



Oddělení prvkové analýzy SZÚ

Laboratoř pro analýzu stopových prvků (*od tradičních analýz k novinkám*)

Mgr. Kateřina Žádná

katerina.zadna@szu.cz

Státní zdravotní ústav

Šrobárova 49/48, 100 00 Praha 10

Oddělení prvkové analýzy OPA

SZÚ – Centrum zdraví a životního prostředí

Pracoviště pro analýzu stopových prvků

⇒ Oddělení prvkové analýzy

- sledování a analýza stopových a toxických prvků
- vzorky životního a pracovního prostředí, v klinickém a biologickém materiálu
- pro účely monitorování expozice populace toxickým a stopovým prvkům a v ochraně veřejného zdraví a výzkumnou činností v ochraně a podpoře zdraví
- stanovení sledovaných prvků v široké škále matric

Oddělení prvkové analýzy OPA

Analytické metody:

- Spektrofotometrie (kreatinin v moči)
 - AMA 254
 - AAS (plamenová, elektrotermická)
 - **ICP MS**
-
- Akreditace ČIA podle ČSN EN ISO/IEC 17025:2018

OPA – přístrojové vybavení

- **UV/VIS spektrofotometr** Varian Cary 100
 - stanovení kreatininu
(Jaffé bez deproteinace, D. Szadkovski ad. Z. Klin. Chem. Klin. Biochem. 8, (1970) 529-533)
 - pro přepočítání obsahu kovů (Pb, Cd aj. v moči pro BET)
 - nově „Specific gravity“ – refraktometrické stanovení



Varian Cary 100



PAL-10s, ATAGO®

OPA – přístrojové vybavení

- **Jednouúčelový rtuťový analyzátor AMA 254**, Altec Praha (2008)
 - unikátní přístroj umožňující specifické přímé stanovení rtuti
 - bez separace, mineralizace a další úpravy vzorku
 - minimální kontaminace, ztráty analytu, náklady na analýzu
 - široká škála materiálů a matric
 - mez detekce 0,01 ng Hg (senzitivní mód až 0,003 ng Hg)



OPA – přístrojové vybavení

- Plamenový atomový abs. spektrometr AAnalyst 400, PE (2010)
- Elektrotermický atomový abs. spektrometr AAnalyst 600, PE (2010)
- Stanovení celkových koncentrací prvků ve vodě a vodných výluzích, v biologickém materiálu po jeho rozkladu

AAnalyst 400, PE



AAnalyst 600, PE

OPA – přístrojové vybavení

laboratoř hmotnostní spektrometrie

- ICP MS ELAN DRC-e, PE SCIEX (2006)
- ICP MS 7900 Agilent, Agilent (2021)



OPA – přístrojové vybavení

hmotnostní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem (ICP-MS)

- selektivní stanovení celkové koncentrace podle poměru m/z
- velmi nízké meze detekce, široký lineární dynamický rozsah
- automatizovatelnost
- interference (spektrální, nespektrální)
 - interní standard
 - korekční rovnice vs. He mód
- distribuce nanočástic ve vodném roztoku

OPA – vzorky a matrice

Vzorky různých matric:

- voda
- biologický materiál (krev, moč, plasma, tkáně, vlasy)
- vzorky z odběru ovzduší (prach na filtru)
- doplňky stravy
- kosmetické přípravky
- výluhy (předměty běžného užívání, textilie)

Granty a projekty:

- Mezinárodní konkurenceschopnost SZÚ ve výzkumu, vývoji a vzdělávání v alternativních toxikologických metodách. (MUDr. D. Jírová, CSc., ukončeno 6/2023)
- Pokročilé výrobní technologie pro využití a skladování VEP (MUDr. M. Zimová, CSc.)
- popílký, řasy, kůže

OPA – úprava vzorků

- Oddělení neprovádí odběry vzorků
 - vzorky dodané do laboratoře
 - spolupráce s dalšími odděleními nebo vzorky od zákazníků

- Analýza vzorků v roztoku
 - ředění (voda, výluhy, moč)
 - extrakce, filtrace

OPA – úprava vzorků

Mineralizace:

- rozklad vzorku působením HNO_3 a H_2O_2 (HF, HCl)
- zvýšená teplota a tlak

mikrovlnná pec Milestone ETHOS 1 (2007)



mikrovlnná pec Berghoff Speedwave Xpert (2022)



