovení kadmia

Proces	Název procesu	Teplota [$^{\circ}\text{C}$]	Rampa [$^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$]	Zdržení [s]	Průtok plynu
1	Sušení	90	5	20	MAX
2	Sušení	105	3	20	MAX
3	Sušení	110	2	10	MAX
4	Pyrolýza	300	250	10	MAX
5	AZ	300	0	4	STOP
6	Atomizace	1000	1000	3	STOP
7	Čištění	2200	500	4	MAX

Tabulka 14: teplotní program přístroje AAS ZEE nit 60 pro stanovení vanadu

Proces	Název procesu	Teplota [$^{\circ}\text{C}$]	Rampa [$^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$]	Zdržení [s]	Průtok plynu
1	Sušení	90	5	20	MAX
2	Sušení	105	3	20	MAX
3	Sušení	110	2	10	MAX
4	Pyrolýza	1300	250	10	MAX
5	AZ	1300	0	6	STOP
6	Atomizace	2550	1100	8	STOP
7	Čištění	2600	500	4	MAX

Pro stanovení vanadu bylo nutné výrazně zvýšit teploty oproti stanovení kadmia, vzhledem k vysoké tepelné stabilitě vanadu.



Obrázek 7: Atomový absorpční spektrometr a elektrotermickou atomizací AAS ZEE nit 60 (Analytik Jena AG, Německo)

3.8.1 Kalibrační křivky kadmia a vanadu

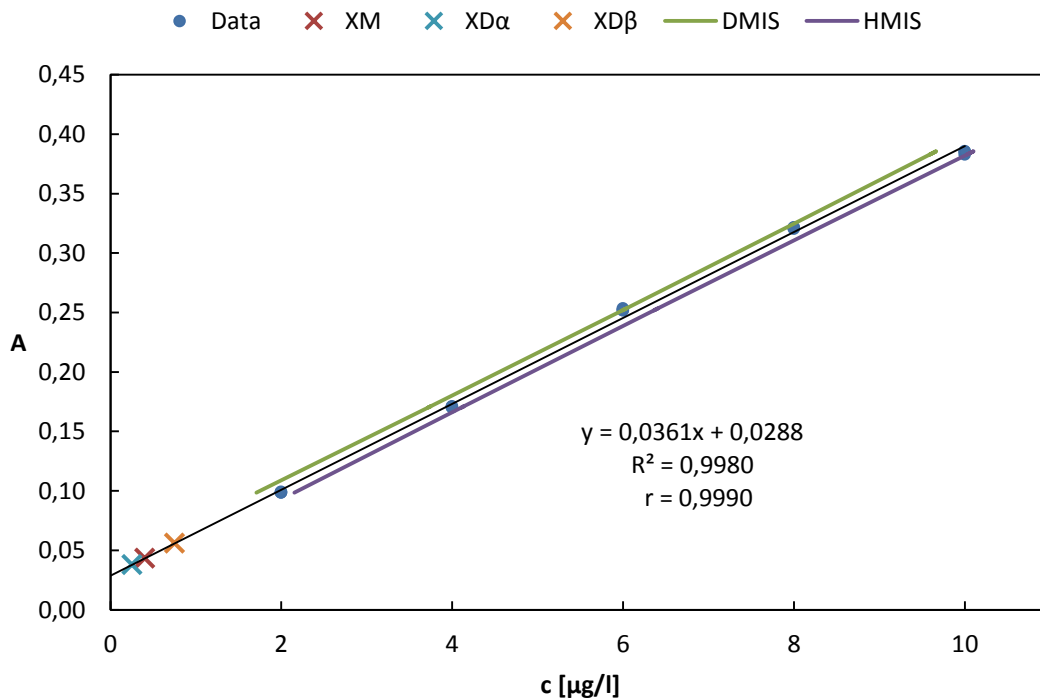
V tabulce 15 je uveden popis legendy kalibrační křivky kadmia (graf 8) a vanadu (graf 9). V tabulce 16 jsou uvedeny hodnoty mezí detekce a mezí stanovitelnosti pro kadmium a vanad.

Tabulka 15: Popis legendy grafu kalibrace kadmia a vanadu

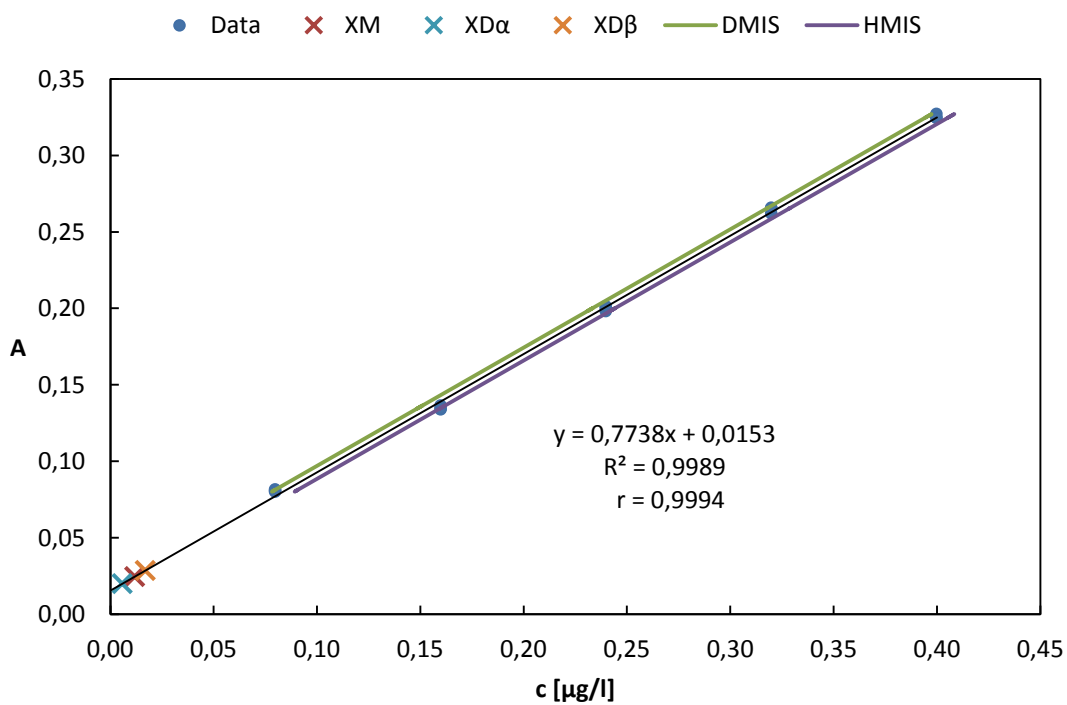
Označení	Popis
Data	Naměřená data kalibrace
X_M	Mez detekce podle Millera
$X_{D\alpha}$	Mez detekce podle Grahama
$X_{D\beta}$	Mez detekce podle Grahama
DMIS	Dolní mez intervalu spolehlivosti
HMIS	Horní mez intervalu spolehlivosti

Tabulka 16: Mez stanovitelnosti (LOQ) a meze detekce ($X_{3\sigma}$, X_D^α , X_D^β , X_M) pro kadmium a vanad

Prvek	$X_{3\sigma}$ [$\text{mg}\cdot\text{l}^{-1}$]	X_D^α [$\text{mg}\cdot\text{l}^{-1}$]	X_D^β [$\text{mg}\cdot\text{l}^{-1}$]	X_M [$\text{mg}\cdot\text{l}^{-1}$]	LOQ [$\text{mg}\cdot\text{l}^{-1}$]
Kadmium	0,0339	0,2546	0,7533	0,4039	0,0459
Vanad	0,0395	0,0059	0,0170	0,0120	0,0959



Graf 8: Kalibrační křivka pro stanovení kadmia



Graf 9: Kalibrační křivka pro stanovení vanadu

4 VÝSLEDKY A DISKUZE

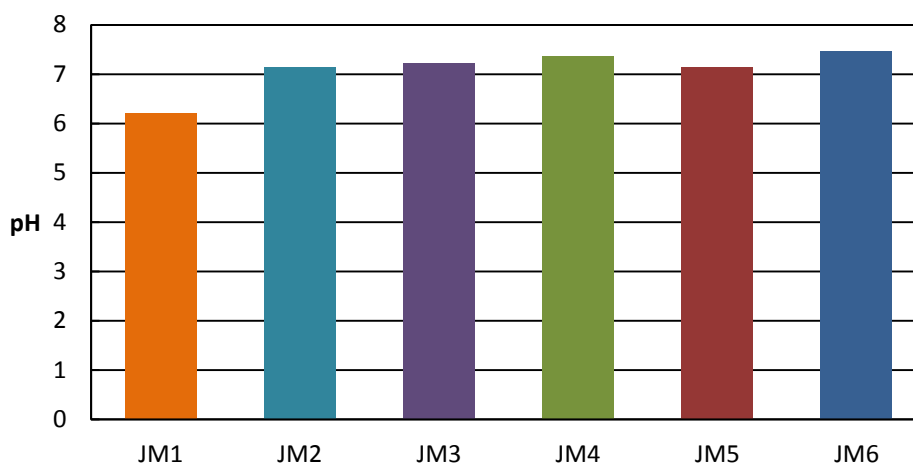
V tabulce 17 je uveden význam zkratek použitých při popisu os v grafech 10 – 47.

Tabulka 17: Popis významu zkratek uvedených v grafech 10 – 47

Místo odběru	Použitá zkratka	Odběrové místo
Brno	JM1	Brno – Kníničky, ulice Ondrova
	JM2	Brno – Jih, ulice Vídeňská
	JM3	Brno – Střed, ulice Pellicova
	JM4	Brno – Střed, Björnсенův sad, ulice Veverí
	JM5	Brno – Střed, Lužánecký park, ulice Pionýrská
	JM6	Brno – Střed, ulice Koliště
Ostrava	SM1	Ostrava – Bartovice, ulice U Důlnáků
	SM2	Ostrava – Kunčice, ulice Vratimovská
	SM3	Ostrava – Bartovice, ulice Šenovská
	SM4	Ostrava – Vítkovice, ulice Rudná
	SM5	Ostrava – Vítkovice, ulice Rudná
	SM6	Ostrava – Slezská Ostrava, ulice Rudná

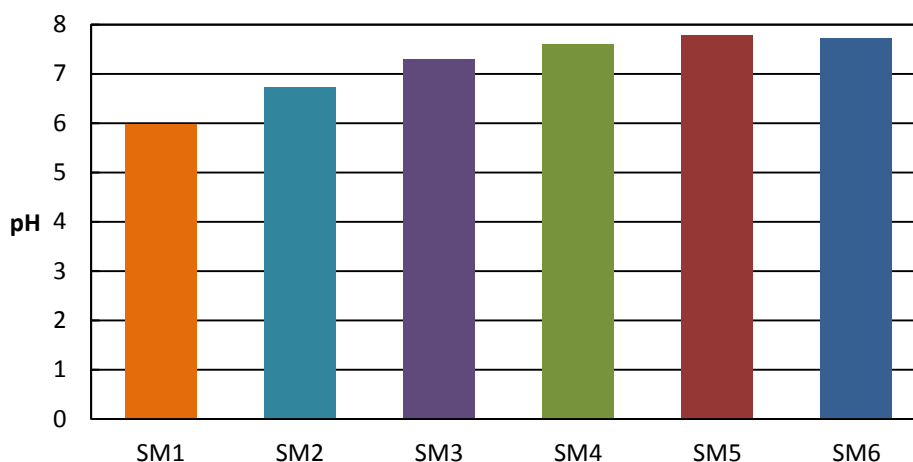
4.1 Stanovení pH

Stanovení pH bylo provedeno dle postupu uvedeného v kapitole 3.4. Zjištěné hodnoty pH a jejich grafické zobrazení je uvedeno v grafech 10 a 11.



Graf 10: Hodnoty pH půdních vzorků z Brna

Z grafu 10 lze vyčíst, že hodnoty pH vzorků odebraných v Brně se většinou pohybují v neutrální oblasti, výjimku tvoří pouze vzorek JM1 (Brno – Kníničky, ulice Ondrova), jehož pH se nachází v mírně kyselé oblasti. Nejvyšší hodnotu pH měl vzorek JM6 (Brno – Střed, ulice Koliště) a to 7,46. Naopak nejnižší hodnotu pH měl již zmíněný vzorek JM1 a to 6,21.



Graf 11: Hodnoty pH půdních vzorků z Ostravy

Z grafu 11 vyplývá, že pH vzorků odebraných v Ostravě se pohybuje od mírně kyselé oblasti až po slabě zásaditou. Nejnižší hodnota pH byla naměřena u vzorku SM1 (Ostrava – Bartovice, ulice U Důlníků), hodnota pH tohoto vzorku byla 5,98. Naopak nejvyšší hodnota pH byla zjištěna u vzorku SM5 (Ostrava – Vítkovice, ulice Rudná), pH tohoto vzorku bylo 7,77.

Jak již bylo zmíněno dříve, pH je důležitým faktorem ovlivňujícím mobilitu a biodostupnost rizikových prvků v půdách. Řada rizikových prvků je dostupná již při neutrálním pH, což zvyšuje jejich potenciální nebezpečnost. Jak ukazují některé studie, se snižujícím se pH se zvyšuje mobilita rizikových prvků [79, 80,81].

4.2 Stanovení rizikových prvků

V tabulce 18 je uveden popis jednotlivých frakcí Tessierovy sekvenční extrakce (T1 – T5), BCR sekvenční extrakce (B1 – B4) a extrakce kyselinou dusičnou (N).

Tabulka 18: Popis legendy grafů jednotlivých extrakcí při stanovení rtuti, olova, mědi, zinku, kadmia a vanadu

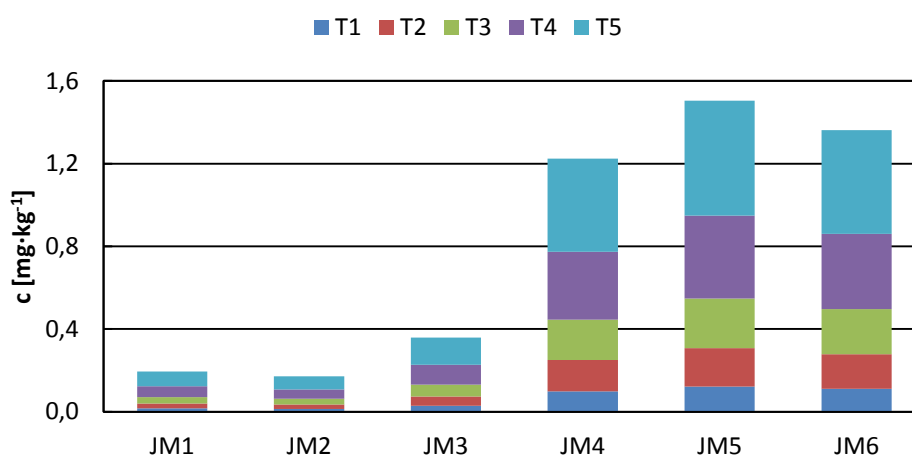
Označení frakce	Použité extrakční činidlo
T1	$1 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1} \text{ MgCl}_2$
T2	$1 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1} \text{ CH}_3\text{COONa}$
T3	$0,04 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1} \text{ NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$; 25 % CH_3COOH
T4	$0,02 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1} \text{ HNO}_3$; 30 % H_2O_2 ; $3,2 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1} \text{ CH}_3\text{COONH}_4$; 20 % HNO_3
T5	HF
B1	$0,11 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1} \text{ CH}_3\text{COOH}$
B2	$0,5 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1} \text{ NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$
B3	$8,8 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1} \text{ H}_2\text{O}_2$; $1 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1} \text{ CH}_3\text{COONH}_4$
B4	HNO_3 a 3HCl
N	$2 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1} \text{ HNO}_3$

4.2.1 Stanovení rtuti

Stanovení rtuti bylo provedeno u 12 vzorků, z nichž polovina pocházela z Brna a druhá polovina z Ostravy. Extrakce půdních vzorků byly provedeny dle metodiky sekvenční extrakce podle Tessiera, BCR sekvenční extrakce a extrakcí kyselinou dusičnou. Extrakty byly proměřeny na atomovém absorpčním spektrometru pro analýzu rtuti AMA 254. Grafické znázornění naměřených hodnot je uvedeno v grafech 12 – 17.

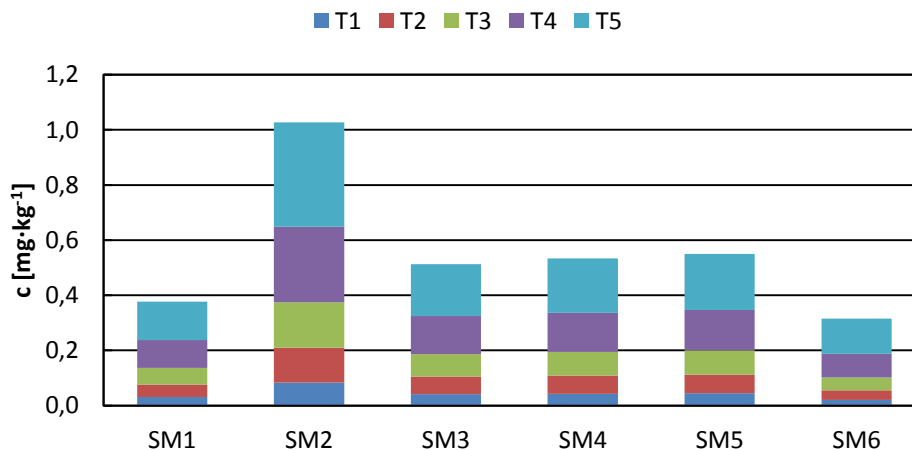
4.2.1.1 Sekvenční extrakce dle Tessiera

Z grafu 12 vyplývá, že nejvíce rtuť kontaminované brněnské vzorky byly JM5 (Brno – Střed, ulice Pionýrská), obsah celkové rtuti ve všech frakcích tohoto vzorku byl $1,50 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ sušiny, JM6 (Brno – Střed, ulice Koliště), v tomto vzorku byl celkový obsah rtuti ve všech jeho frakcích $1,36 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ sušiny, a JM4 (Brno – Střed, ulice Veverčí), v němž byl obsah rtuti v součtu všech frakcí $1,22 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ sušiny. Naopak nejméně byly rtuť kontaminovány vzorky JM2 (Brno – Jih, ulice Vídeňská), JM1 (Brno – Kníničky, ulice Ondrova) a JM3 (Brno – Střed, ulice Pellicova), v těchto vzorcích se celkový obsah rtuti ve všech frakcích pohyboval od $0,17 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ do $0,35 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$. Nejvíce rtuti bylo naměřeno v reziduální frakci a nejméně rtuti bylo naměřeno ve frakci vyměnitelné.



