

Stanovenie ortuti v ovzduší a biologickom materiáli metódou AAS-AMA

- Ortuť sa stanovuje na jednóúčelovom atómovom absorpčnom spektrometri, ktorý je určený na priame stanovenie obsahu ortuti v pevných a kvapalných vzorkách bez chemickej predúpravy vzorky (napr. mineralizácie). Využíva techniku generovania pár kovovej ortuti a ich následné zachytenie na zlatom amalgamátore.
- Ortuť sa z amalgamátora vypudí krátkodobým intenzívnym zahriatím. Oblak uvoľnenej ortuti je nosným plynom – kyslíkom prenesený postupne do dvoch meracích kyviel rôznej dĺžky, kde sa odmeria jej koncentrácia spektrometricky pri vlnovej dĺžke 253,65 nm.

Zariadenie pozostáva:

- Špeciálny držiak externých amalgamátorov
- Vlastný externý amalgamátor

Externý amalgamátor – slúži pre vlastný odber vzoriek

- ❖ Nehrdzavejúca oceľ , plnený pozlátenou keramikou
- ❖ Opakované použitie

Podmienky odoberania plynu:

- Odoberané množstvo voliť tak, aby nebol prekročený merací rozsah AMA254, t.j. max 500ng Hg
- Prietok odoberaného plynu je max 300ml/min
- Teplota odoberaného plynu je max 150° C
- Medza detekcie závisí na odoberanom množstve plynu, v abs.množstve ortuti sa rovná medzi detekcie AMA254 (t.j.0,1 ng Hg)

Pri odbere vzorky a manipulácii s externým amalgamátorom nesmie dôjsť k dotyku aktívnej časti amalgamátora s akýmkoľvek predmetom. Povolené je uchopiť ext.amalgamátor dopredu vyžíhanou kovovou pinzetou za neaktívnu časť.

Pre každý externý amalgamátor sa zaznamená množstvo vzorkovaného plynu v litroch

Po odbere sa uchovávajú amalgamátory opäť v prepravných obaloch

PRÍPRAVA ANALYZÁTORA - NASTAVENIE PRIETOKU KYSLÍKA

➤ Prietok kyslíka musí byť nastavený tak, aby maximum druhého píku ležalo v oblasti 18 – 25s
(optimálna hodnota je 22 – 23 s.)