OPA – Analyty

Akreditace ČIA ČSN EN ISO/IEC 17025:2018

Normy AAS:

- ČSN ISO 9964-1,2 1996, ČSN ISO 7980 1995 (voda)
- ČSN EN ISO 15586 2004, TNV 757408 1999

Norma AMA 254: (voda, biol. materiál, kosmetika, doplňky stravy)

- ČSN 757440 2009

Normy ICP-MS:

- ČSN EN ISO 17294-1 2007, ČSN EN ISO17294-2 2017
(voda, výluhy, kosmetika, doplňky stravy, biol. materiál)
- ČSN EN 14902 2006 (vzorky z odběru ovzduší)
- Vyhláška 107/2013 Sb. (432/2003 Sb. v platném znění)

OPA – Analyty II

- AAS plamen: biol. materiál: Cu, Zn
voda: K, Na, Mg, Ca
- AAS: voda: Ag, Al, As, Ba, Be, Cd, Cr, Cu, Fe, Mn, Ni, Pb, Se
- AMA 254: Hg

ICP MS:

Ag, Al, As, B, Ba, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Eu, Fe, Gd, I, La, Li, Mn, Ni, Pb, Pt, Sb, Se, Tb, Ti, U, Zn

- nanočástice (Ag, Au)
- do budoucna speciace (Cr³⁺, Cr⁶⁺)
- pro účely BET: moč – Hg, Cd, Pb, Cr (+ kreatinin, UV-VIS)
krev – Cd, Pb

OPA – BET

Pro účely BET: moč – Hg, Cd, Pb, Cr (+ kreatinin)
krev – Cd, Pb

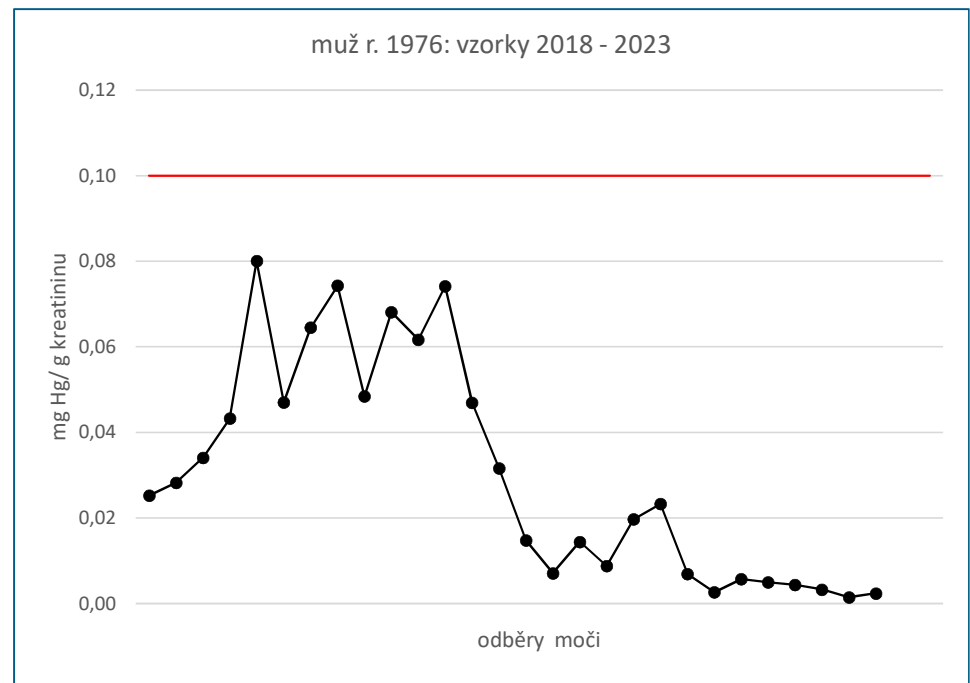
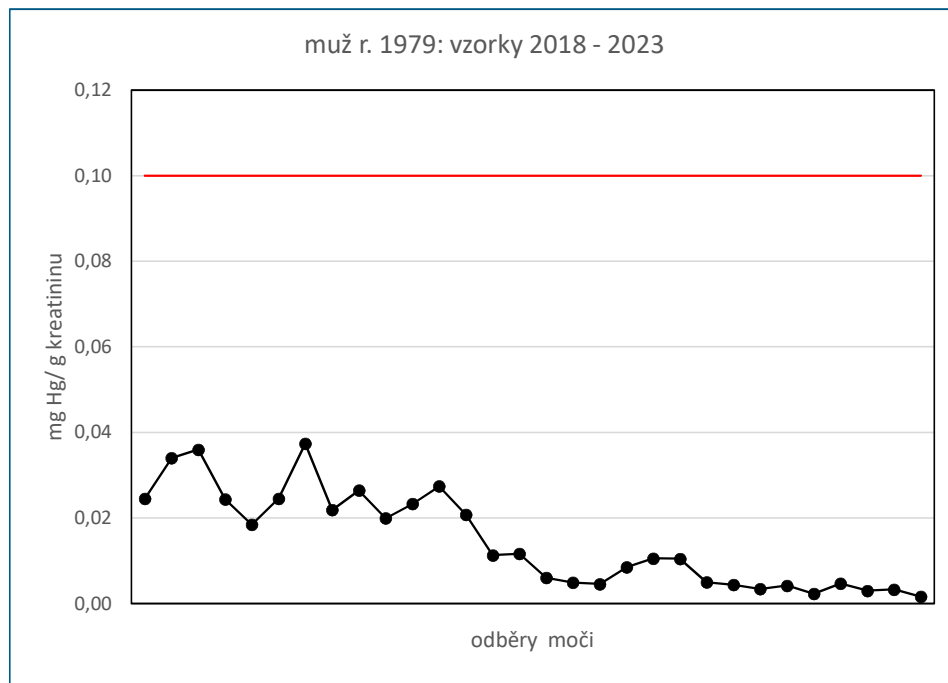
Pracovně exponované osoby:

- sklářské provozy: Pb v krvi
 - Spolana: Hg v moči
 - lakýrníci Czech Airlines Technics: Cr v moči
 - Elektronická výroba: Cd v krvi
- Srovnání s limitními hodnotami ukazatelů BET dle vyhlášky 107/2013 Sb.
(432/2003 Sb. v platném znění)
- Předání výsledků PLS

OPA – BET II

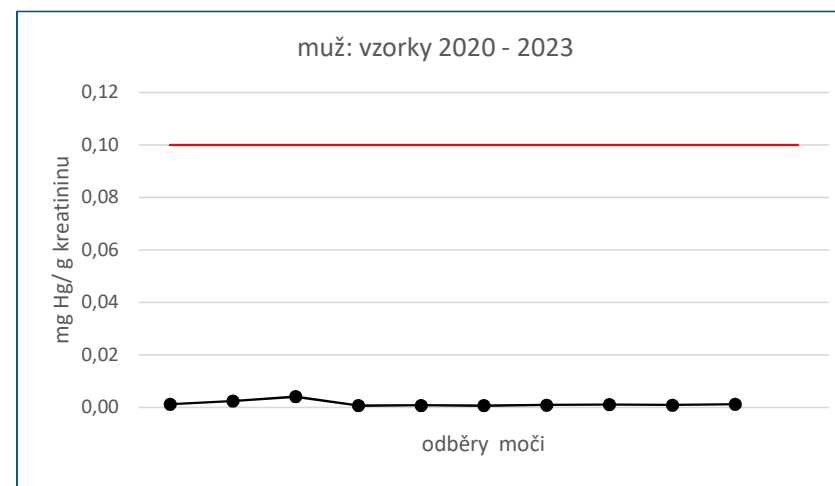
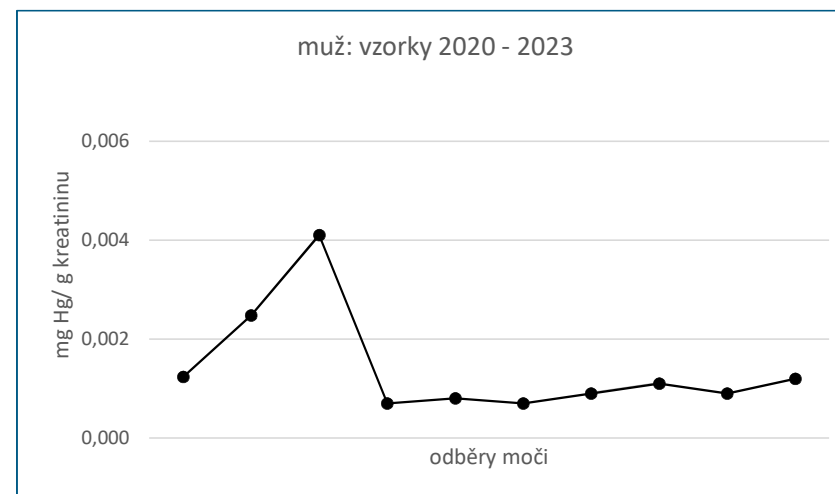
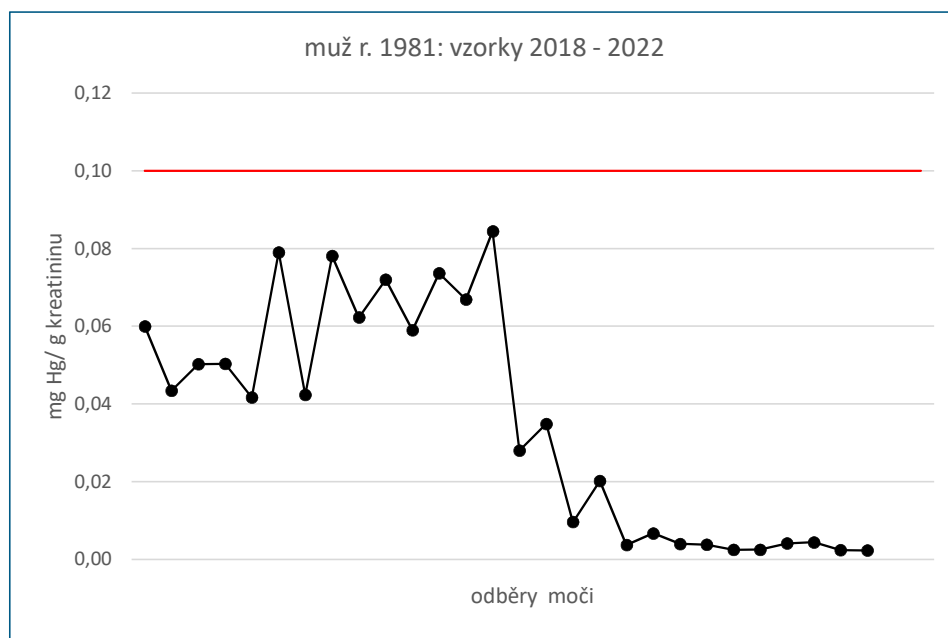


- Spolana: moč – Hg (kreatinin)
- limitní hodnota **0,1 mg Hg/g kreatininu** (107/2013 Sb. resp. 432/2003 Sb. v platném znění)



OPA – BET III

- Spolana: moč – Hg (kreatinin)
- limitní hodnota **0,1 mg Hg/g kreatininu** (107/2013 Sb. resp. 432/2003 Sb. v platném znění)