Graf 12: Obsah rtuti v půdních extraktech Tessierovy sekvenční extrakce brněnských vzorků

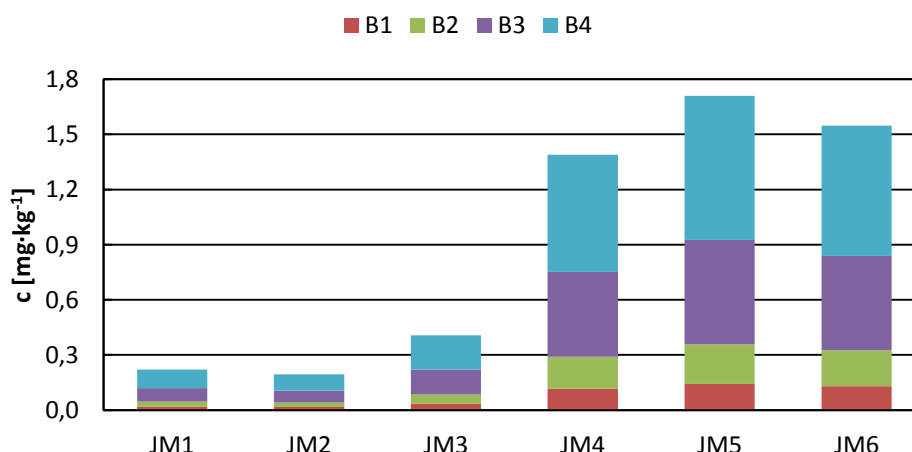
Z grafu 13 lze vyčíst, že z ostravských vzorků byl rtuť nejvíce kontaminován vzorek SM2 (Ostrava – Kunčice, ulice Vratimovská), ve kterém byl obsah rtuti až dvojnásobně vyšší ($1,02 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ sušiny) než u druhého rtuť nejvíce kontaminovaného vzorku SM5 (Ostrava – Vítkovice, ulice Rudná), který ve všech frakcích obsahoval celkem $0,55 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$. Obsah rtuti v ostatních vzorcích tedy SM5, SM4 (Ostrava - Vítkovice, ulice Rudná) a SM3 (Ostrava – Bartovice, ulice U Důlnáků) byl přibližně stejný, celkové množství rtuti ve všech frakcích jednotlivých vzorků se pohybovalo od $0,51 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ do $0,55 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$. Ve vzorku SM6 (Ostrava – Slezská Ostrava, ulice Rudná) bylo naměřeno nejnižší množství rtuti $0,31 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$. Opět bylo nejvyšší množství rtuti naměřeno v reziduální frakci a nejmenší množství bylo zjištěno ve vyměnitelné frakci.



Graf 13: Obsah rtuti v půdních extraktech Tessierovy sekvenční extrakce ostravských vzorků

4.2.1.2 Sekvenční extrakce BCR

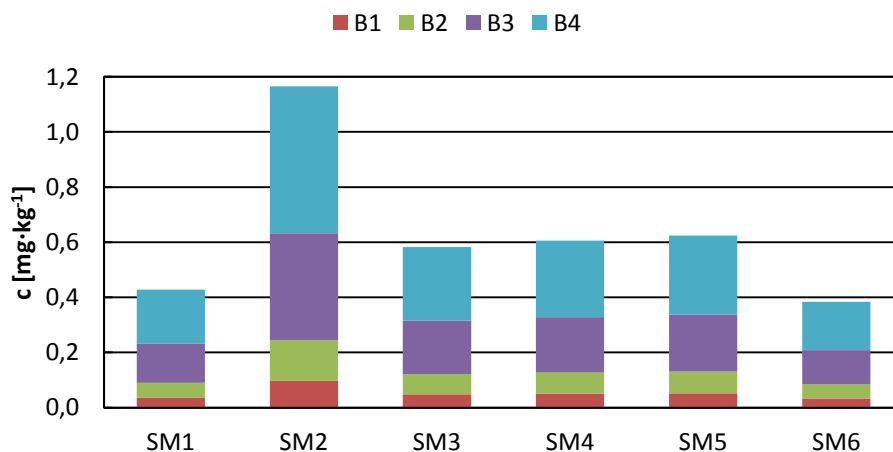
V grafu 14 je vyjádřeno množství rtuti, které bylo zjištěno v brněnských vzorcích použitím BCR sekvenční extrakce. Lze pozorovat obdobný trend jako při použití Tessierovy sekvenční extrakce, ovšem použitím BCR extrakce bylo uvolněno více rtuti z půdních vzorků. Opět bylo nejvyšší množství rtuti ve vzorcích JM5 (Brno – Střed, ulice Pionýrská), JM6 (Brno – Střed, ulice Koliště) a JM4 (Brno – Střed, ulice Veverí), obsah rtuti ve všech frakcích jednotlivých vzorků se pohyboval od $1,38 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ do $1,71 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$. Nejmenší množství rtuti bylo ve vzorcích JM2 (Brno – Jih, ulice Vídeňská), JM1 (Brno – Kníničky, ulice Ondrova) a JM3 (Brno – Střed, ulice Pellicova), v těchto vzorcích byl celkový obsah rtuti v rozmezí od $0,19 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ do $0,41 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$. Nejvyšší množství rtuti bylo stanoveno v reziduální frakci, naopak nejnižší množství rtuti bylo stanoveno ve frakci vyměnitelné, vodou a kyselinou rozpustné.



Graf 14: Obsah rtuti v půdních extraktech BCR sekvenční extrakce brněnských vzorků

Z grafu 15 se dá opět vyčíst, že nejkontaminovanějším ostravským vzorkem, co se týče obsahu rtuti, byl vzorek SM2 (Ostrava – Kunčice, ulice Vratimovská), celkový obsah rtuti v součtu všech frakcí byl $1,16 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$. V ostatních vzorcích bylo množství rtuti velmi

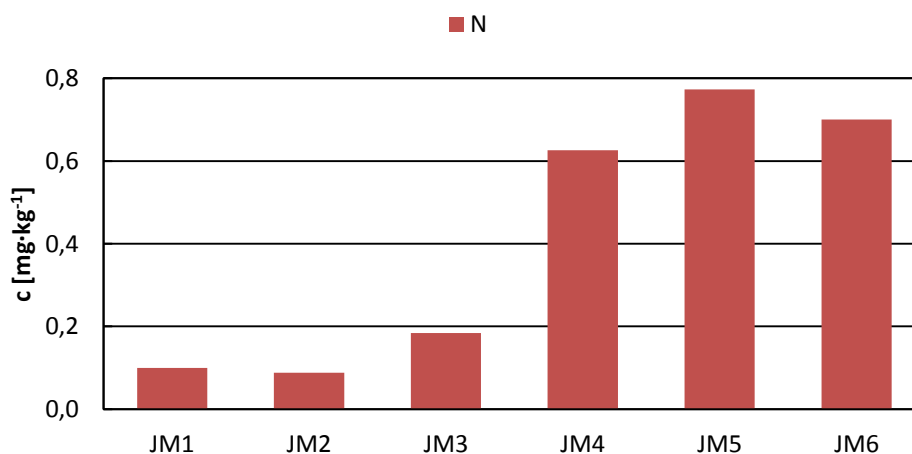
podobné, ve vzorku SM6 (Ostrava – Slezská Ostrava, ulice Rudná) bylo rtuti nejméně $0,38 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$. Lze zde také pozorovat obdobné rozdělení množství rtuti mezi jednotlivé frakce, jako u Tessierovy sekvenční extrakce. Nejvyšší množství rtuti bylo zjištěno v reziduální frakci a nejnižší množství ve frakci vyměnitelné, vodou a kyselinou rozpustné.



Graf 15: Obsah rtuti v půdních extraktech BCR sekvenční extrakce ostravských vzorků

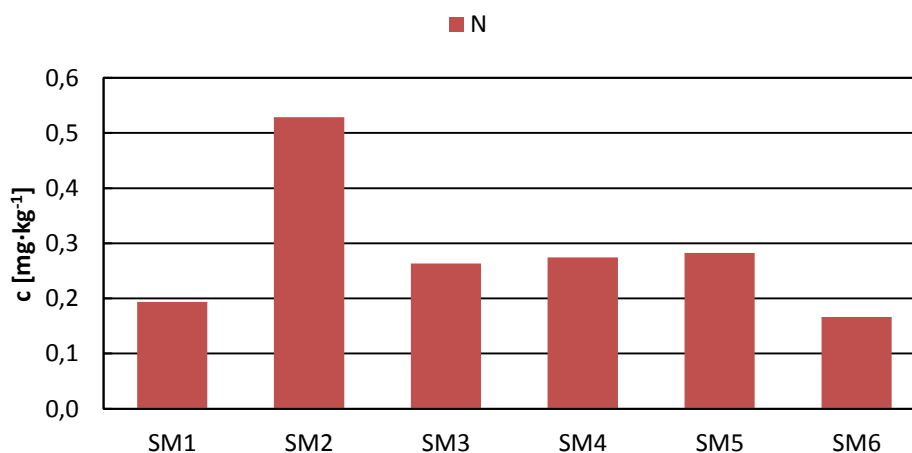
4.2.1.3 Extrakce v kyselině dusičné

Jak dokazuje graf 16, extrakcí $2 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ kyselinou dusičnou byl potvrzen trend kontaminace rtutí brněnských vzorků, který byl shodný s předchozími dvěma typy sekvenční extrakce. Nejvíce rtuti bylo stanoveno ve vzorku JM5 (Brno – Střed, ulice Pionýrská) $0,77 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, druhým nekontaminovanějším vzorkem byl vzorek JM6 (Brno – Střed, ulice Koliště) $0,70 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, následoval vzorek JM4 (Brno – Střed, ulice Veveří) $0,63 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, pak vzorek JM3 (Brno – Střed, ulice Pellicova) $0,18 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, druhým nejméně znečištěným vzorkem byl vzorek JM1 (Brno – Kníničky, ulice Ondrova) $0,10 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ a nakonec nejméně kontaminován byl vzorek JM2 (Brno – Jih, ulice Vídeňská) $0,09 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$.



Graf 16: Obsah rtuti v půdních extraktech po extrakci brněnských vzorků kyselinou dusičnou

Graf 17 zobrazující množství vyextrahované rtuti $2 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ kyselinou dusičnou, potvrzuje pořadí kontaminace jednotlivých ostravských vzorků, které je opět shodné s výsledky předešlých sekvenčních extrakcí. Nejkontaminovanějším vzorkem byl vzorek SM2 (Ostrava – Kunčice, ulice Vratimovská) $0,53 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, za ním následuje vzorek SM5 (Ostrava – Vítkovice, ulice Rudná) $0,28 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, vzorek SM4 (Ostrava – Vítkovice, ulice Rudná) $0,27 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, vzorek SM3 (Ostrava – Bartovice, ulice Šenovská) $0,26 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ a vzorek SM1 (Ostrava – Bartovice, ulice U Důlnáků) $0,19 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$. Nejméně kontaminovaným vzorkem byl vzorek SM6 (Ostrava – Slezská Ostrava, ulice Rudná) $0,17 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$.



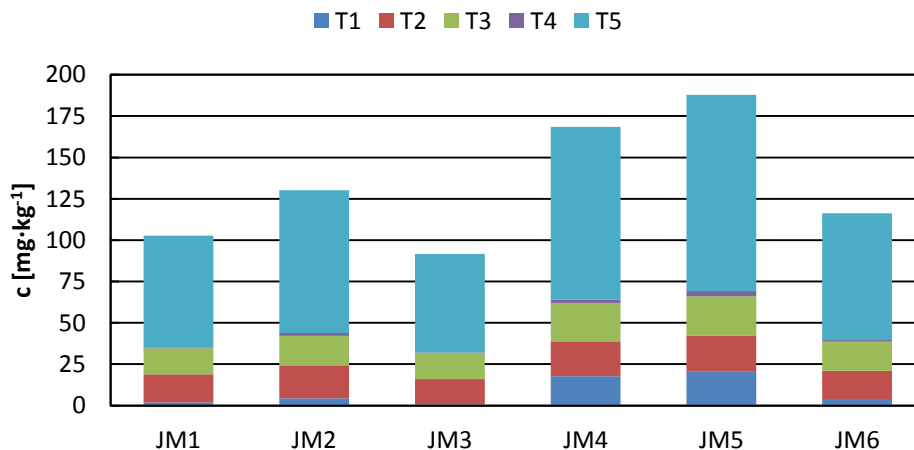
Graf 17: Obsah rtuti v půdních extraktech po extrakci ostravských vzorků kyselinou dusičnou

4.2.2 Stanovení olova

Olovo bylo stanoveno ve 12 vzorcích, z nichž polovina pocházela z Brna a druhá polovina z Ostravy. Byla použita sekvenční extrakce dle Tessiera, BCR sekvenční extrakce a extrakce kyselinou dusičnou. Stanovení množství olova bylo provedeno pomocí atomového absorpčního spektrometru s plamenovou atomizací SpectrAA 30. Grafické zobrazení naměřených hodnot je uvedeno v grafech 18 – 23.

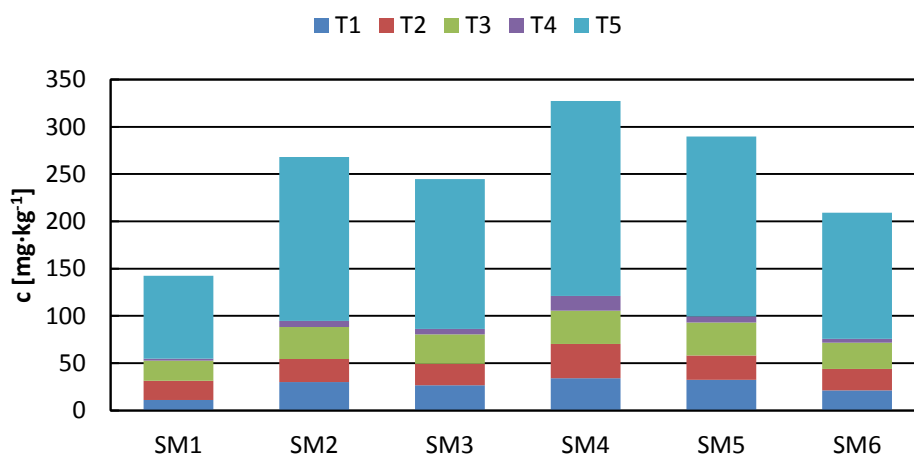
4.2.2.1 Sekvenční extrakce dle Tessiera

Z grafu 18 vyplývá, že nejvyšší obsah olova u brněnských vzorků byl zjištěn ve vzorku JM5 (Brno – Střed, ulice Pionýrská) $187,83 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ a nejmenší množství olova bylo ve vzorku JM3 (Brno – Střed, ulice Pellicova) $91,68 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$. Nejvíce olova bylo stanoveno v reziduální frakci a naopak nejmenší množství olova bylo stanoveno ve frakci vázané na organickou hmotu a sulfidy.



Graf 18: Obsah olova v půdních extraktech Tessierovy sekvenční extrakce brněnských vzorků

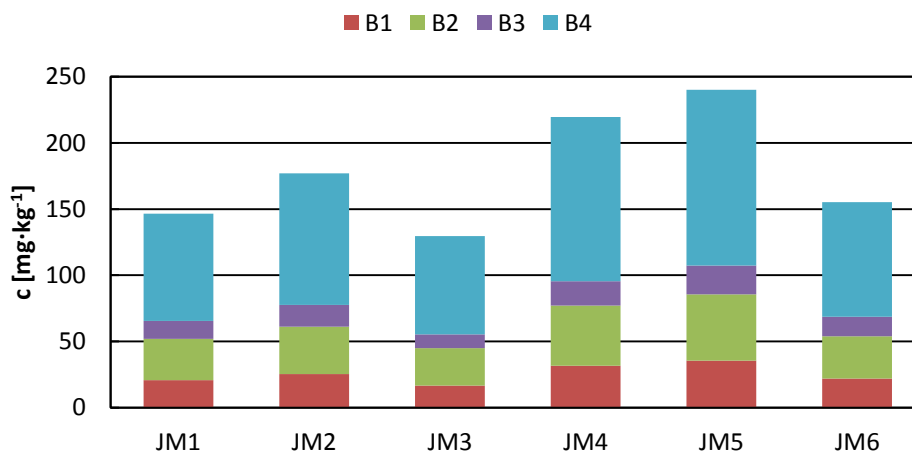
Z grafu 19 lze vyčíst, že z ostravských vzorků byl nejvíce olovem kontaminovaných vzorkem vzorek SM4 (Ostrava – Vítkovice, ulice Rudná), který v součtu všech frakcí obsahoval $327,32 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$. Oproti tomu nejméně kontaminovaným vzorkem byl vzorek SM1 (Ostrava – Bartovice, ulice U Důlníků), ve kterém byl celkový obsah olova ve všech frakcích $142,78 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$. Stejně jako u předešlých brněnských vzorků bylo stanoveno nejvíce olova v reziduální frakci a nejmenší množství ve frakci vázané na organickou složku a sulfidy.