➤ Ak táto podmienka nie je splnená, objavia sa chybové hlásenia

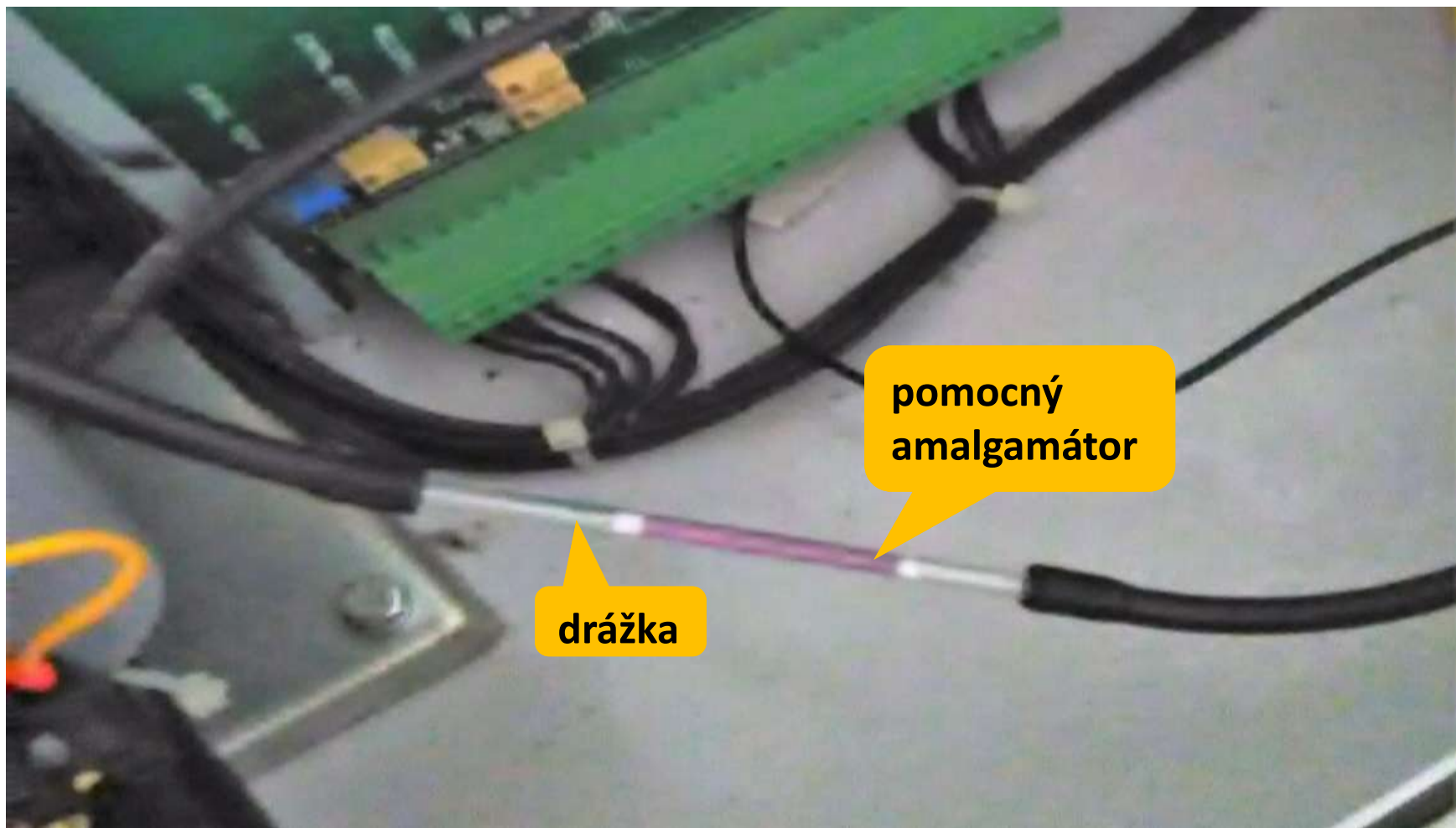
„Low oxygen Flow“,

„High Oxygen Flow“,

„Invalid Oxygen Flow“.

Postup nastavenia prístroja:

Hadička privádzajúca kyslík do prístroja je prepojená sklenenou trubičkou s pomocným amalgamátorom. Trubička musí byť vložená tak, aby drážka resp. zúženie na trubičke smerovalo k unášaču.

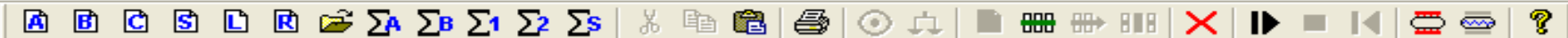


•Vyvolať servisný panel **Check standard** a postupovať rovnako ako pri analýze štandardu.