OPA kontrola kvality

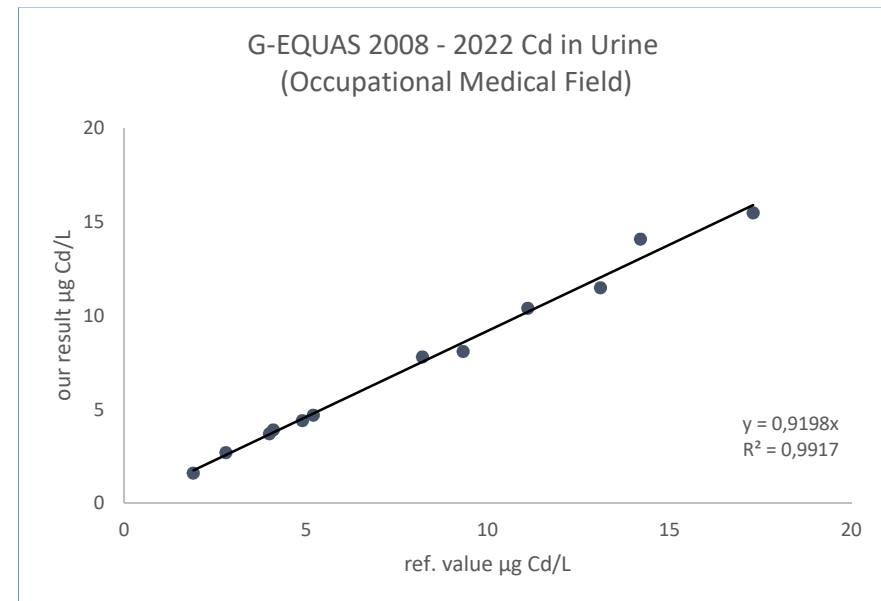
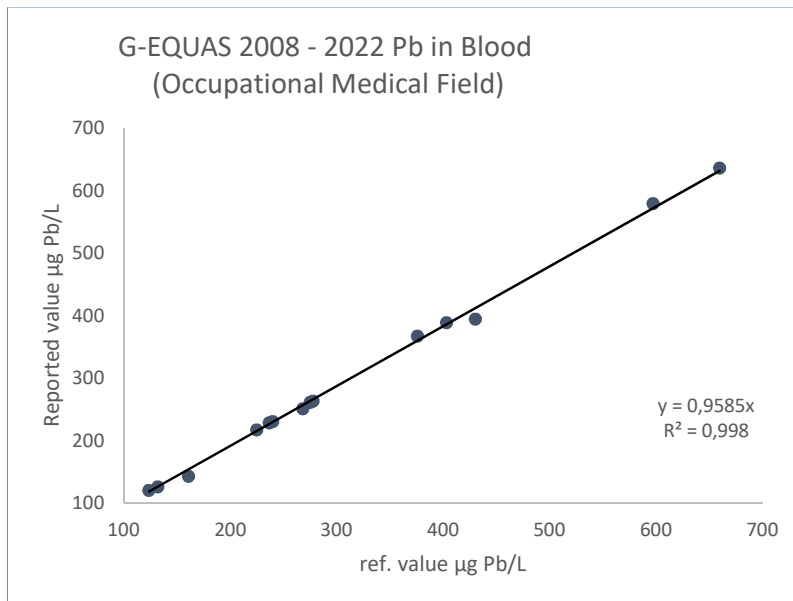


Pravidelná účast v mezilaboratorním porovnávání:

- CSlab spol. s r.o.:
 - PT/CHA/4/2022 Vybrané ukazatele jakosti vody/pitná a povrchová voda (kovy)
- CSlab spol. s r.o.:
 - PT/OVZ/2/2023 Stanovení kovů v polétavém prachu
- Erlangen G-EQUAS:
 - 70/2022, stanovení vybraných prvků v biol. materiálu
- SEKK s.r.o.: AMI/23 – analyty moče (kreatinin)
- LGC: kosmetika (CS048/2022)
- DLA: tetovací barvy (ptCM06 2022)
- Interní kontrola (CRM, multi standardy, přídavky)

OPA kontrola kvality II

- Erlangen G-EQUAS:
 - 42/2008 - 70/2022, stanovení vybraných prvků v biologickém materiálu
 - Occupational, Environmental Medical Field
 - Pb v krvi (124 – 660 µg Pb/l)
 - Cd v moči (2 – 17 µg Cd/l)

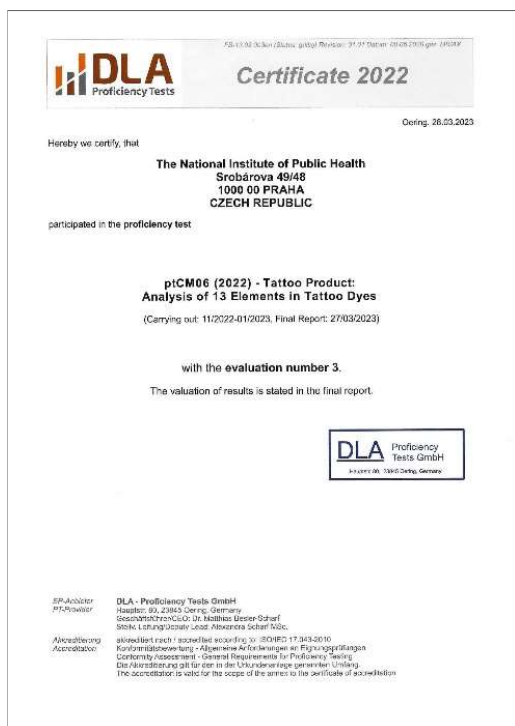


OPA kontrola kvality - novinka



DLA Proficiency Tests:

- ptCM06 2022, *Tattoo Product: Analysis of 13 Elements in Tattoo Dyes*



Evaluation number	As	Ba	Cd	Co	Cr	Cu	Hg	Ni	Pb	Sb	Se	Sn	Zn
	Z-Score												
3	0,2	0,54	0,37	0,38	-0,75	-0,24	0,43	-0,07	0,27	0,24	1,7	-1,7	-0,15

Valuation of z-score (DIN ISO 13528:2009-01: $-2 \leq Z\text{-Score} \leq 2$ successful (in green))

- účely SZD
- 100 % úspěšnost
- Hg: AMA 254
- ostatní: ICP-MS (He mód)
- po rozkladu s HF (Sb)

OPA - nanočástice



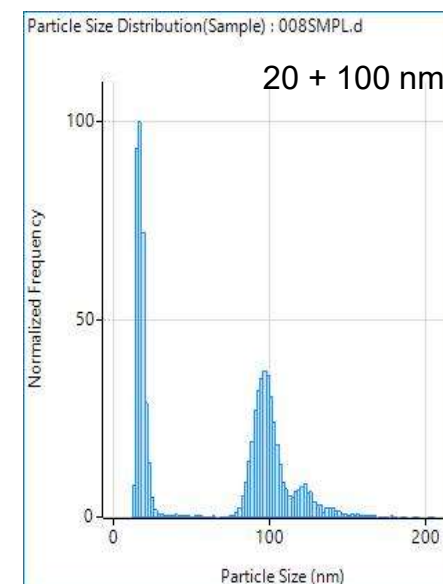
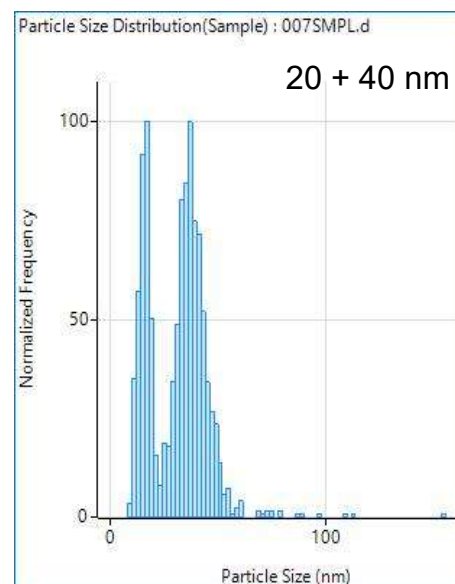
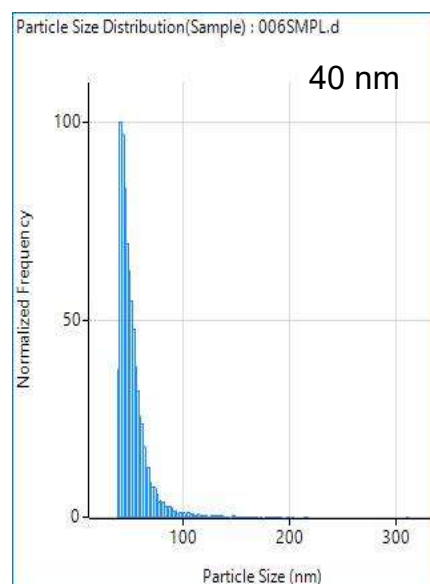
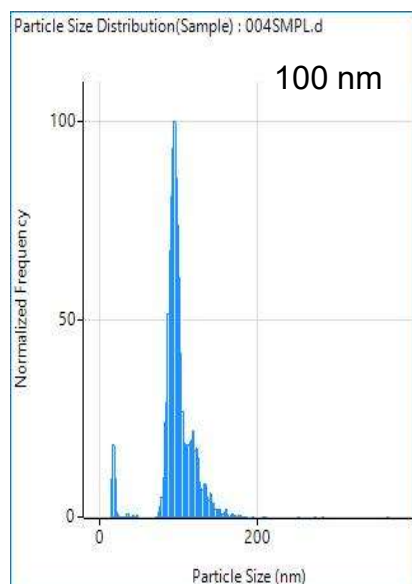
nanomateriály:

- průmysl, zemědělství, technika aj.
- vliv nanočástic na zdraví člověka
- ICP MS Agilent 7900 – SW MassHunter, stanovení distribuce nanočástic ve vodných roztocích po mnohonásobném ředění
- Ag, Au
- potvrzení přítomnosti
- stanovení celkového množství (tkáně, kosmetika – po rozkladu)
- volba rozkladu, extrakce (vliv matrice)
- další studie

OPA – nanočástice: Au

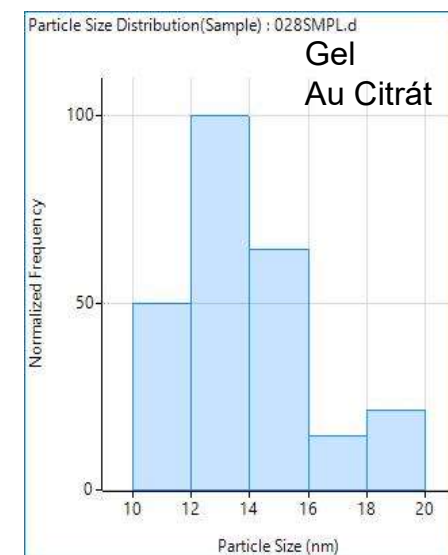
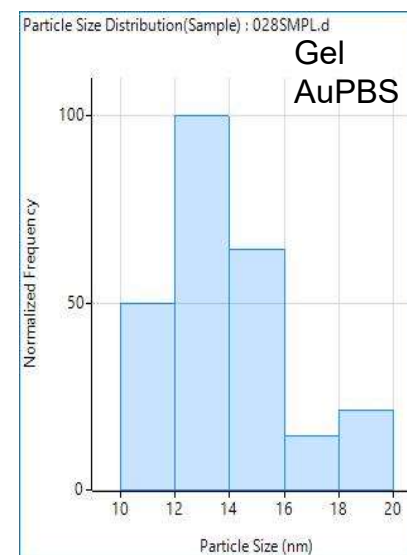
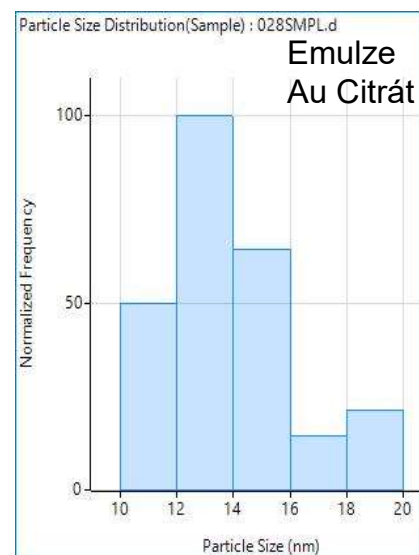
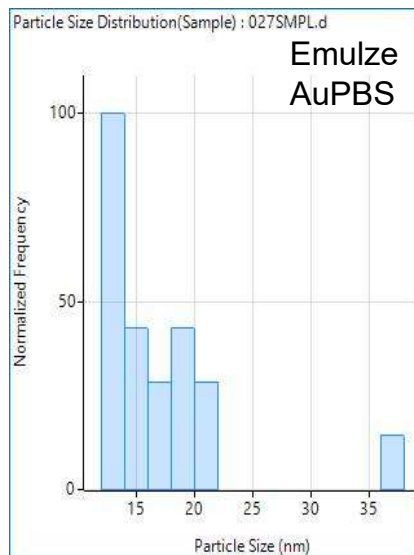


- Kalibrace: - klasický ICP standard Au (1 µg/l)
 - standard nanočástic Au – 100 nm (řed. 10 000x)
- Distribuce nanočástic Au ve vodném roztoku: velikost částic 20,40 a 100 nm,
ředěno 1000 – 1 000 000 krát



OPA – nanočástice: Au

- Reálné vzorky kosmetiky (emulze, gel – 10 nm Au)
 - celkový obsah Au
 - extrakce
 - ředění
- vliv matrice
- nízký počet částic
- další studie



OPA - závěr

- široká nabídka analýz
- spolupráce s pracovišti SZÚ
- široká škála matric
- obvyklé i nové analýzy
- nanočástice
- speciace
- reakce na požadavky kolegů i zákazníků



Děkuji za pozornost

katerina.zadna@szu.cz

+420 267 082 670