Graf 19: Obsah olova v půdních extraktech Tessierovy sekvenční extrakce ostravských vzorků

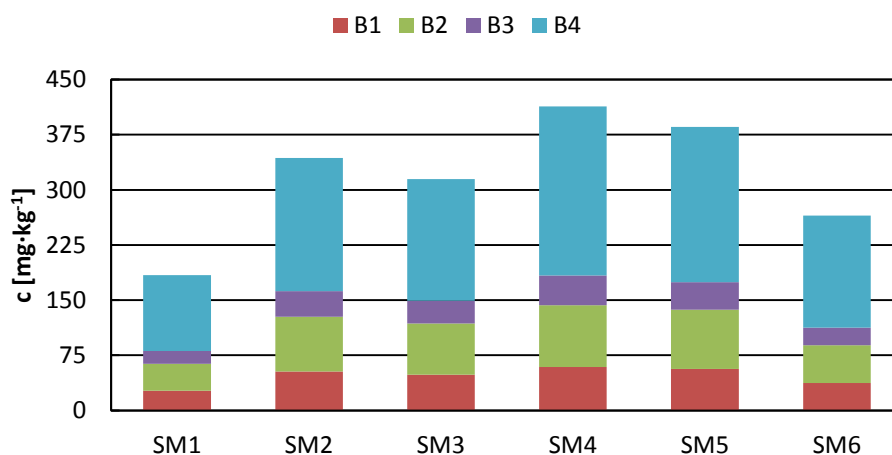
4.2.2.2 Sekvenční extrakce BCR

Graf 20 ukazuje, že brněnským vzorkem s největším zatížením olovem je vzorek JM5 (Brno – Střed, ulice Pionýrská), ve kterém bylo stanoveno $240,23 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ stejně jako u Tessierovy sekvenční extrakce brněnských vzorků. Nejmenší obsah olova byl zjištěn u vzorku JM3 (Brno – Střed, ulice Pellicova) $129,49 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$. V reziduální frakci bylo stanovené množství olova nejvyšší. Nejmenší množství olova bylo v oxidovatelné frakci.



Graf 20: Obsah olova v půdních extraktech BCR sekvenční extrakce brněnských vzorků

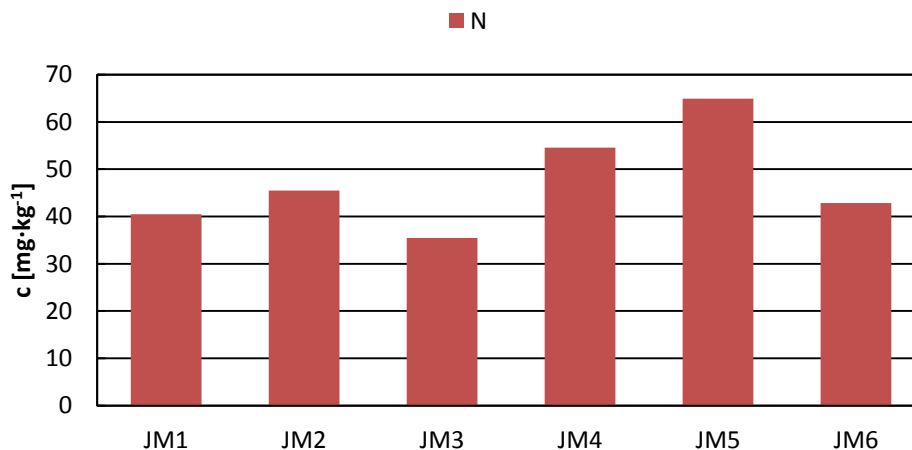
Z grafu 21 vyplývá, že nejvyšší množství olova u ostravských vzorků bylo stanoveno ve vzorku SM4 (Ostrava – Vítkovice, ulice Rudná) a to bylo $413,53 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$. Nejméně olova bylo stanoveno ve vzorku SM1 (Ostrava – Bartovice, ulice U Důlnáků) $183,99 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$. Opět došlo k uvolnění nejvyššího množství olova v reziduální frakci. Nejméně olova bylo stanoveno v oxidovatelné frakci. Distribuce olova v jednotlivých frakcích je shodná jako při BCR sekvenční extrakci brněnských vzorků a také při použití Tessierovy sekvenční extrakce.



Graf 21: Obsah olova v půdních extraktech BCR sekvenční extrakce ostravských vzorků

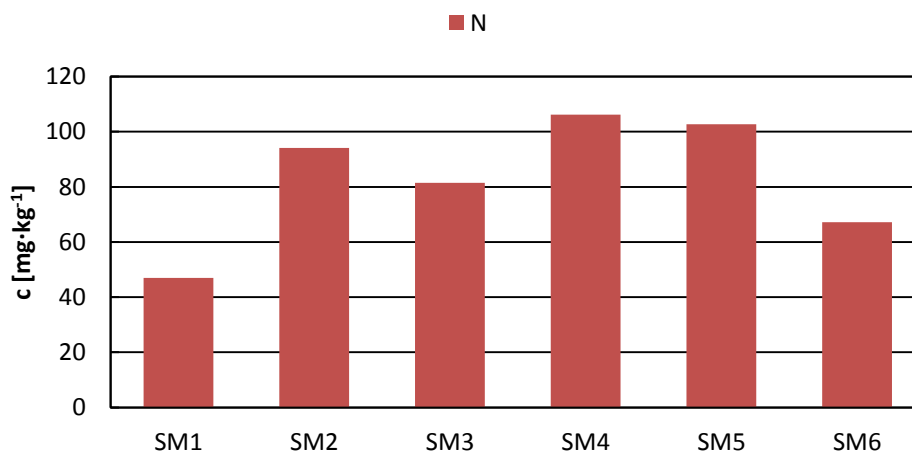
4.2.2.3 Extrakce v kyselině dusičné

Graf 22 zobrazuje vyextrahované množství kyselinou dusičnou u brněnských vzorků. Nejvíce olova bylo ve vzorku JM5 (Brno – Střed, ulice Pionýrská) $64,95 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, po něm následovaly vzorky JM4 (Brno – Střed, ulice Veverří) $54,59 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, JM2 (Brno – Jih, ulice Vídeňská) $45,49 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, JM6 (Brno – Střed, ulice Koliště) $42,87 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ a JM1 (Brno – Kníničky, ulice Ondrova) $40,46 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$. Nejméně olova bylo stanoveno ve vzorku JM3 (Brno – Střed, ulice Pellicova) $35,47 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$.



Graf 22: Obsah olova v půdních extraktech po extrakci brněnských vzorků kyselinou dusičnou

Graf 23 ukazuje vyextrahované množství kyselinou dusičnou u ostravských vzorků. Nejvíce olova bylo stanoveno ve vzorku SM4 (Ostrava – Vítkovice, ulice Rudná) $106,16 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, v pořadí další byly vzorky SM5 (Ostrava – Vítkovice, ulice Rudná) $102,77 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, SM2 (Ostrava – Kunčice, ulice Vratimovská) $94,19 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, SM3 (Ostrava – Bartovice, ulice Šenovská) $81,53 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, SM6 (Ostrava – Slezská Ostrava, ulice Rudná) $67,17 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ a nejméně olova bylo ve vzorku SM1 (Ostrava – Bartovice, ulice U Důlnáků) $46,95 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$.



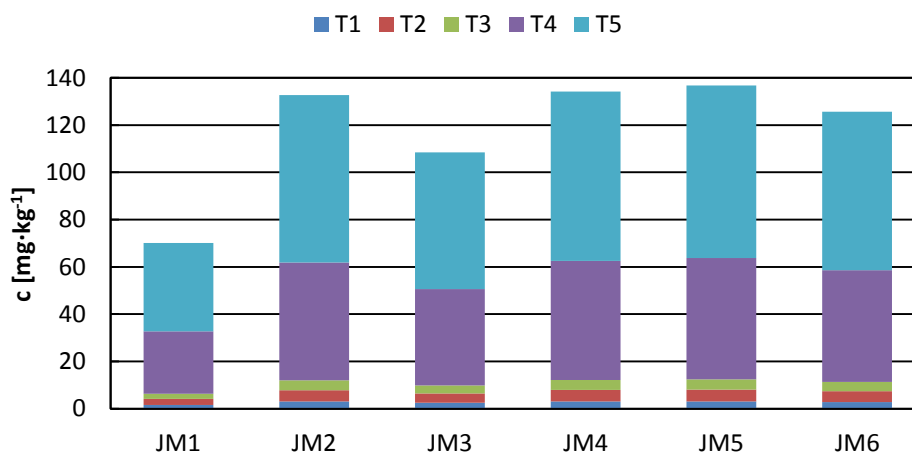
Graf 23: Obsah olova v půdních extraktech po extrakci ostravských vzorků kyselinou dusičnou

4.2.3 Stanovení mědi

Stanovení mědi bylo provedeno u 12 vzorků, z nichž jedna polovina pocházela z Brna a druhá polovina pocházela z Ostravy. Byla u nich provedena sekvenční extrakce dle Tessiera, BCR sekvenční extrakce a extrakce kyselinou dusičnou. Stanovení množství mědi bylo provedeno pomocí atomové absorpční spektrometrie s plamenovou atomizací SpectrAA 30. Grafické znázornění výsledků měření je uvedeno v grafech 24 – 29.

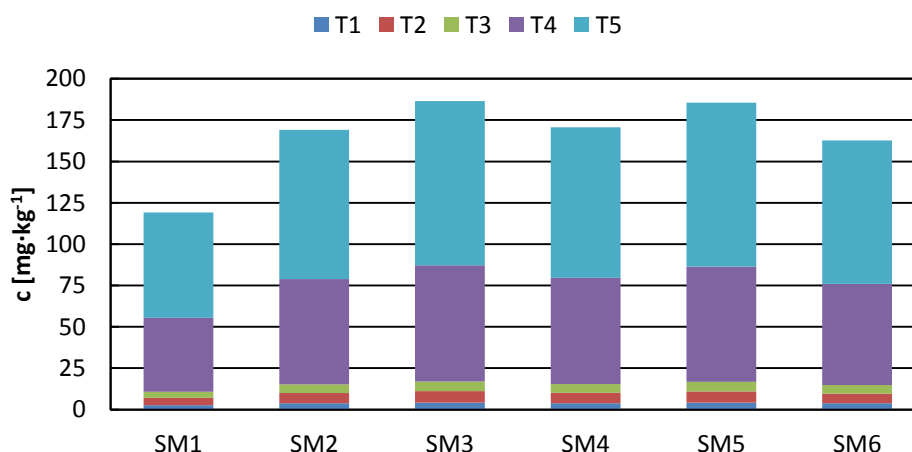
4.2.3.1 Sekvenční extrakce dle Tessiera

Z grafu 24 vyplývá, že nejvyšší množství mědi bylo u brněnských vzorků naměřeno ve vzorcích JM5 (Brno – Střed, ulice Pionýrská) $136,84 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, JM4 (Brno – Střed, ulice Veveří) $134,15 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ a JM2 (Brno – Jih, ulice Vídeňská) $132,68 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$. Nejmenší množství mědi bylo stanoveno ve vzorku JM1 (Brno – Kníničky, ulice Ondrova) $70,13 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$. Nejvíce rtuti bylo zjištěno v reziduální frakci a ve frakci vázané na organickou hmotu a sulfidy. V ostatních frakcích bylo množství mědi přibližně stejné.



Graf 24: Obsah mědi v půdních extraktech Tessierovy sekvenční extrakce brněnských vzorků

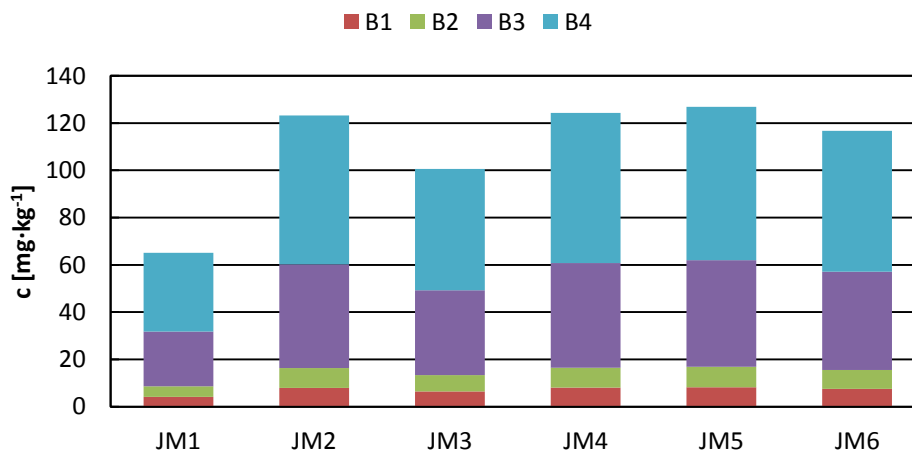
Z grafu 25 vyplývá, že nejvyšší množství mědi bylo u ostravských vzorků naměřeno u vzorků SM3 (Ostrava – Bartovice, ulice Šenovská) $186,56 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ a SM5 (Ostrava – Vítkovice, ulice Rudná) $185,62 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$. Nejmeně rtuti bylo zjištěno u vzorku SM1 (Ostrava – Bartovice, ulice U Důlnáků) $119,08 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$. Stejně jako u brněnských vzorků bylo nejvíce mědi v reziduální frakci a ve frakci vázané na organickou hmotu a sulfidy. Stejně tak množství mědi v ostatních frakcích bylo téměř shodné.



Graf 25: Obsah mědi v půdních extraktech Tessierovy sekvenční extrakce ostravských vzorků

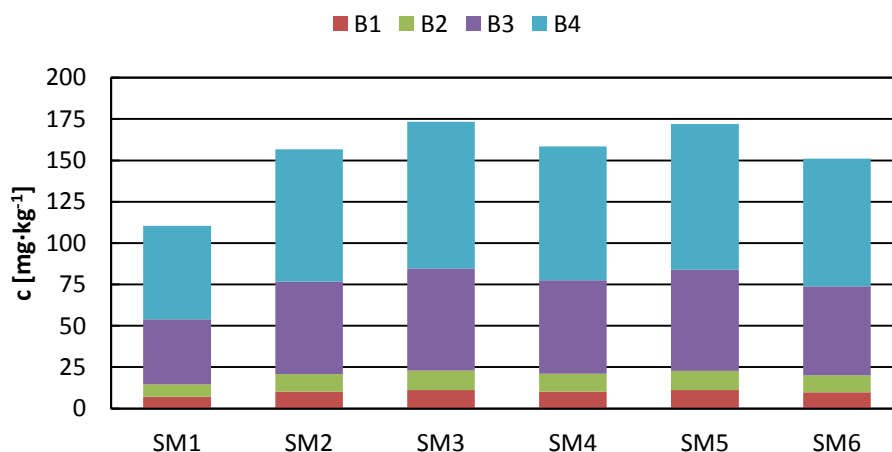
4.2.3.2 Sekvenční extrakce BCR

Z grafu 26 vyplývá, že nejvíce mědi se nacházelo ve vzorcích JM5 (Brno – Střed, ulice Pionýrská) $126,93 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, JM4 (Brno – Střed, ulice Veverčí) $124,26 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ a JM2 (Brno – Jih, ulice Vídeňská) $123,21 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$. Nejmenší množství rtuti bylo zjištěno ve vzorku JM1 (Brno – Kníničky, ulice Ondrova) $65,13 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$. Největší množství mědi bylo opět uvolněno v reziduální frakci a ve frakci oxidovatelné.



Graf 26: Obsah mědi v půdních extraktech BCR sekvenční extrakce brněnských vzorků

Graf 27 ukazuje, že nejvíce mědi bylo zjištěno u vzorků SM3 (Ostrava – Bartovice, ulice Šenovská) $173,35 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ a SM5 (Ostrava – Vítkovice, ulice Rudná) $171,96 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$. Nejméně mědi pak bylo stanoveno ve vzorku SM1 (Ostrava – Bartovice, ulice U Důlníků) $110,46 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$. Největší zastoupení měla měď znovu v reziduální frakci a v oxidovatelné frakci.