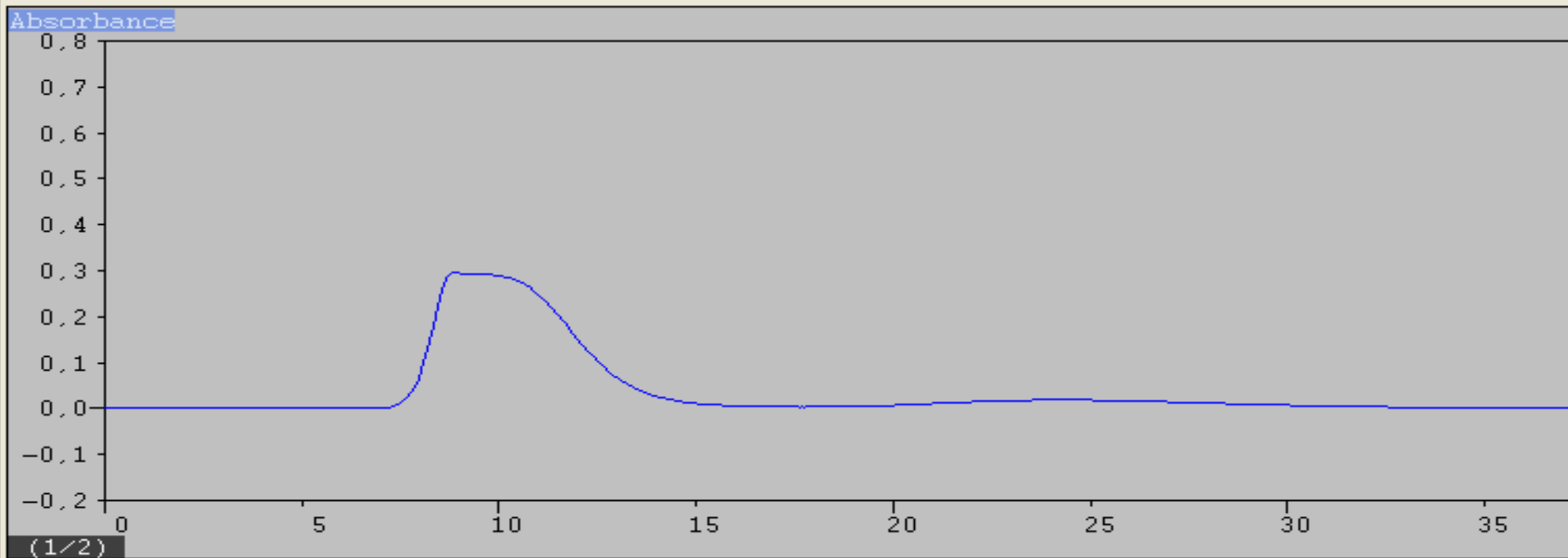
•Po ukončení analýzy (nameraná koncentrácia štandardu v tomto prípade nie je dôležitá) sa panel zväčší na celú obrazovku a sleduje sa údaj pre polohu maxima druhého píku.

AMA - [Check standard S20180511.002]

File View Edit Summary Process Service Window Help



| | | | | | | | | | | |
|----------------|----------|-------------------|----------------|-------------------|-------------|------------|-----|----------|-----|--------|
| Replic: | 1 : 1 | Single | Error/Warning: | | | | | | | |
| Status: | Finished | 11.5.2018 9:26:58 | | | | | | | | |
| Samp.: | Manual | Time: 428 | Sample name: | Check 1.0,100 ppm | | | | | | |
| Accumulation | Amount: | Total: | Customer: | | | | | | | |
| 1 : 1 | 100,0000 | 100,0000 | Order: | | Order date: | | | | | |
| Drying | Decomp. | Waiting | Job number: | UVZ SR | Operator: | zemberyova | | | | |
| 60 | 150 | 45 | | | | | | | | |
| Absorb[-]: | 0,2962 | OK | Fi0: | 3707,2 | Fi1: | 1916,9 | at: | 8,837 s | A1: | 0,2962 |
| Result [ng]: | 9,966 | Abort | Fid: | 85,8 | Fi2: | 3554,4 | at: | 24,358 s | A2: | 0,0187 |
| Recovery: | 0,997 | | Results in: | T1C0.1000 | | | | | | |
| Calibration 1: | In | 2: Yes | Note: | | | | | | | |
| Blank cor.: | 0,016 | ng | | | | | | | | |



✓ Ak je hodnota vyššia ako 23s, zvýši sa prietok kyslíka otočením ihlového ventilu na zadnej strane prístroja v smere hodinových ručičiek (pri pohľade spredu otáčať ventil doprava) o $\frac{1}{2}$ otáčky.

✓ Ak je hodnota nižšia ako 21s, zníži sa prietok kyslíka otočením ihlového ventilu na zadnej strane prístroja proti smeru hodinových ručičiek (pri pohľade spredu otáčať ventil doľava) o $\frac{1}{2}$ otáčky.