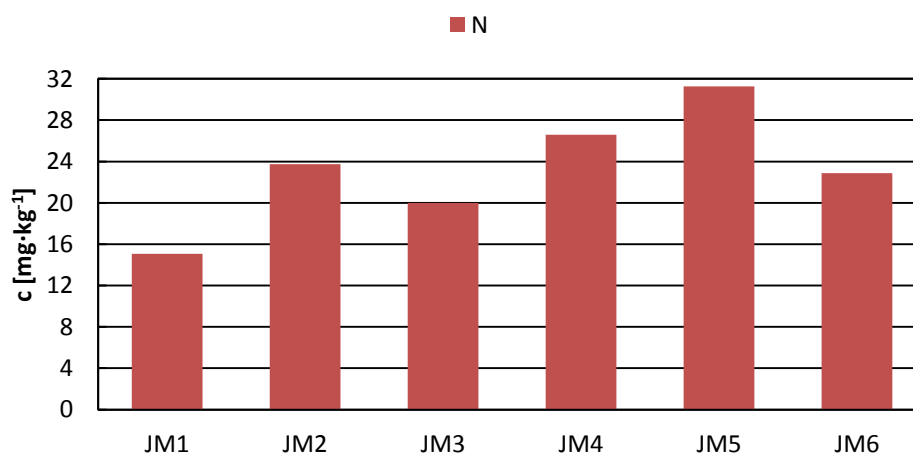


Graf 27: Obsah mědi v půdních extraktech BCR sekvenční extrakce ostravských vzorků

4.2.3.3 Extrakce v kyselině dusičné

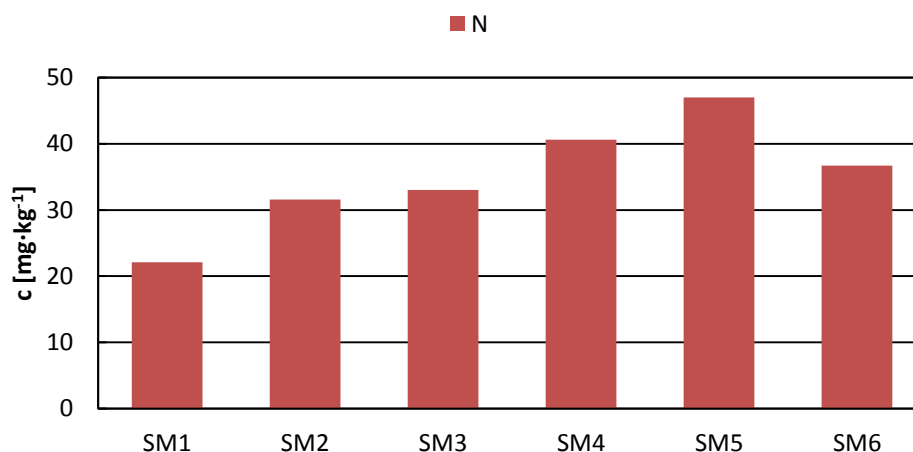
Z grafu 28 lze vyčíst, že nejvíce mědi bylo stanoveno ve vzorku JM5 (Brno – Střed, ulice Pionýrská) $31,27 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, pak následoval vzorek JM4 (Brno – Střed, ulice Veverčí) $26,59 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, JM2 (Brno – Jih, ulice Vídeňská) $23,73 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, JM6 (Brno – Střed, ulice

Koliště) 22,87 mg·kg⁻¹, JM3 (Brno – Střed, ulice Pellicova) 19,98 mg·kg⁻¹ a nakonec vzorek JM1 (Brno – Kníničky, ulice Ondrova) 15,05 mg·kg⁻¹.



Graf 28: Obsah mědi v půdních extraktech po extrakci brněnských vzorků kyselinou dusičnou

Z grafu 29 lze vyčíst, že nejvíce mědi bylo stanoveno ve vzorku SM5 (Ostrava – Vítkovice, ulice Rudná) 46,99 mg·kg⁻¹, pak následoval vzorek SM4 (Ostrava – Vítkovice, ulice Rudná) 40,63 mg·kg⁻¹, SM6 (Ostrava – Slezská Ostrava, ulice Rudná) 36,71 mg·kg⁻¹, SM3 (Ostrava – Bartovice, ulice Šenovská) 33,04 mg·kg⁻¹, SM2 (Ostrava – Kunčice, ulice Vratimovská) 31,56 mg·kg⁻¹ a nakonec vzorek SM1 (Ostrava – Bartovice, ulice U Důlníků) 22,12 mg·kg⁻¹.



Graf 29: Obsah mědi v půdních extraktech po extrakci ostravských vzorků kyselinou dusičnou

4.2.4 Stanovení zinku

Množství zinku bylo stanoveno ve 12 vzorcích, z nichž polovina pocházela z Brna a druhá polovina pocházela z Ostravy. Byla provedena Tessierova sekvenční extrakce, BCR sekvenční extrakce a extrakce kyselinou dusičnou. Měření obsahu zinku ve vzorcích bylo provedeno pomocí atomové absorpční spektrometrie s plamenovou atomizací SpectrAA 30. Výsledky měření jsou zobrazeny v grafech 30 – 35.

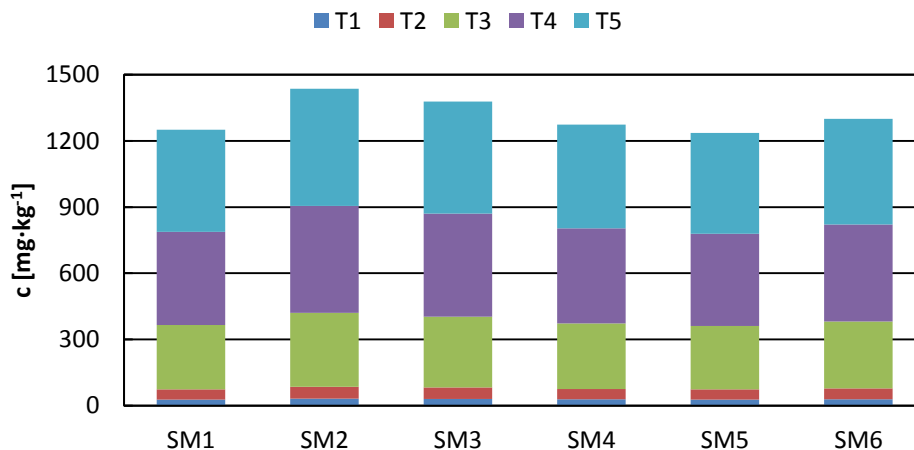
4.2.4.1 Sekvenční extrakce dle Tessiera

Z grafu 30 lze vyčíst, že největší množství zinku v brněnských vzorcích bylo přítomno ve vzorku JM4 (Brno – Střed, ulice Veveří) $614,65 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, naopak nejméně zinku bylo ve vzorku JM1 (Brno – Kníničky, ulice Ondrova) $177,45 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$. Nejvíce zinku bylo uvolněno v reziduální frakci, frakci vázané na organickou hmotu a sulfidy a frakci vázané na oxidy železa a manganu. Nejméně zinku bylo ve frakci vyměnitelné.



Graf 30: Obsah zinku v půdních extraktech Tessierovy sekvenční extrakce brněnských vzorků

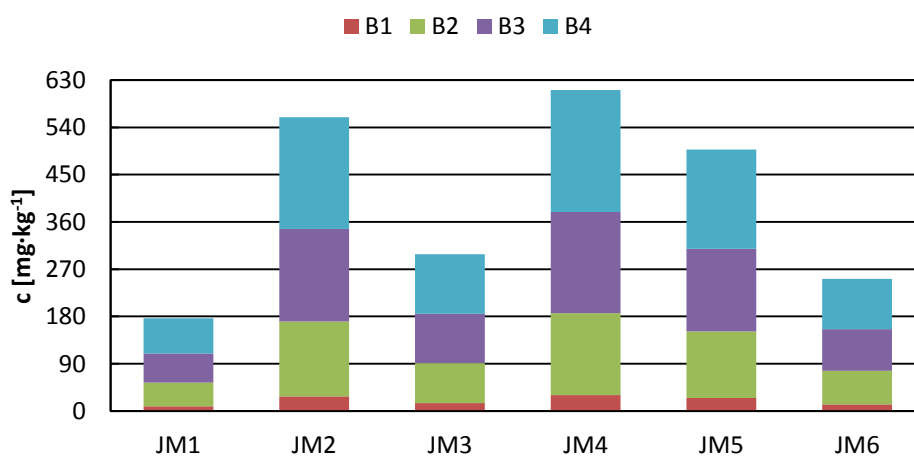
Z grafu 31 vyplývá, že množství zinku v ostravských vzorcích je výrazně vyšší než u brněnských. Nejvíce zinku bylo zjištěno u vzorku SM2 (Ostrava – Kunčice, ulice Vratimovská) $1436,81 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, nejméně pak ve vzorku SM5 (Ostrava – Vítkovice, ulice Rudná) $1236,41 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$. Obsah zinku v jednotlivých ostravských vzorcích se příliš nelišil. Nejvíce zinku bylo obsaženo opět v reziduální frakci, následované frakcí vázanou na organickou hmotu a sulfidy a ve frakci vázané na oxidy železa a manganu. Nejméně zinku pak bylo stanoveno ve zbývajících frakcích, tedy vyměnitelné a frakci vázané na karbonáty, ve kterých bylo množství obsaženého zinku téměř identické.



Graf 31: Obsah zinku v půdních extraktech Tessierovy sekvenční extrakce ostravských vzorků

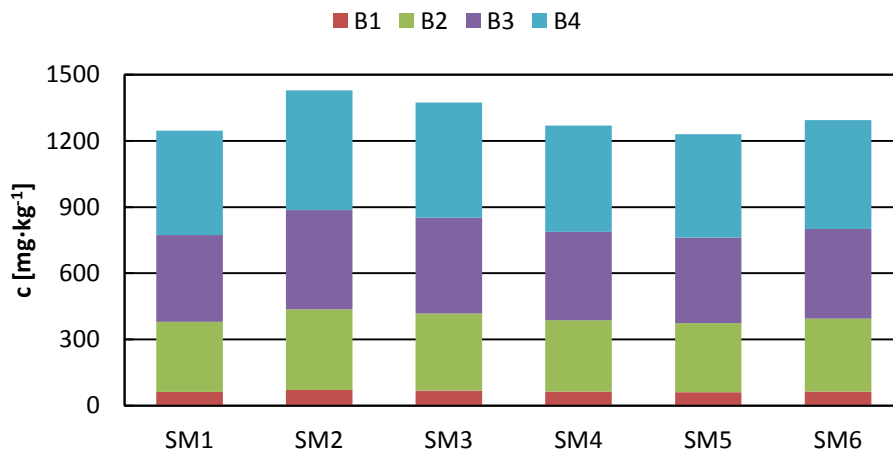
4.2.4.2 Sekvenční extrakce BCR

Z grafu 32 vyplývá, že nejvíce zinku obsahoval vzorek JM4 (Brno – Střed, ulice Veverí) $611,42 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ a nejméně zinku bylo ve vzorku JM1 (Brno – Kníničky, ulice Ondrova) $176,77 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$. V reziduální frakci bylo opět největší zastoupení zinku. Nejméně zinku bylo ve frakci vyměnitelné, vodou a kyselinou rozpustné.



Graf 32: Obsah zinku v půdních extraktech BCR sekvenční extrakce brněnských vzorků

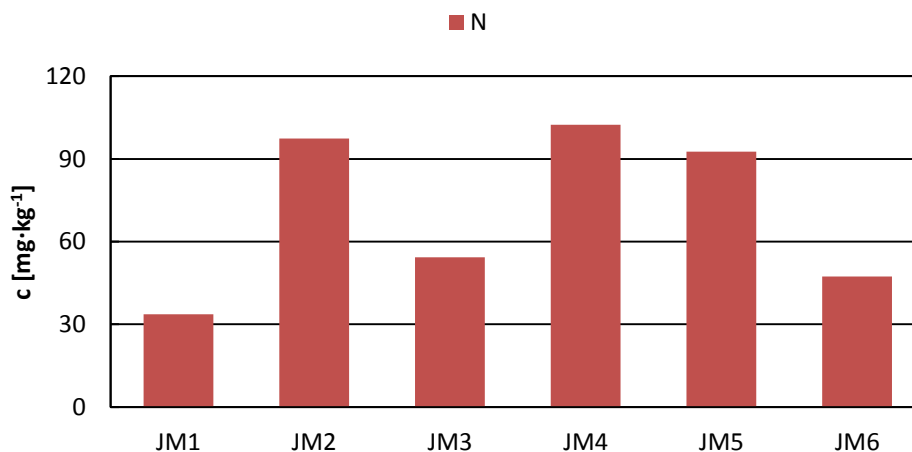
Z grafu 33 vyplývá, že množství zinku obsažené v jednotlivých ostravských vzorcích se výrazně nelišilo. Nejvíce zinku bylo stanoveno ve vzorku SM2 (Ostrava – Kunčice, ulice Vratimovská) $1429,33 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$. Nejméně zinku pak bylo stanoveno ve vzorku SM5 (Ostrava – Vítkovice, ulice Rudná) $1230,54 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$. Zinek byl nejvíce zastoupen v reziduální frakci, nejméně zinku bylo zjištěno ve frakci vyměnitelné, vodou a kyselinou rozpustné.



Graf 33: Obsah zinku v půdních extraktech BCR sekvenční extrakce ostravských vzorků

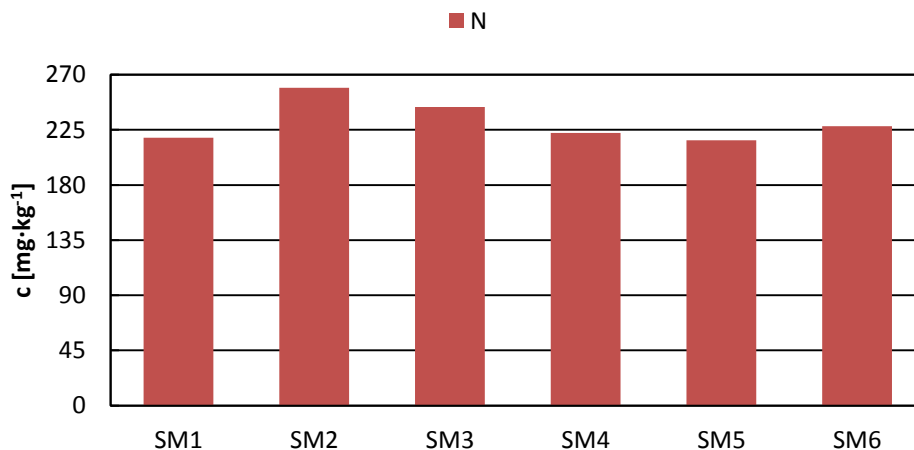
4.2.4.3 Extrakce v kyselině dusičné

Z grafu 34 lze vyčíst, že nejvíce zinku u brněnských vzorků bylo ve vzorku JM4 (Brno – Střed, ulice Veveří) 102,39 mg·kg⁻¹, poté následuje vzorek JM2 (Brno – Jih, ulice Vídeňská) 97,36 mg·kg⁻¹, JM5 (Brno – Střed, ulice Pionýrská) 92,62 mg·kg⁻¹, JM3 (Brno – Střed, ulice Pellicova) 54,26 mg·kg⁻¹, JM6 (Brno – Střed, ulice Koliště) 47,39 mg·kg⁻¹ a nejmenší množství zinku bylo ve vzorku JM1 (Brno – Kníničky, ulice Ondrova) 33,58 mg·kg⁻¹.



Graf 34: Obsah zinku v půdních extraktech po extrakci brněnských vzorků kyselinou dusičnou

Z grafu 35 vyplývá, že zinek v ostravských vzorcích byl nejvíce zastoupen ve vzorku SM2 (Ostrava – Kunčice, ulice Vratimovská) 259,40 mg·kg⁻¹, pak následují vzorky SM3 (Ostrava – Bartovice, ulice Šenovská) 243,66 mg·kg⁻¹, SM6 (Ostrava – Slezská Ostrava, ulice Rudná) 228,01 mg·kg⁻¹, SM4 (Ostrava – Vítkovice, ulice Rudná) 222,61 mg·kg⁻¹, SM1 (Ostrava – Bartovice, ulice U Důlníků) 218,51 mg·kg⁻¹ a nakonec vzorek SM5 (Ostrava – Vítkovice, ulice Rudná) 216,39 mg·kg⁻¹.



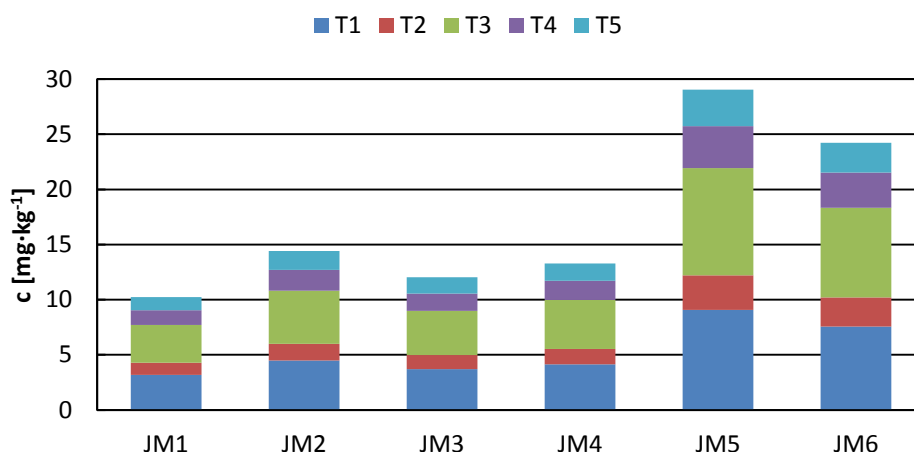
Graf 35: Obsah zinku v půdních extraktech po extrakci ostravských vzorků kyselinou dusičnou

4.2.5 Stanovení kadmia

Kadmium bylo stanoveno ve 12 vzorcích, z nichž polovina pocházela z Brna a polovina pocházela z Ostravy. U vzorků byla provedena Tessierova sekvenční extrakce, BCR sekvenční extrakce a extrakce kyselinou dusičnou. Stanovení množství kadmia v jednotlivých vzorcích bylo provedeno pomocí atomového absorpčního spektrometru s elektrotermickou atomizací AAS ZENit 60. Výsledky analýz jsou zobrazeny v grafech 36 – 41.

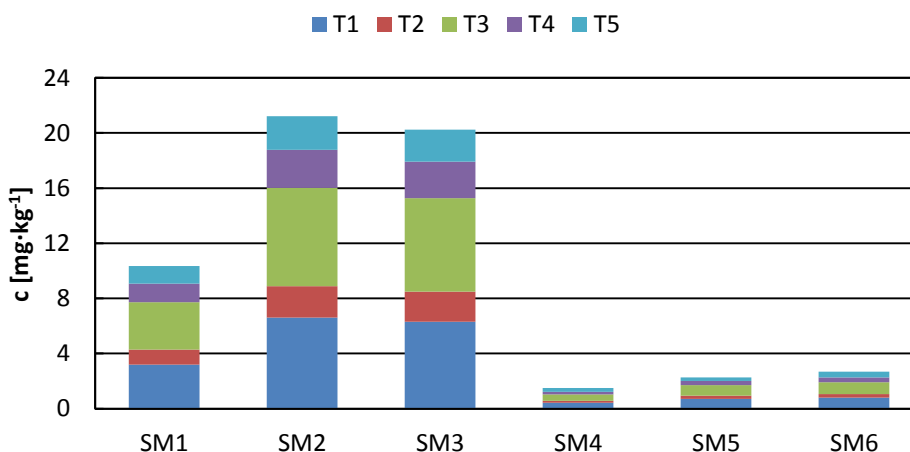
4.2.5.1 Sekvenční extrakce dle Tessiera

Z grafu 36 vyplývá, že největší množství kadmia bylo ve vzorku JM5 (Brno – Střed, ulice Pionýrská) 29,05 mg·kg⁻¹, nejméně kadmia pak bylo ve vzorku JM1 (Brno – Kníničky, ulice Ondrova) 10,25 mg·kg⁻¹. Nejvíce kadmia bylo uvolněno ve frakci vázané na oxidy a hydroxidy železa a manganu a ve frakci vyměnitelné. Naopak nejméně kadmia bylo zjištěno ve frakci vázané na karbonáty a ve frakci reziduální.



Graf 36: Obsah kadmia v půdních extraktech Tessierovy sekvenční extrakce brněnských vzorků

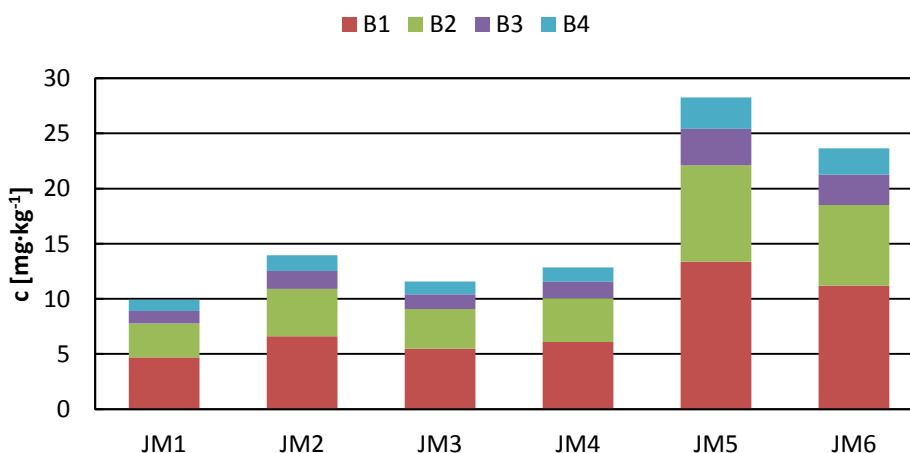
Z grafu 37 vyplývá, že u ostravských vzorků bylo nejvíce kadmia obsaženo ve vzorku SM2 (Ostrava – Kunčice, ulice Vratimovská) 21,22 mg·kg⁻¹ a SM3 (Ostrava – Bartovice, ulice Šenovská) 20,23 mg·kg⁻¹. Nejméně kadmia bylo ve vzorcích SM4 (Ostrava – Vítkovice, ulice Rudná) 1,51 mg·kg⁻¹, SM5 (Ostrava – Vítkovice, ulice Rudná) 2,27 mg·kg⁻¹ a SM6 (Ostrava – Slezská Ostrava, ulice Rudná) 2,69 mg·kg⁻¹. Ve frakci vázané na oxidy a hydroxidy železa a manganu a ve frakci vyměnitelné bylo kadmium obsaženo nejvíce. Nejménší zastoupení kadmia bylo ve frakci vázané na karbonáty a v reziduální frakci.



Graf 37: Obsah kadmia v půdních extraktech Tessierovy sekvenční extrakce ostravských vzorků

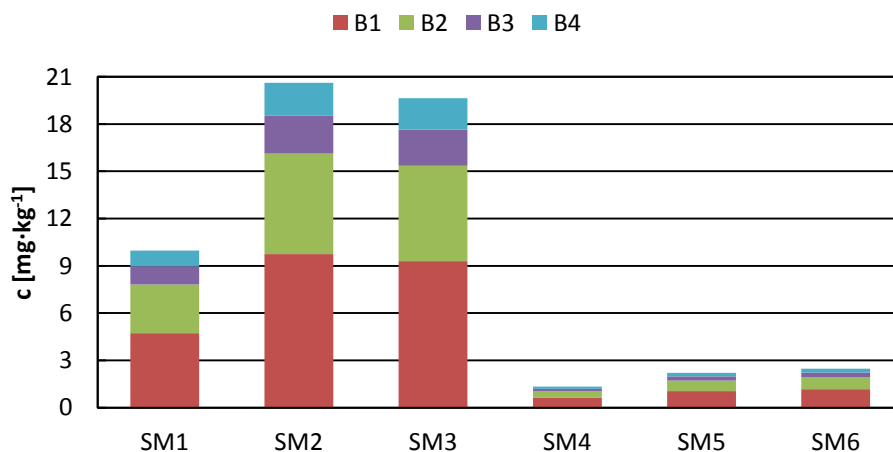
4.2.5.2 Sekvenční extrakce BCR

Z grafu 38 vyplývá, že kadmium v brněnských vzorcích bylo nejvíce obsaženo ve vzorku JM5 (Brno – Střed, ulice Pionýrská) 28,28 mg·kg⁻¹, nejméně kadmia pak bylo ve vzorku JM1 (Brno – Kníničky, ulice Ondrova) 9,91 mg·kg⁻¹. Nejvíce kadmia pak bylo stanoveno ve frakci vyměnitelné, vodou a kyselinou rozpustné. Nejméně kadmia bylo zjištěno ve frakci reziduální.



Graf 38: Obsah kadmia v půdních extraktech BCR sekvenční extrakce brněnských vzorků

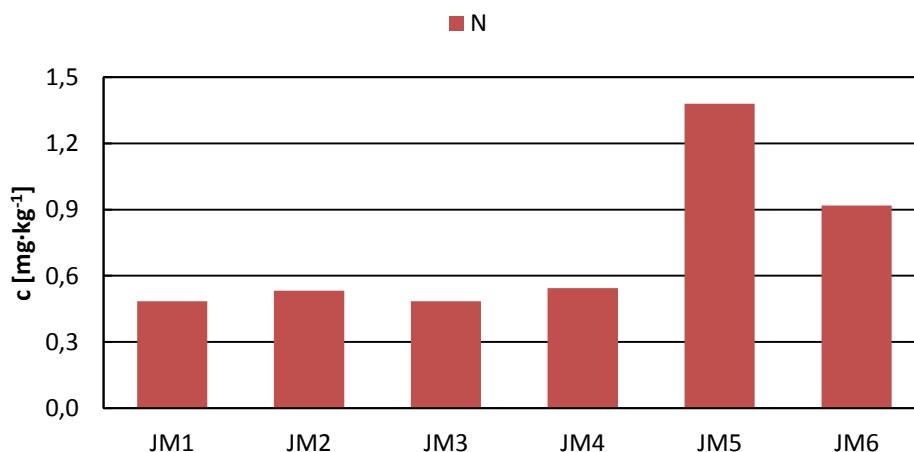
Z grafu 39 lze vyčíst, že nejvíce kadmia z ostravských vzorků bylo obsaženo ve vzorku SM2 (Ostrava – Kunčice, ulice Vratimovská) $20,62 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, nejméně kadmia bylo ve vzorku SM4 (Ostrava – Vítkovice, ulice Rudná) $1,34 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$. Ve frakci vyměnitelné, vodou a kyselinou rozpustné byl obsah kadmia nejvyšší. Nejnížší obsah kadmia byl ve frakci reziduální.



Graf 39: Obsah kadmia v půdních extraktech BCR sekvenční extrakce ostravských vzorků

4.2.5.3 Extrakce v kyselině dusičné

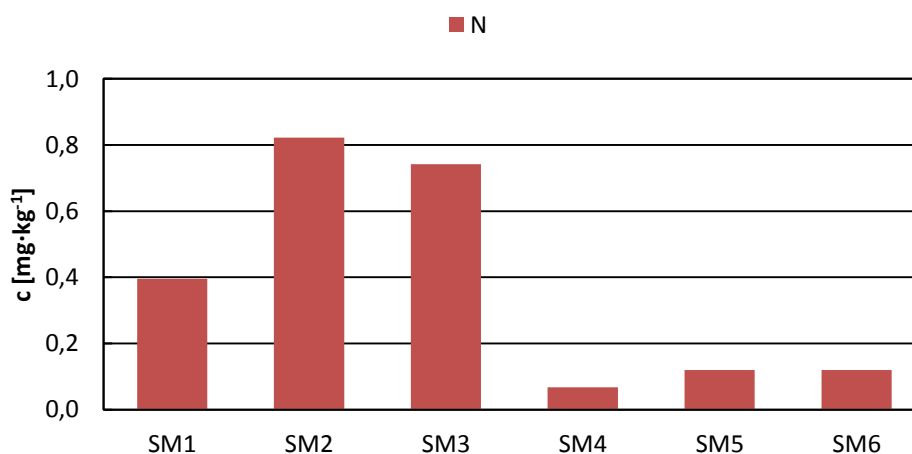
Z grafu 40 vyplývá, že největší množství kadmia bylo ve vzorku JM5 (Brno – Střed, ulice Pionýrská) $1,38 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, dále ve vzorcích JM6 (Brno – Střed, ulice Koliště) $0,92 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, JM4 (Brno – Střed, ulice Veveří) $0,54 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, JM2 (Brno – Jih, ulice Videňská) $0,53 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ a nejméně kadmia bylo ve vzorcích JM1 (Brno – Kníničky, ulice Ondrova) $0,48 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ a JM3 (Brno – Střed, ulice Pellicova) $0,48 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$.



Graf 40: Obsah kadmia v půdních extraktech po extrakci brněnských vzorků kyselinou dusičnou

Z grafu 41 vyplývá, že největší množství kadmia bylo ve vzorku SM2 (Ostrava – Kunčice, ulice Vratimovská) $0,82 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, dále ve vzorcích SM3 (Ostrava – Bartovice, ulice Šenovská) $0,74 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, SM1 (Ostrava – Bartovice, ulice U Důlnáků) $0,40 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, SM6 (Ostrava – Slezská Ostrava, ulice Rudná) $0,12 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, SM5 (Ostrava – Vítkovice, ulice

Rudná) $0,12 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ a nejméně kadmia bylo ve vzorku SM4 (Ostrava – Vítkovice, ulice Rudná) $0,07 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$.



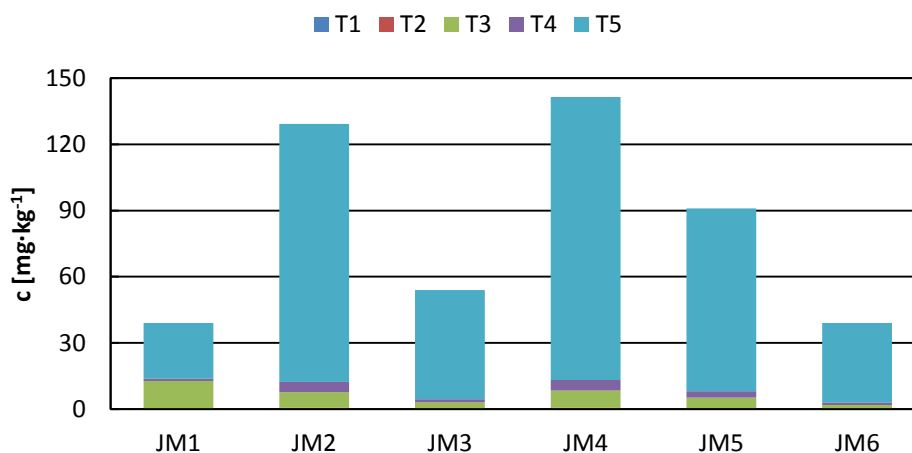
Graf 41: Obsah kadmia v půdních extraktech po extrakci ostravských vzorků kyselinou dusičnou

4.2.6 Stanovení vanadu

Vanad byl stanoven ve 12 vzorcích, ze kterých jedna polovina byla odebrána v Brně a druhá polovina byla odebrána v Ostravě. Byla provedena Tessierova sekvenční extrakce, BCR extrakce a extrakce kyselinou dusičnou. Stanovení množství vanadu bylo provedeno pomocí atomového absorpčního spektrometru s elektrotermickou atomizací AAS ZEEnit 60. Výsledky měření jsou graficky znázorněny v grafech 42 – 47.

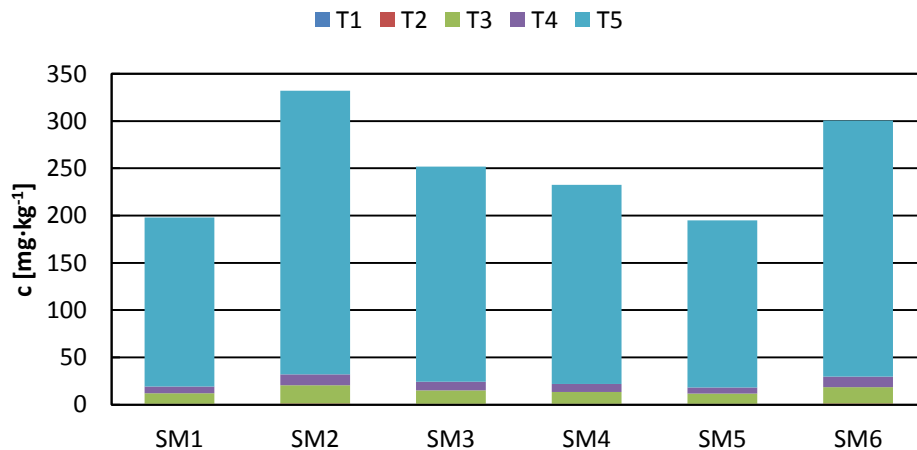
4.2.6.1 Sekvenční extrakce dle Tessiera

Graf 42 ukazuje, že nejvíce vanadem kontaminovaným vzorkem byl vzorek JM4 (Brno – Střed, ulice Veverí) $141,46 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, nejméně vanadu pak obsahoval vzorek JM1 (Brno – Kníničky, ulice Ondrova) $38,96 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$. Největší obsah vanadu byl v reziduální frakci. Nejméně vanadu bylo obsaženo ve frakci vyměnitelné a ve frakci vázané na karbonáty.



Graf 42: Obsah vanadu v půdních extraktech Tessierovy sekvenční extrakce brněnských vzorků

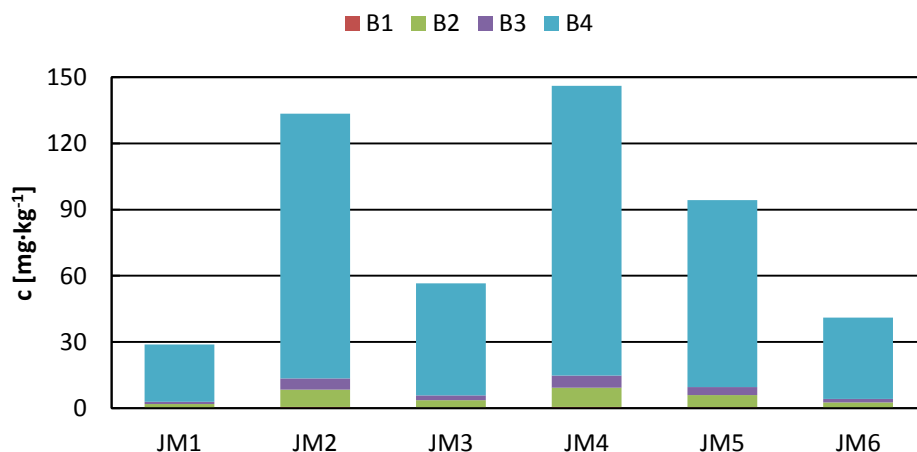
Graf 43 ukazuje, že nejvíce vanadu bylo ve vzorku SM2 (Ostrava – Kunčice, ulice Vratimovská) $332,08 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ a nejméně ve vzorku SM5 (Ostrava – Vítkovice, ulice Rudná) $195,03 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$. Největší zastoupení měl vanad v reziduální frakci, nejméně vanadu bylo obsaženo ve frakci vyměnitelné a frakci vázané na karbonáty.