✓ Body 1 – 2 treba opakovať dovtedy, pokiaľ sa poloha maxima druhého píku nenachádza v intervale 21 až 23s.

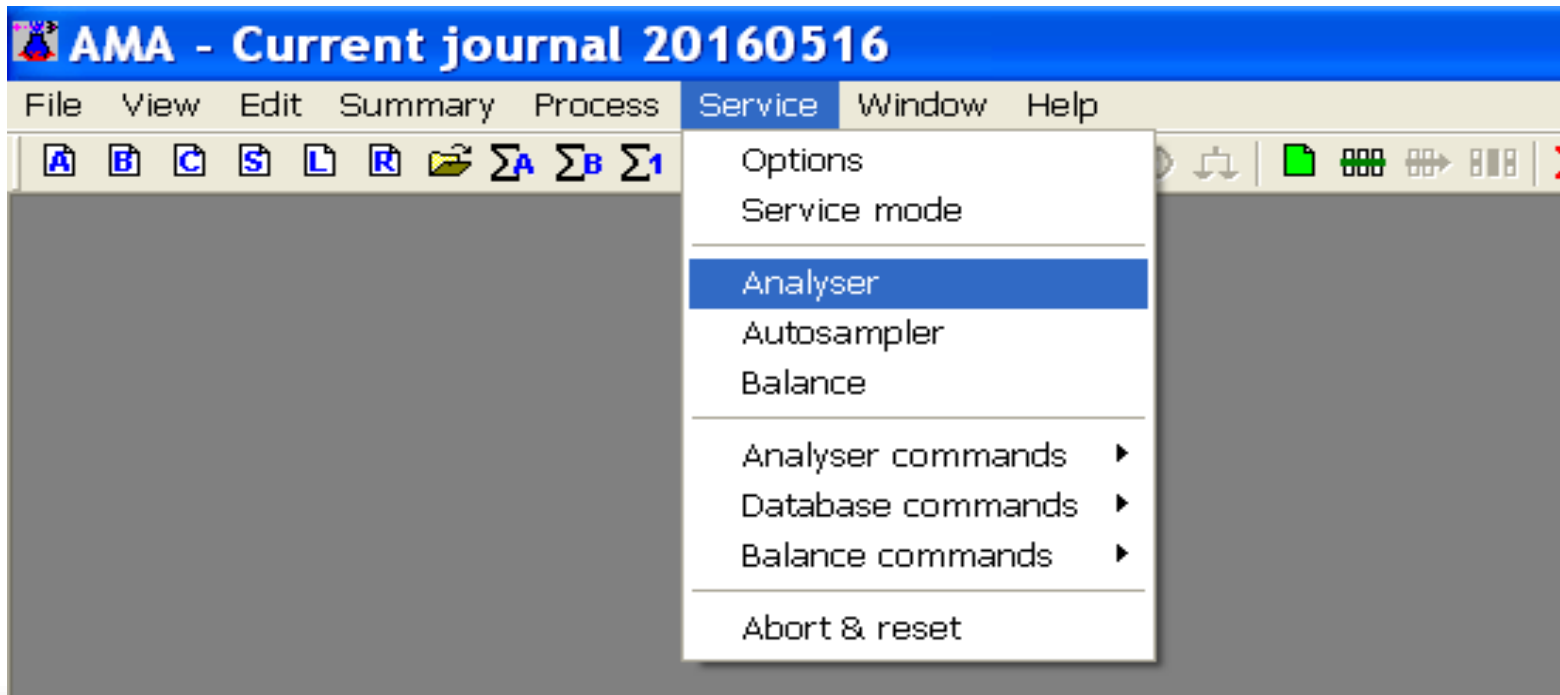
**Umiestnenie
ihlového ventila**



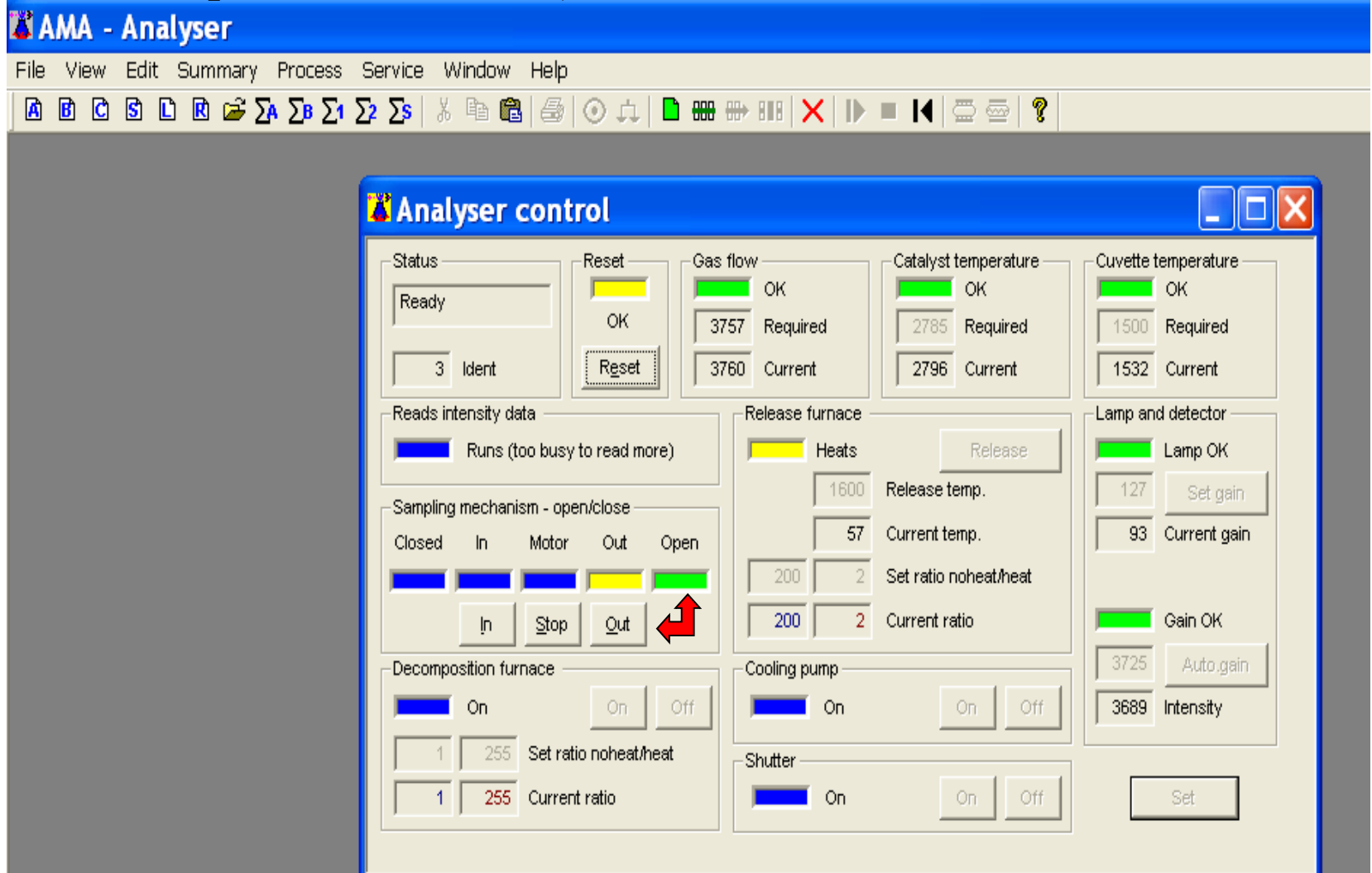
VÝMENA UNÁŠAČA PRE STANOVENIE KONCENTRÁCIE ORTUTI V OVZDUŠÍ

!!! PRED SAMOTNOU VÝMENOU UNÁŠAČA JE POTREBNÉ OTVORIŤ
KRYT PRÍSTROJA, ABY NEDOŠLO K MECHANICKÉMU POŠKODENIU
JEDNOTLIVÝCH DIELOV UNÁŠAČA!!!