Graf 43: Obsah vanadu v půdních extraktech Tessierovy sekvenční extrakce ostravských vzorků

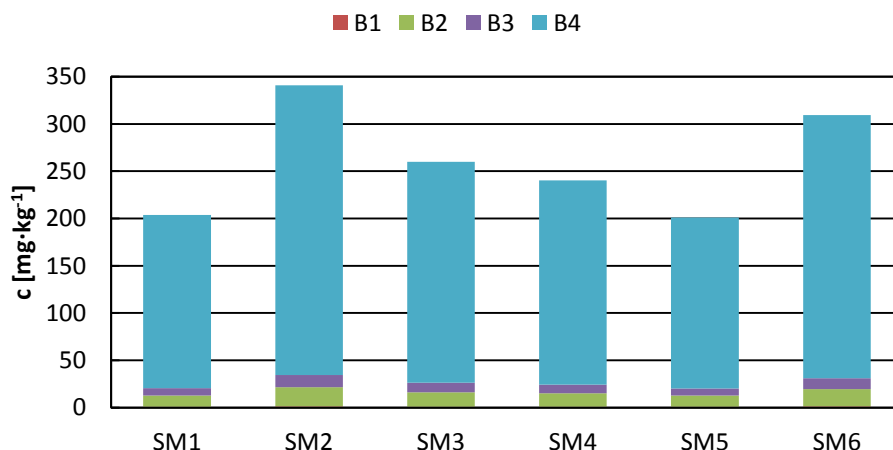
4.2.6.2 Sekvenční extrakce BCR

Z grafu 44 vyplývá, že nejvíce vanadu obsahoval vzorek JM4 (Brno – Střed, ulice Veverí) $146,07 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ a nejméně vanadu obsahoval vzorek JM1 (Brno – Kníničky, ulice Ondrova) $28,86 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$. Nejvyšší obsah vanadu byl v reziduální frakci. Nejmenší množství vanadu obsahovala frakce vyměnitelná, vodou a kyselinou rozpustná a frakce redukovatelná.



Graf 44: Obsah vanadu v půdních extraktech BCR sekvenční extrakce brněnských vzorků

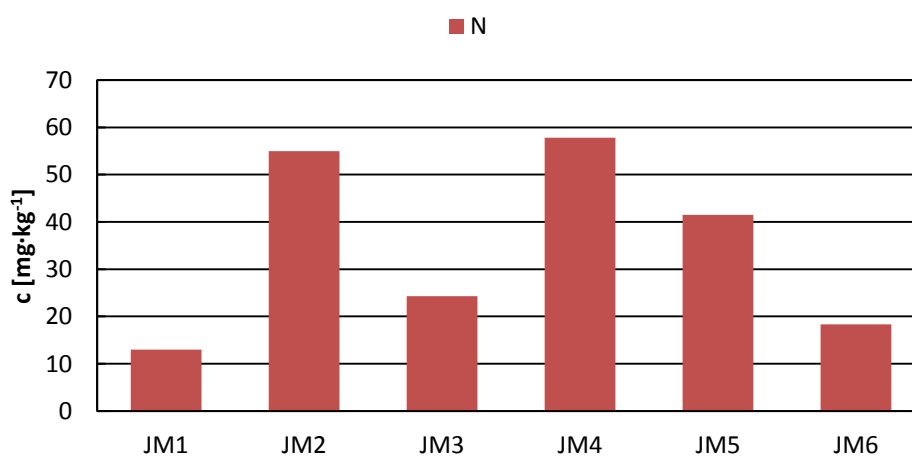
Graf 44 ukazuje, že nejvíce vanadu bylo ve vzorku SM2 (Ostrava – Kunčice, ulice Vratimovská) $340,89 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ a nejméně ve vzorku SM5 (Ostrava – Vítkovice, ulice Rudná) $201,19 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$. Největší zastoupení měl vanad v reziduální frakci, nejméně vanadu bylo obsaženo ve frakci vyměnitelné, vodou a kyselinou ředitelné a ve frakci redukovatelné.



Graf 45: Obsah vanadu v půdních extraktech BCR sekvenční extrakce ostravských vzorků

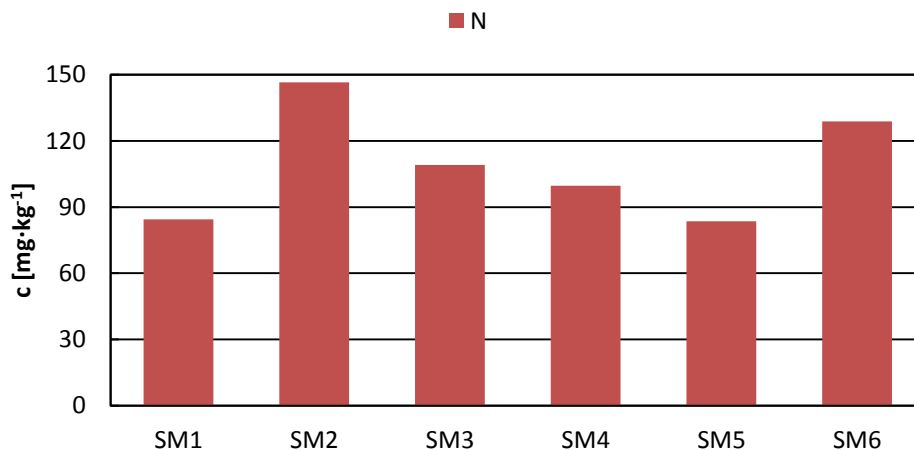
4.2.6.3 Extrakce v kyselině dusičné

Z grafu 40 vyplývá, že největší množství vanadu bylo ve vzorku JM4 (Brno – Střed, ulice Veveří) $57,83 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, dále ve vzorcích JM2 (Brno – Jih, ulice Vídeňská) $54,99 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, JM5 (Brno – Střed, ulice Pionýrská) $41,48 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, JM3 (Brno – Střed, ulice Pellicova) $24,30 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, JM6 (Brno – Střed, ulice Koliště) $18,30 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ a nejméně vanadu bylo ve vzorku JM1 (Brno – Kníničky, ulice Ondrova) $12,97 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$.



Graf 46: Obsah vanadu v půdních extraktech po extrakci brněnských vzorků kyselinou dusičnou

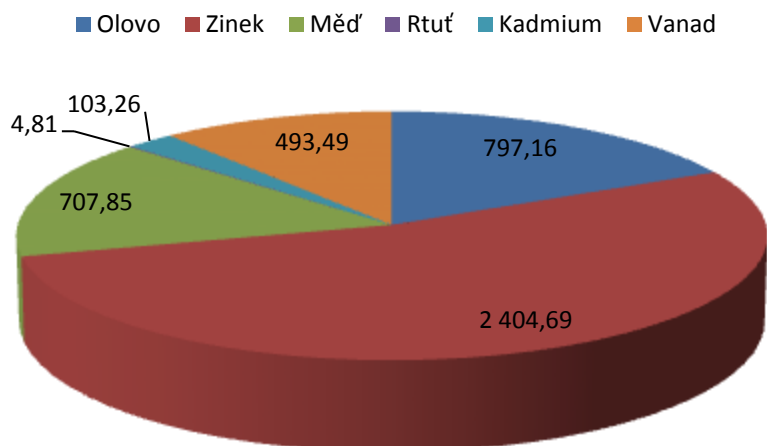
Z grafu 47 vyplývá, že největší množství vanadu bylo ve vzorku SM2 (Ostrava – Kunčice, ulice Vratimovská) $146,53 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, dále ve vzorcích SM6 (Ostrava – Slezská Ostrava, ulice Rudná) $128,79 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, SM3 (Ostrava – Bartovice, ulice Šenovská) $109,12 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, SM4 (Ostrava – Vítkovice, ulice Rudná) $99,69 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, SM1 (Ostrava – Bartovice, ulice U Důlnáků) $84,39 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ a nejméně vanadu bylo ve vzorku SM5 (Ostrava – Vítkovice, ulice Rudná) $83,57 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$.



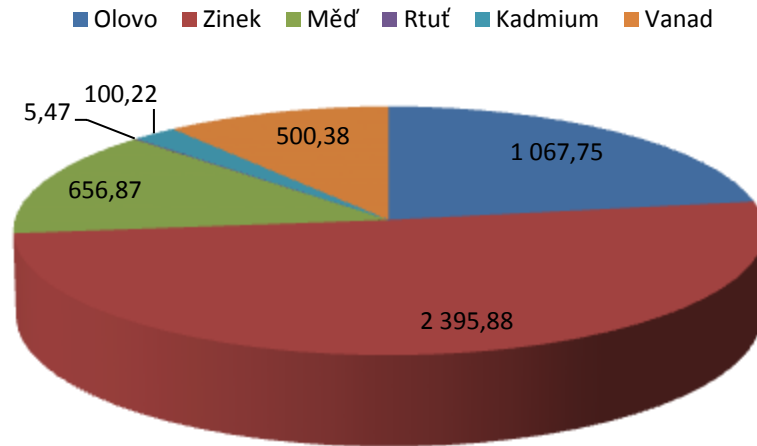
Graf 47: Obsah vanadu v půdních extraktech po extrakci ostravských vzorků kyselinou dusičnou

4.2.7 Srovnání extrakčních postupů

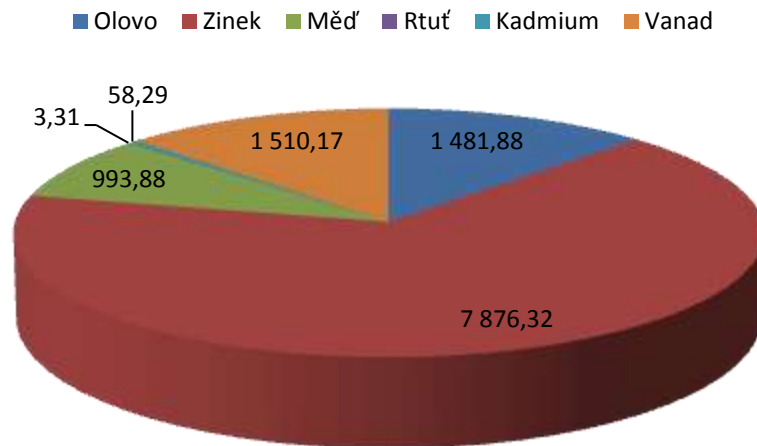
V grafech 48 – 51 jsou uvedeny hodnoty celkového vyextrahovaného množství rtuti, olova, mědi, zinku, kadmia a vanadu z brněnských vzorků (graf 48 a 49) a ostravských vzorků (graf 50 a 51).



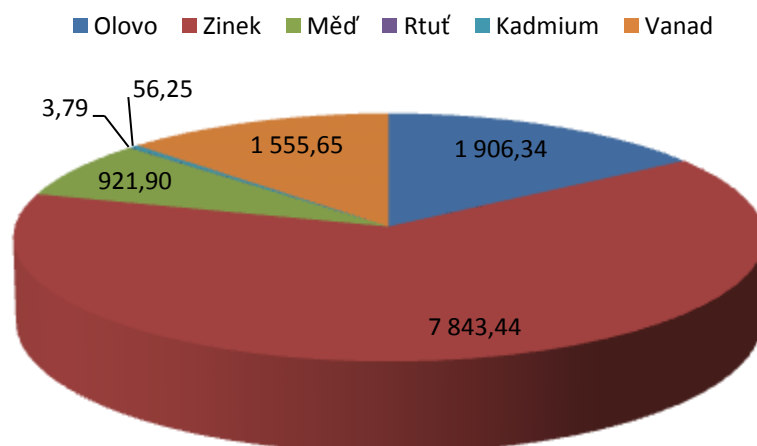
Graf 48: Celkové vyextrahované množství prvků [mg·kg⁻¹] ze vzorků z Brna sekvenční extrakcí dle Tessiera



Graf 49: Celkové vyextrahované množství prvků [mg·kg⁻¹] ze vzorků z Brna sekvenční extrakcí BCR



Graf 50: Celkové vyextrahované množství prvků [mg·kg⁻¹] ze vzorků z Ostravy sekvenční extrakcí dle Tessiera



Graf 51: Celkové vyextrahované množství prvků [$\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$] ze vzorků z Ostravy sekvenční extrakcí BCR

Z grafů 48 – 51 lze vyčíst, že celkové vyextrahované množství rtuti při použití Tessierovy sekvenční extrakce bylo $4,81 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ pro vzorky z Brna a $3,31 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ pro vzorky z Ostravy. Oproti tomu stanovené množství rtuti za použití BCR sekvenční extrakce bylo u brněnských vzorů $5,47 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ a u ostravských vzorků $3,79 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$.

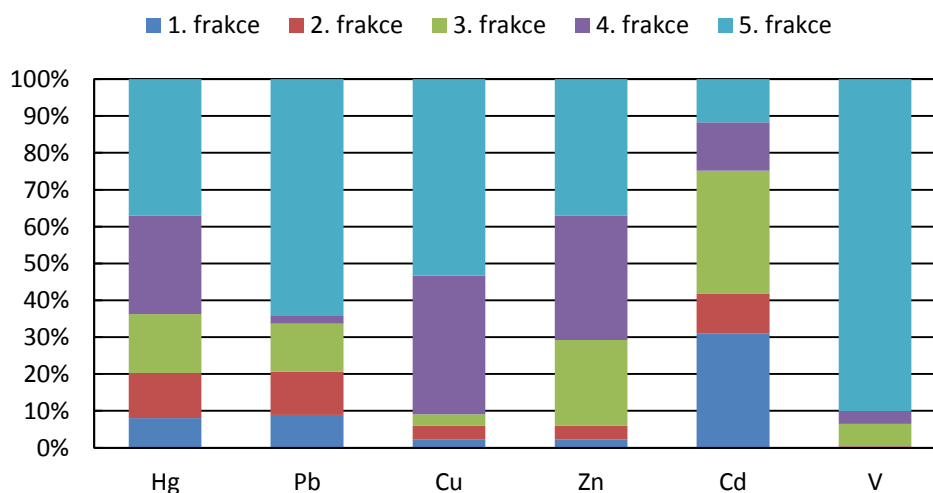
Celkové vyextrahované množství olova při použití Tessierovy sekvenční extrakce bylo $797,16 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ pro vzorky z Brna a $1481,88 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ pro vzorky z Ostravy. Stanovené množství olova za použití BCR sekvenční extrakce bylo u brněnských vzorů $1067,75 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ a u ostravských vzorků $1906,34 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$.

Celkové vyextrahované množství mědi při použití Tessierovy sekvenční extrakce bylo $707,85 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ pro vzorky z Brna a $993,88 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ pro vzorky z Ostravy. Stanovené množství mědi za použití BCR sekvenční extrakce bylo u brněnských vzorů $656,87 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ a u ostravských vzorků $921,90 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$.

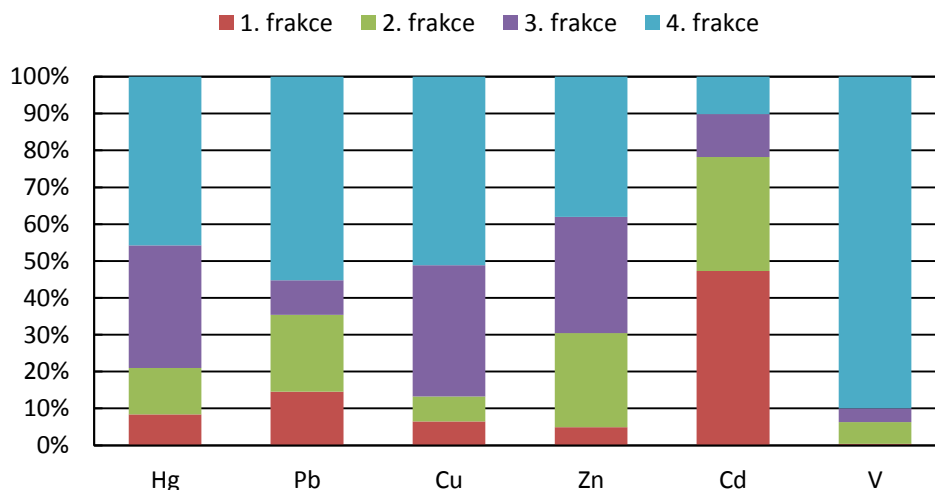
Celkové vyextrahované množství zinku při použití Tessierovy sekvenční extrakce bylo $2404,69 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ pro vzorky z Brna a $7876,32 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ pro vzorky z Ostravy. Stanovené množství zinku za použití BCR sekvenční extrakce bylo u brněnských vzorů $2395,88 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ a u ostravských vzorků $7843,44 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$.

Celkové vyextrahované množství kadmia při použití Tessierovy sekvenční extrakce bylo $103,26 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ pro vzorky z Brna a $58,29 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ pro vzorky z Ostravy. Stanovené množství kadmia za použití BCR sekvenční extrakce bylo u brněnských vzorů $100,22 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ a u ostravských vzorků $56,25 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$.

Celkové vyextrahované množství vanadu při použití Tessierovy sekvenční extrakce bylo $493,49 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ pro vzorky z Brna a $1510,17 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ pro vzorky z Ostravy. Stanovené množství vanadu za použití BCR sekvenční extrakce bylo u brněnských vzorů $500,38 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ a u ostravských vzorků $1555,65 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$.