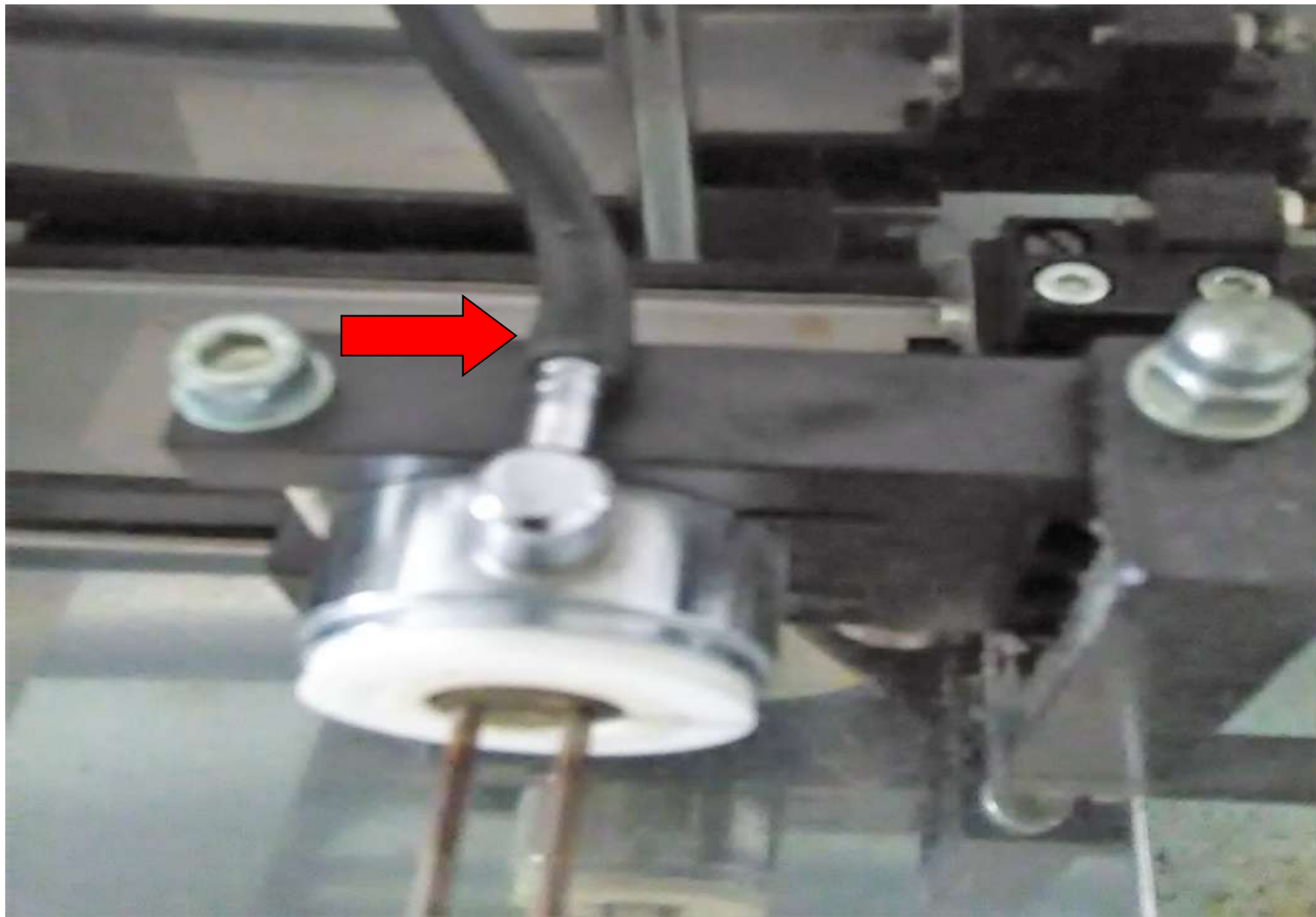
- Vyvolať servisný panel **Service Analyzer** na obrazovku