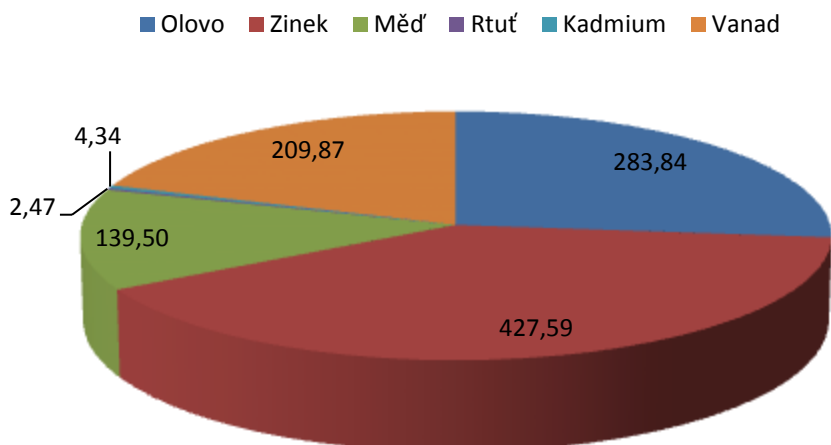


Graf 52: Celkové stanovené množství rizikových prvků v procentech pro jednotlivé frakce Tessierovy sekvenční extrakce

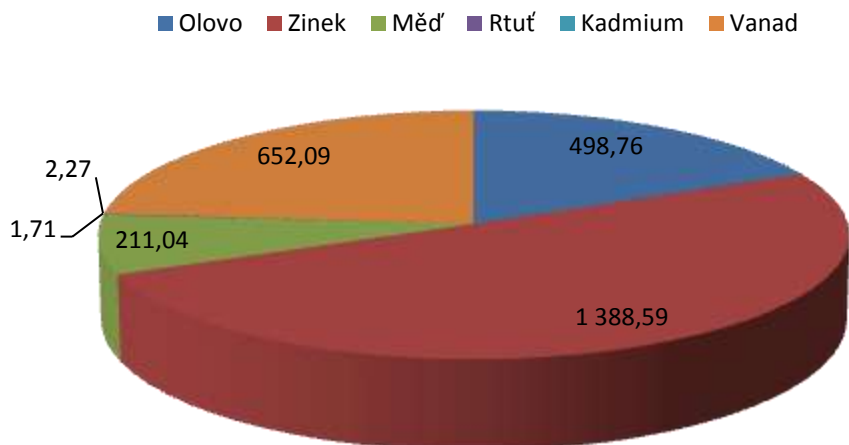


Graf 53: Celkové stanovené množství rizikových prvků v procentech pro jednotlivé frakce BCR sekvenční extrakce

Grafy 52 a 53 ukazují, že rizikové prvky jsou nejvíce mobilní v reziduální frakci, výjimku tvoří pouze kadmium, které je nejmobilnější ve frakci vyměnitelné (Tessier) a vyměnitelné, vodou a kyselinou rozpustné (BCR). V reziduální frakci bylo stanoveno 11,76 – 90,02 % z celkového vyextrahovaného množství jednotlivých rizikových prvků za použití Tessierovy sekvenční extrakce a 10,12 – 89,92 % za použití sekvenční extrakce BCR. Nejméně mobilní jsou stanovované rizikové prvky v prvních dvou frakcích Tessierovy sekvenční extrakce a v první frakci BCR sekvenční extrakce. Výjimkou je pouze výše zmíněné kadmium. Množství rizikových prvků ve vyměnitelné frakci se pohybovalo v rozmezí 0,10 – 31,07 %, ve frakci vázané na karbonáty v rozmezí 0,28 – 12,27 % a ve frakci vyměnitelné, vodou a kyselinou rozpustné 0,39 – 14,56 %. Ve frakci vázané na oxidy železa a manganu se množství rizikových prvků pohybovalo v rozmezí 3,13 – 33,43 %, respektive v redukovatelné frakci v rozmezí 5,89 – 30,93 %. Ve frakci vázané na organickou hmotu bylo množství rizikových prvků 2,12 – 37,59 %, v případě BCR sekvenční extrakce ve frakci oxidovatelné bylo množství rizikových prvků v rozmezí 3,80 – 35,63 %.



Graf 54: Celkové vyextrahované množství prvků [mg·kg⁻¹] ze vzorků z Brna kyselinou dusičnou



Graf 55: Celkové vyextrahované množství prvků [mg·kg⁻¹] ze vzorků z Ostravy kyselinou dusičnou

Z grafů 54 a 55 lze vyčíst, že extrakcí kyselinou dusičnou bylo stanoveno v brněnských vzorcích 2,47 mg·kg⁻¹ rtuti, 283,84 mg·kg⁻¹ olova, 139,50 mg·kg⁻¹ mědi, 427,59 mg·kg⁻¹ zinku, 4,34 mg·kg⁻¹ kadmia a 209,87 mg·kg⁻¹ vanadu. V ostravských vzorcích bylo stanoveno 1,71 mg·kg⁻¹ rtuti, 498,76 mg·kg⁻¹ olova, 211,04 mg·kg⁻¹ mědi, 1388,59 mg·kg⁻¹ zinku, 2,27 mg·kg⁻¹ kadmia a 652,09 mg·kg⁻¹ vanadu.

Z naměřených výsledků vyplývá, že ostravské vzorky jsou mnohem více zatíženy rizikovými prvky než vzorky brněnské. Například množství zinku v brněnských vzorcích je třikrát nižší než u ostravských vzorků. Zinek je zároveň nejvíce zastoupeným prvkem, jehož obsah v půdním extraktu u brněnských vzorků je zhruba dvakrát vyšší než obsah olova, které je druhým nejhojnějším prvkem v této oblasti. U ostravských vzorků je množství zinku téměř dvakrát vyšší než množství vanadu, ten je v této oblasti druhým nejvíce zastoupeným prvkem.

Ale ne všechny prvky jsou více zastoupeny v ostravských vzorcích, výjimku tvoří rtuť a kadmium, které jsou ve větším množství obsaženy u brněnských vzorků.

5 ZÁVĚR

Cílem této diplomové práce bylo stanovit vybrané rizikové prvky (rtuť, olovo, měď, zinek, kadmium a vanad) za použití sekvenční extrakce dle Tessiera a BCR sekvenční extrakce u reálných vzorků z Brna a Ostravy s různým antropogenním zatížením. Celkový počet zkoumaných vzorků byl dvanáct, z toho bylo šest vzorků z Brna a šest vzorků z Ostravy. Samotné stanovení obsahu rizikových prvků bylo provedeno pomocí atomové absorpční spektrometrie.

Teoretická část práce je věnována vlivu rizikových prvků na životní prostředí a jejich zdrojům. Dále je blíže rozebírána problematika sekvenčních extrakcí a metody stanovení rizikových prvků pomocí atomové absorpční spektrometrie.

V experimentální části bylo nejprve stanoveno pH půdních extraktů všech vzorků v 0,01 mol·l⁻¹ chloridu vápenatém, které bylo u všech vzorků velmi podobné, pohybovalo

se v rozmezí 6,72 – 7,71. Pouze u vzorků JM1 (Brno – Kníničky, ulice Ondrova) a SM1 (Ostrava – Bartovice, ulice U Důlnáků) byla hodnota pH nižší a to 6,21 a 5,28.

Dále byla provedena Tessierova sekvenční extrakce, BCR sekvenční extrakce a extrakce ve $2 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ kyselině dusičné.

Měření obsahu rizikových prvků v půdních extraktech bylo provedeno pomocí atomového absorpčního spektrometru, konkrétně rtuť byla měřena pomocí atomového absorpčního spektrometru pro analýzu rtuti AMA 254. Měření olova, mědi a zinku bylo provedeno pomocí atomového absorpčního spektrometru s plamenovou atomizací a nakonec stanovení kadmia a vanadu bylo provedeno pomocí atomového absorpčního spektrometru s elektrotermickou atomizací.

Na základě výsledků měření bylo zjištěno, že ostravské vzorky byly více kontaminovány olovem, mědí, zinkem a vanadem než vzorky brněnské. Ty pak byly více kontaminovány kadmíem a rtutí. Výsledky Tessierovy sekvenční extrakce byly srovnatelné s výsledky BCR sekvenční extrakce, u níž byly hodnoty mírně vyšší. Nejvíce mobilní byly rizikové prvky v reziduální frakci, z čehož vyplývá, že jejich mobilita v životním prostředí je značně limitována, vzhledem k podmínkám, které by musely nastat, aby došlo k jejich uvolnění. Naopak nejméně mobilní byly rizikové prvky ve frakci vyměnitelné, ve frakci vázané na karbonáty (Tessierova sekvenční extrakce) a ve frakci vyměnitelné, vodou a kyselinou rozpustné (BCR sekvenční extrakce). Dále bylo zjištěno, že nejhojněji se vyskytujícím rizikovým prvkem je zinek, který je následován olovem, vanadem a mědí. Naopak množství kadmia a rtuti bylo nejmenší.

6 SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ

- [1] LIU, Ping, Hai-jun ZHAO, Li-li WANG, Zhao-hui LIU, Jian-lin WEI, Yan-qin WANG, Li-hua JIANG, Liang DONG a Yu-feng ZHANG. Analysis of Heavy Metal Sources for Vegetable Soils from Shandong Province, China. *Agricultural Sciences in China*. 2011, roč. 10, č. 1, s. 109-119. ISSN 16712927. DOI: 10.1016/S1671-2927(11)60313-1.
- [2] GAO, Xuelu a Chen-Tung Arthur CHEN. Heavy metal pollution status in surface sediments of the coastal Bohai Bay. *Water Research*. 2012, roč. 46, č. 6, s. 1901-1911. ISSN 00431354. DOI: 10.1016/j.watres.2012.01.007.
- [3] GUO, Guanghui, Fengchang WU, Fazhi XIE a Ruiqing ZHANG. Spatial distribution and pollution assessment of heavy metals in urban soils from southwest China. *Journal of Environmental Sciences*. 2012, roč. 24, č. 3, s. 410-418. ISSN 10010742. DOI: 10.1016/S1001-0742(11)60762-6.
- [4] YOU, Dongmei, Jiaogen ZHOU, Jihua WANG, Zhihong MA a Ligang PAN. Analysis of relations of heavy metal accumulation with land utilization using the positive and negative association rule method. *Mathematical and Computer Modelling*. 2011, roč. 54, 3-4, s. 1005-1009. ISSN 08957177. DOI: 10.1016/j.mcm.2010.11.028.
- [5] ZHANG, Wei wei a Jian zhang MA. Waterbirds as bioindicators of wetland heavy metal pollution. *Procedia Environmental Sciences*. 2011, roč. 10, s. 2769-2774. ISSN 18780296. DOI: 10.1016/j.proenv.2011.09.429.
- [6] SHERAMETI, Irena a Ajit VARMA. *Detoxification of heavy metals*. New York: Springer, 2011, 448 s. ISBN 36-422-1408-8.
- [7] SHERAMETI, Irena a Ajit VARMA. *Soil heavy metals*. New York: Springer, 2009, 492 s. ISBN 978-364-2024-351.
- [8] SELIM, H. Magdi a Iskandar K. ISKANDAR. *Fate and transport of heavy metals in the vadose zone*. Boca Raton, Florida: Lewis Publishers, 1999, 328 s. ISBN 08-493-4112-4.
- [9] SUD, Dhiraj, Garima MAHAJAN a M. P. KAUR. Agricultural waste material as potential adsorbent for sequestering heavy metal ions from aqueous solutions – A review. *Bioresource Technology*. 2008, roč. 99, č. 14, s. 6017-6027. ISSN 09608524. DOI: 10.1016/j.biortech.2007.11.064.
- [10] LIN, Yu-Pin, Bai-You CHENG, Hone-Jay CHU, Tsun-Kuo CHANG a Hwa-Lung YU. Assessing how heavy metal pollution and human activity are related by using logistic regression and kriging methods. *Geoderma*. 2011, roč. 163, 3-4, s. 275-282. ISSN 00167061. DOI: 10.1016/j.geoderma.2011.05.004.

- [11] YE, Chen, Siyue LI, Yulong ZHANG a Quanfa ZHANG. Assessing soil heavy metal pollution in the water-level-fluctuation zone of the Three Gorges Reservoir, China. *Journal of Hazardous Materials*. 2011, roč. 191, 1-3, s. 366-372. ISSN 03043894. DOI: 10.1016/j.jhazmat.2011.04.090.
- [12] YANG, Zhongping, Wenxi LU, Yuqiao LONG, Xinhua BAO a Qingchun YANG. Assessment of heavy metals contamination in urban topsoil from Changchun City, China. *Journal of Geochemical Exploration*. 2011, roč. 108, č. 1, s. 27-38. ISSN 03756742. DOI: 10.1016/j.gexplo.2010.09.006.
- [13] BARAKAT, M. A. New trends in removing heavy metals from industrial wastewater. *Arabian Journal of Chemistry*. 2011, roč. 4, č. 4, s. 361-377. ISSN 18785352. DOI: 10.1016/j.arabjc.2010.07.019.
- [14] WEI, Binggan a Linsheng YANG. A review of heavy metal contaminations in urban soils, urban road dusts and agricultural soils from China. *Microchemical Journal*. 2010, roč. 94, č. 2, s. 99-107. ISSN 0026265x. DOI: 10.1016/j.microc.2009.09.014.
- [15] CAI, Limei, Zhencheng XU, Mingzhong REN, Qingwei GUO, Xibang HU, Guocheng HU, Hongfu WAN a Pingan PENG. Source identification of eight hazardous heavy metals in agricultural soils of Huizhou, Guangdong Province, China. *Ecotoxicology and Environmental Safety*. 2012, roč. 78, s. 2-8. ISSN 01476513. DOI: 10.1016/j.ecoenv.2011.07.004.
- [16] ISSARO, N., C. ABI-GHANEM a A. BERMOND. Fractionation studies of mercury in soils and sediments: A review of the chemical reagents used for mercury extraction. *Analytica Chimica Acta*. 2009, roč. 631, č. 1, s. 1-12. ISSN 00032670. DOI: 10.1016/j.aca.2008.10.020.
- [17] YORIFUJI, Takashi, Toshihide TSUDA, Saori KASHIMA, Soshi TAKAO a Masazumi HARADA. Long-term exposure to methylmercury and its effects on hypertension in Minamata. *Environmental Research*. 2010, roč. 110, č. 1, s. 40-46. ISSN 00139351. DOI: 10.1016/j.envres.2009.10.011.
- [18] COVELLI, Stefano, Ioanna PROTOPSALTI, Alessandro ACQUAVITA, Marcelo SPERLE, Maurizio BONARDI a Andrea EMILI. Spatial variation, speciation and sedimentary records of mercury in the Guanabara Bay (Rio de Janeiro, Brazil). *Continental Shelf Research*. 2012, roč. 35, s. 29-42. ISSN 02784343. DOI: 10.1016/j.csr.2011.12.003.
- [19] BRADL, Heike B. *Heavy metals in the environment*. Amsterdam: Elsevier, 2005, 269 s. ISBN 01-208-8381-3.
- [20] ZUBER, Sharon L. a Michael C. NEWMAN. *Mercury pollution: A transdisciplinary treatment*. Boca Raton, Florida: CRC Press, 2012, 256 s. ISBN 978-143-9833-841.
- [21] PÉREZ-SANZ, Araceli, Rocío MILLÁN, M. José SIERRA, Remedios ALARCÓN, Pilar GARCÍA, Mar GIL-DÍAZ, Saúl VAZQUEZ a M. Carmen LOBO. Mercury uptake by *Silene vulgaris* grown on contaminated spiked soils. *Journal of Environmental Management*. 2012, roč. 95, S233-S237. ISSN 03014797. DOI: 10.1016/j.jenvman.2010.07.018.

- [22] ROSE, Neil L., Handong YANG, Simon D. TURNER a Gavin L. SIMPSON. An assessment of the mechanisms for the transfer of lead and mercury from atmospherically contaminated organic soils to lake sediments with particular reference to Scotland, UK. *Geochimica et Cosmochimica Acta*. 2012, roč. 82, s. 113-135. ISSN 00167037. DOI: 10.1016/j.gca.2010.12.026.
- [23] WANG, Yukun, Shutao GAO, Xiaohuan ZANG, Jingci LI a Jingjun MA. Graphene-based solid-phase extraction combined with flame atomic absorption spectrometry for a sensitive determination of trace amounts of lead in environmental water and vegetable samples. *Analytica Chimica Acta*. 2012, roč. 716, s. 112-118. ISSN 00032670. DOI: 10.1016/j.aca.2011.12.007.
- [24] SCHWARZ, K., Steward T. A. PICKETT, Richard G. LATHROP, Kathleen C. WEATHERS, Richard V. POUYAT a Mary L. CADENASSO. The effects of the urban built environment on the spatial distribution of lead in residential soils. *Environmental Pollution*. 2012, roč. 163, s. 32-39. ISSN 02697491. DOI: 10.1016/j.envpol.2011.12.003.
- [25] MOHAMMADI, Sayed Zia, Tayebah SHAMSPUR, Daryoush AFZALI, Mohammad Ali TAHER a Yar Mohammad BAGHELANI. Applicability of cloud point extraction for the separation trace amount of lead ion in environmental and biological samples prior to determination by flame atomic absorption spectrometry. *Arabian Journal of Chemistry*. 2011, s. -. ISSN 18785352. DOI: 10.1016/j.arabjc.2011.07.003. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1878535211001869>
- [26] SMITH, Euan, John WEBER, Ravi NAIDU, Ronald G. MCLAREN a Albert L. JUHASZ. Assessment of lead bioaccessibility in peri-urban contaminated soils. *Journal of Hazardous Materials*. 2011, roč. 186, č. 1, s. 300-305. ISSN 03043894. DOI: 10.1016/j.jhazmat.2010.10.111.
- [27] LAIDLAW, Mark A. S. a Mark P. TAYLOR. Potential for childhood lead poisoning in the inner cities of Australia due to exposure to lead in soil dust. *Environmental Pollution*. 2011, roč. 159, č. 1, s. 1-9. ISSN 02697491. DOI: 10.1016/j.envpol.2010.08.020.
- [28] KHANI, Rouhollah, Farzaneh SHEMIRANI a Behrooz MAJIDI. Combination of dispersive liquid – liquid microextraction and flame atomic absorption spectrometry for preconcentration and determination of copper in water samples. *Desalination*. 2011, roč. 266, 1-3, s. 238-243. ISSN 00119164. DOI: 10.1016/j.desal.2010.08.032.
- [29] TOBIASZ, Anna, Stanisław WALAS, Lucyna LANDOWSKA a Jadwiga KONEFAŁ-GÓRAL. Improvement of copper FAAS determination conditions via preconcentration procedure with the use of salicylaldoxime complex trapped in polymer matrix. *Talanta*. 2012, s. -. ISSN 00399140. DOI: 10.1016/j.talanta.2012.02.005. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0039914012001130>

- [30] NABULO, Grace, Hannington ORYEM-ORIGA a Miriam DIAMOND. Assessment of lead, cadmium, and zinc contamination of roadside soils, surface films, and vegetables in Kampala City, Uganda. *Environmental Research*. 2006, roč. 101, č. 1, s. 42-52. ISSN 00139351. DOI: 10.1016/j.envres.2005.12.016.
- [31] NAN, Zhongren, Jijun LI, Jianming ZHANG a Guodong CHENG. Cadmium and zinc interactions and their transfer in soil-crop system under actual field conditions. *Science of The Total Environment*. 2002, roč. 285, 1-3, s. 187-195. ISSN 00489697. DOI: 10.1016/S0048-9697(01)00919-6.
- [32] DA SILVA, Erik G. P., Ana Carolina do N. SANTOS, Antônio C. S. COSTA, Dalva M. da N. FORTUNATO, Nádia M. JOSÉ, Maria G. A. KORN, Walter N. L. DOS SANTOS a Sérgio L. C. FERREIRA. Determination of manganese and zinc in powdered chocolate samples by slurry sampling using sequential multi-element flame atomic absorption spectrometry. *Microchemical Journal*. 2006, roč. 82, č. 2, s. 159-162. ISSN 0026265x. DOI: 10.1016/j.microc.2006.01.008.
- [33] ARIAS, M., C. PÉREZ-NOVO, E. LÓPEZ a B. SOTO. Competitive adsorption and desorption of copper and zinc in acid soils. *Geoderma*. 2006, roč. 133, 3-4, s. 151-159. ISSN 00167061. DOI: 10.1016/j.geoderma.2005.07.002.
- [34] PÁSCOA, Ricardo N. M. J., Ildikó V. TÓTH a António O. S. S. RANGEL. Spectrophotometric determination of zinc and copper in a multi-syringe flow injection analysis system using a liquid waveguide capillary cell: Application to natural waters. *Talanta*. 2011, roč. 84, č. 5, s. 1267-1272. ISSN 00399140. DOI: 10.1016/j.talanta.2011.01.023.
- [35] HANC, Ales, Pavel TLUSTOS, Jirina SZAKOVA a Jan HABART. Changes in cadmium mobility during composting and after soil application. *Waste Management*. 2009, roč. 29, č. 8, s. 2282-2288. ISSN 0956053x. DOI: 10.1016/j.wasman.2009.03.027.
- [36] DALALI, N., H. YAVARIZADEH a Y. K. AGRAWAL. Separation of zinc and cadmium from nickel and cobalt by facilitated transport through bulk liquid membrane using trioctyl methyl ammonium chloride as carrier. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*. 2012, roč. 18, č. 3, s. 1001-1005. ISSN 1226086x. DOI: 10.1016/j.jiec.2011.11.151.
- [37] WANG, Zaosheng, YAN, Hainan KONG a Deyi WU. *Mechanisms of cadmium toxicity to various trophic saltwater organisms*. New York: Nova Science Publishers, 2010, 72 s. ISBN 978-161-4702-337.
- [38] HIMENO, Seiichiro, Takahiro YANAGIYA a Hitomi FUJISHIRO. The role of zinc transporters in cadmium and manganese transport in mammalian cells. *Biochimie*. 2009, roč. 91, č. 10, s. 1218-1222. ISSN 03009084. DOI: 10.1016/j.biochi.2009.04.002.

- [39] DI NATALE, F., M. DI NATALE, R. GRECO, A. LANCIA, C. LAUDANTE a D. MUSMARRA. Groundwater protection from cadmium contamination by permeable reactive barriers. *Journal of Hazardous Materials*. 2008, roč. 160, 2-3, s. 428-434. ISSN 03043894. DOI: 10.1016/j.jhazmat.2008.03.015.
- [40] LIU, Xiaoli, Shuzhen ZHANG, Xiao-quan SHAN a Peter CHRISTIE. Combined toxicity of cadmium and arsenate to wheat seedlings and plant uptake and antioxidative enzyme responses to cadmium and arsenate co-contamination. *Ecotoxicology and Environmental Safety*. 2007, roč. 68, č. 2, s. 305-313. ISSN 01476513. DOI: 10.1016/j.ecoenv.2006.11.001.
- [41] REHDER, Dieter. *Bioinorganic vanadium chemistry*. Hoboken, NJ: John Wiley, 2008, 213 s. ISBN 04-700-6516-8.
- [42] KHAN, Sumaira, Tasneem Gul KAZI, Nida Fatima KOLACHI, Jameel Ahmed BAIG, Hassan Imran AFRIDI, Abdul Qadir SHAH, Sham KUMAR a Faheem SHAH. Hazardous impact and translocation of vanadium (V) species from soil to different vegetables and grasses grown in the vicinity of thermal power plant. *Journal of Hazardous Materials*. 2011, roč. 190, 1-3, s. 738-743. ISSN 03043894. DOI: 10.1016/j.jhazmat.2011.03.105.
- [43] FILIK, Hayati, Zeynep YANAZ a Reşat APAK. Selective determination of total vanadium in water samples by cloud point extraction of its ternary complex. *Analytica Chimica Acta*. 2008, roč. 620, 1-2, s. 27-33. ISSN 00032670. DOI: 10.1016/j.aca.2008.05.024.
- [44] ŽEMBERYOVÁ, M., R. JANKOVIČ, I. HAGAROVÁ a H.-M. KUSS. Electrothermal atomic absorption spectrometric determination of vanadium in extracts of soil and sewage sludge certified reference materials after fractionation by means of the Communities Bureau of Reference modified sequential extraction procedure. *Spectrochimica acta. Part B: Atomic spectroscopy*. 2007, roč. 62, č. 5, s. 509-513. ISSN 0584-8547. DOI: 10.1016/j.sab.2007.05.004.
- [45] ABOLLINO, Ornella, Mery MALANDRINO, Agnese GIACOMINO a Edoardo MENTASTI. The role of chemometrics in single and sequential extraction assays: A review. *Analytica Chimica Acta*. 2011, roč. 688, č. 2, s. 104-121. ISSN 00032670. DOI: 10.1016/j.aca.2010.12.020.
- [46] NEMATI, Keivan, Nor Kartini Abu BAKAR a Mhd Radzi ABAS. Investigation of heavy metals mobility in shrimp aquaculture sludge? Comparison of two sequential extraction procedures. *Microchemical Journal*. 2009, roč. 91, č. 2, s. 227-231. ISSN 0026265x. DOI: 10.1016/j.microc.2008.12.001.
- [47] LELEYTER, Lydia a Fabienne BARAUD. Évaluation de la mobilité des métaux dans les sédiments fluviaux du bassin de la Vire (Normandie, France) par extractions simples ou séquentielles. *Comptes Rendus Geoscience*. 2005, roč. 337, č. 6, s. 571-579. ISSN 16310713. DOI: 10.1016/j.crte.2005.01.001.

- [48] REID, Miriam Katherine, Kate L. SPENCER a Laura SHOTBOLT. An appraisal of microwave-assisted Tessier and BCR sequential extraction methods for the analysis of metals in sediments and soils. *Journal of Soils and Sediments*. 2011, roč. 11, č. 3, s. 518-528. ISSN 1439-0108. DOI: 10.1007/s11368-011-0340-9.
- [49] TOKALIOĞLU, Şerif, Şenol KARTAL a Gökhan BİROL. Application of a Three-Stage Sequential Extraction Procedure for the Determination of Extractable Metal Contents in Highway Soils. *Turkish Journal of Chemistry*. 2003, roč. 27, č. 3, s. 333-346. ISSN 13000527.
- [50] KRASNODEBSKA-OSTRĘGA, Beata, Joanna PAŁDYNA, Joanna KOWALSKA, Łukasz JEDYNAK a Jerzy GOLIMOWSKI. Fractionation study in bioleached metallurgy wastes using six-step sequential extraction. *Journal of Hazardous Materials*. Amsterdam: De Bezige Bij, 2009-08-15, roč. 167, 1-3, s. 128-135. ISSN 03043894. DOI: 10.1016/j.jhazmat.2008.12.091.
- [51] PAPASSIOPI, Nymphodora, Athina KONTOYIANNI, Katerina VAXEVANIDOU a Anthimos XENIDIS. Assessment of chromium biostabilization in contaminated soils using standard leaching and sequential extraction techniques. *Science of The Total Environment*. 2009, roč. 407, č. 2, s. 925-936. ISSN 00489697. DOI: 10.1016/j.scitotenv.2008.09.020.
- [52] MOSSOP, Katherine F. a Christine M DAVIDSON. Comparison of original and modified BCR sequential extraction procedures for the fractionation of copper, iron, lead, manganese and zinc in soils and sediments. *Analytica Chimica Acta*. 2003, roč. 478, č. 1, s. 111-118. ISSN 00032670. DOI: 10.1016/S0003-2670(02)01485-X.
- [53] KIRATLI, N. a M. ERGIN. Partitioning of heavy metals in surface Black Sea sediments. *Applied Geochemistry*. 1996, roč. 11, č. 6, s. 775-788. ISSN 08832927. DOI: 10.1016/S0883-2927(96)00037-6.
- [54] TESSIER, A., P. G. C. CAMPBELL a M. BISSON. Sequential extraction procedure for the speciation of particulate trace metals. *Analytical Chemistry*. 1979, roč. 51, č. 7, s. 844-851. ISSN 0003-2700. DOI: 10.1021/ac50043a017.
- [55] HUANG, Su-Jeng, Cheng-Yuan CHANG, Do Trong MUI, Fang-Chih CHANG, Ming-Yu LEE a Chu-Fang WANG. Sequential extraction for evaluating the leaching behavior of selected elements in municipal solid waste incineration fly ash. *Journal of Hazardous Materials*. 2007, roč. 149, č. 1, s. 180-188. ISSN 03043894. DOI: 10.1016/j.jhazmat.2007.03.067.
- [56] VAN HERCK, Peter a Carlo VANDECASTEELE. Evaluation of the use of a sequential extraction procedure for the characterization and treatment of metal containing solid waste. *Waste Management*. 2001, roč. 21, č. 8, s. 685-694. ISSN 0956053x. DOI: 10.1016/S0956-053X(01)00011-3.

- [57] LÃ, Otavio Raymundo, Cristina Maria BARRA, Nelson Moura Brasil do AMARAL SOBRINHO, Nelson MAZUR a Ary Carlos Xavier VELLOSO. Avaliação dos métodos de extração sequencial de Tessier, Keller e Miller na determinação de ferro nativo em três tipos de solos: Orgânico, brunizem e latossolo. *Química Nova*. 2003, roč. 26, č. 3, s. 323-330. ISSN 0100-4042. DOI: 10.1590/S0100-40422003000300007.
- [58] NEMATI, Keivan, Nor Kartini ABU BAKAR, Elham SOBHANZADEH a Mhd Radzi ABAS. A modification of the BCR sequential extraction procedure to investigate the potential mobility of copper and zinc in shrimp aquaculture sludge. *Microchemical Journal*. 2009, roč. 92, č. 2, s. 165-169. ISSN 0026265x. DOI: 10.1016/j.microc.2009.03.002.
- [59] GLEYZES, Christine, Sylvaine TELLIER a Michel ASTRUC. Fractionation studies of trace elements in contaminated soils and sediments: A review of sequential extraction procedures. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*. 2002, roč. 21, 6-7, s. 451-467. ISSN 01659936. DOI: 10.1016/S0165-9936(02)00603-9.
- [60] FUENTES, Ana, LLORÉNS, José SÁEZ, Antonio SOLER, M. Isabel AGUILAR, Juan F. ORTUÑO a Victor F. MESEGUER. Simple and sequential extractions of heavy metals from different sewage sludges. *Chemosphere*. 2004, roč. 54, č. 8, s. 1039-1047. ISSN 00456535. DOI: 10.1016/j.chemosphere.2003.10.029.
- [61] RAO, Chebrolu Rama Mohan, Angels SAHUQUILLO a Jose Fermin LOPEZ-SANCHEZ. Comparison of single and sequential extraction procedures for the study of rare earth elements remobilisation in different types of soils. *Analytica Chimica Acta*. 2010, roč. 662, č. 2, s. 128-136. ISSN 00032670. DOI: 10.1016/j.aca.2010.01.006.
- [62] USERO, J., M. GAMERO, J. MORILLO a I. GRACIA. Comparative study of three sequential extraction procedures for metals in marine sediments. *Environment International*. 1998, roč. 24, č. 4, s. 487-496. ISSN 01604120. DOI: 10.1016/S0160-4120(98)00028-2.
- [63] LI, Xiangdong, Barry J. COLES, Michael H. RAMSEY a Iain THORNTON. Sequential extraction of soils for multielement analysis by ICP-AES. *Chemical Geology*. 1995, roč. 124, 1-2, s. 109-123. ISSN 00092541. DOI: 10.1016/0009-2541(95)00029-L.
- [64] WIESE, S. B. O'Reilly, R. H. C. EMMERSON, C. L. MACLEOD a J. N. LESTER. Trends in the Solid Phase Partitioning of Metals in the Thames Estuary Sediments during Recent Decades. *Estuaries*. 1997, roč. 20, č. 3, s. 494-503. ISSN 01608347. DOI: 10.2307/1352609.
- [65] YU, Kuang-Chung, Li-Jyur TSAI, Shih-Hsiung CHEN a Shien-Tsong HO. Correlation analyses on binding behavior of heavy metals with sediment matrices. *Water Research*. 2001, roč. 35, č. 10, s. 2417-2428. ISSN 00431354. DOI: 10.1016/S0043-1354(00)00518-2.

- [66] KENKEL, John. *Analytical chemistry for technicians*. Boca Raton: Lewis Publishers, 2003, 554 s. ISBN 15-667-0519-3.
- [67] BROEKAERT, José A. C. *Analytical atomic spectrometry with flames and plasmas*. Weinheim: Wiley-VCH, 2002, 364 s. ISBN 35-273-0146-1.
- [68] GÜNZLER, Helmut a Alex WILLIAMS. *Handbook of analytical techniques*. Weinheim: Wiley-VCH, 2001, 559 s. ISBN 35-273-0165-8.
- [69] MEYERS, Robert A. *Encyclopedia of analytical chemistry: Applications, theory, and instrumentation*. New York: Wiley, 2000, 1513970 s. ISBN 04-719-7670-9.
- [70] FLANAGAN, Robert James. *Fundamentals of analytical toxicology*. Hoboken, NJ: John Wiley, 2007, 505 s. ISBN 04-703-1935-6.
- [71] HARVEY, David. *Modern analytical chemistry*. Boston: McGraw-Hill, 2000, 798 s. ISBN 00-711-6953-9.
- [72] NĚMCOVÁ, Irena, Ludmila ČERMÁKOVÁ a Petr RYCHLOVSKÝ. *Spektrometrické analytické metody I*. Praha: Karolinum, 2004, 166 s. ISBN 80-246-0776-X.
- [73] Laboratoře geologických ústavů: Přírodovědecké fakulty Univerzity Karlovy v Praze. [Http://www.natur.cuni.cz](http://www.natur.cuni.cz) [online]. 2007 [cit. 2012-05-06]. Dostupné z: <http://www.natur.cuni.cz/geologie/laboratore/laboratore-a-metody/analyzator-rtuti-ama-254>
- [74] MACDOUGALL, Daniel. a Warren B. CRUMMETT. Guidelines for data acquisition and data quality evaluation in environmental chemistry. *Analytical Chemistry*. 1980, roč. 52, č. 14, s. 2242-2249. ISSN 0003-2700. DOI: 10.1021/ac50064a004.
- [75] ČSN ISO 8466. *Kalibrace a hodnocení analytických metod a určení jejich charakteristik*. Český normalizační institut, 1994.
- [76] MELOUN, Milan a Jiří MILITKÝ. *Statistické zpracování experimentálních dat v chemometrii, biometrii, ekonometrii a v dalších oborech přírodních, technických a společenských věd*. Praha: East Publishing, 1998, 839 s. ISBN 80-721-9003-2.
- [77] ZBÍRAL, Jiří. *Analýza půd: Jednotné pracovní postupy II*. Brno: Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský, 2003, 224 s. ISBN 80-865-4838-4.
- [78] ZBÍRAL, Jiří. *Analýza půd: Jednotné pracovní postupy I*. Brno: Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský, 2002, 197 s. ISBN 80-865-4815-5.
- [79] GUALA, Sebastián D., Flora A. VEGA a Emma F. COVELO. The dynamics of heavy metals in plant?soil interactions. *Ecological Modelling*. 2010, roč. 221, č. 8, s. 1148-1152. ISSN 03043800. DOI: 10.1016/j.ecolmodel.2010.01.003.
- [80] ROONEY, Corinne P., Ronald G. MCLAREN a Leo M. CONDRON. Control of lead solubility in soil contaminated with lead shot: Effect of soil pH. *Environmental Pollution*. 2007, roč. 149, č. 2, s. 149-157. ISSN 02697491. DOI: 10.1016/j.envpol.2007.01.009.

- [81] IMPELLITTERI, Christopher A. Effects of pH and phosphate on metal distribution with emphasis on As speciation and mobilization in soils from a lead smelting site. *Science of The Total Environment*. 2005, roč. 345, 1-3, s. 175-190. ISSN 00489697. DOI: 10.1016/j.scitotenv.2004.10.024.

7 SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ

AAS – Atomová absorpční spektrometrie

AES – Atomová emisní spektrofotometrie

AFS – Atomová fluorescenční spektrometrie

ČSN – Česká státní norma

EDL – Electrodeless discharge lamps – bezelektrodová výbojka

ET AAS – atomová absorpční spektrometrie s elektrotermickou atomizací

F AAS – atomová absorpční spektrometrie s atomizací v plameni

HCL – Hollow cathode lamp – výbojka s dutou katodou