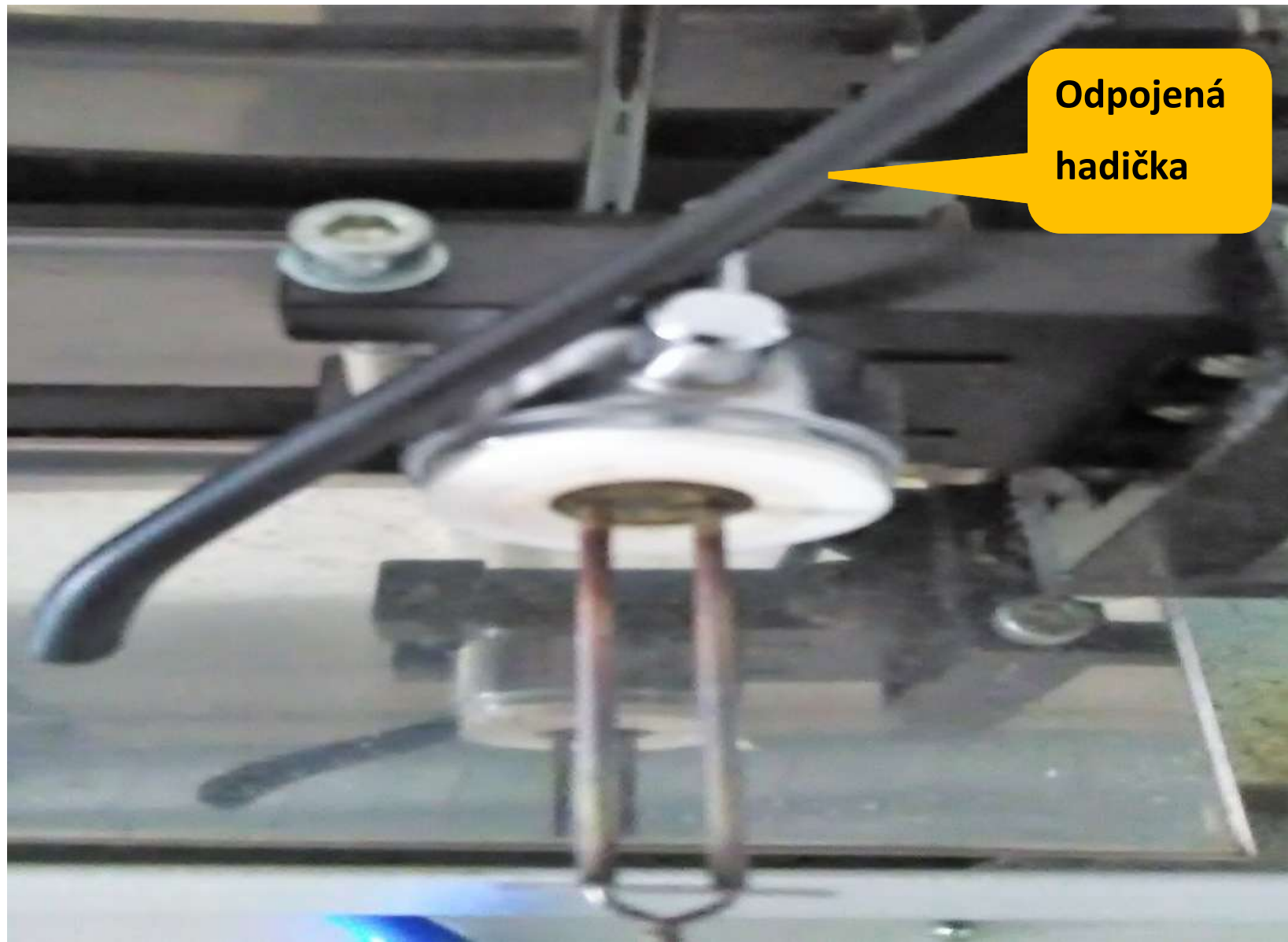


- Pomocou tlačítka **Out** v servisnom paneli výjst' s dávkovacím zariadením do polohy otvorené (kontrolka **Open** svieti na zeleno)



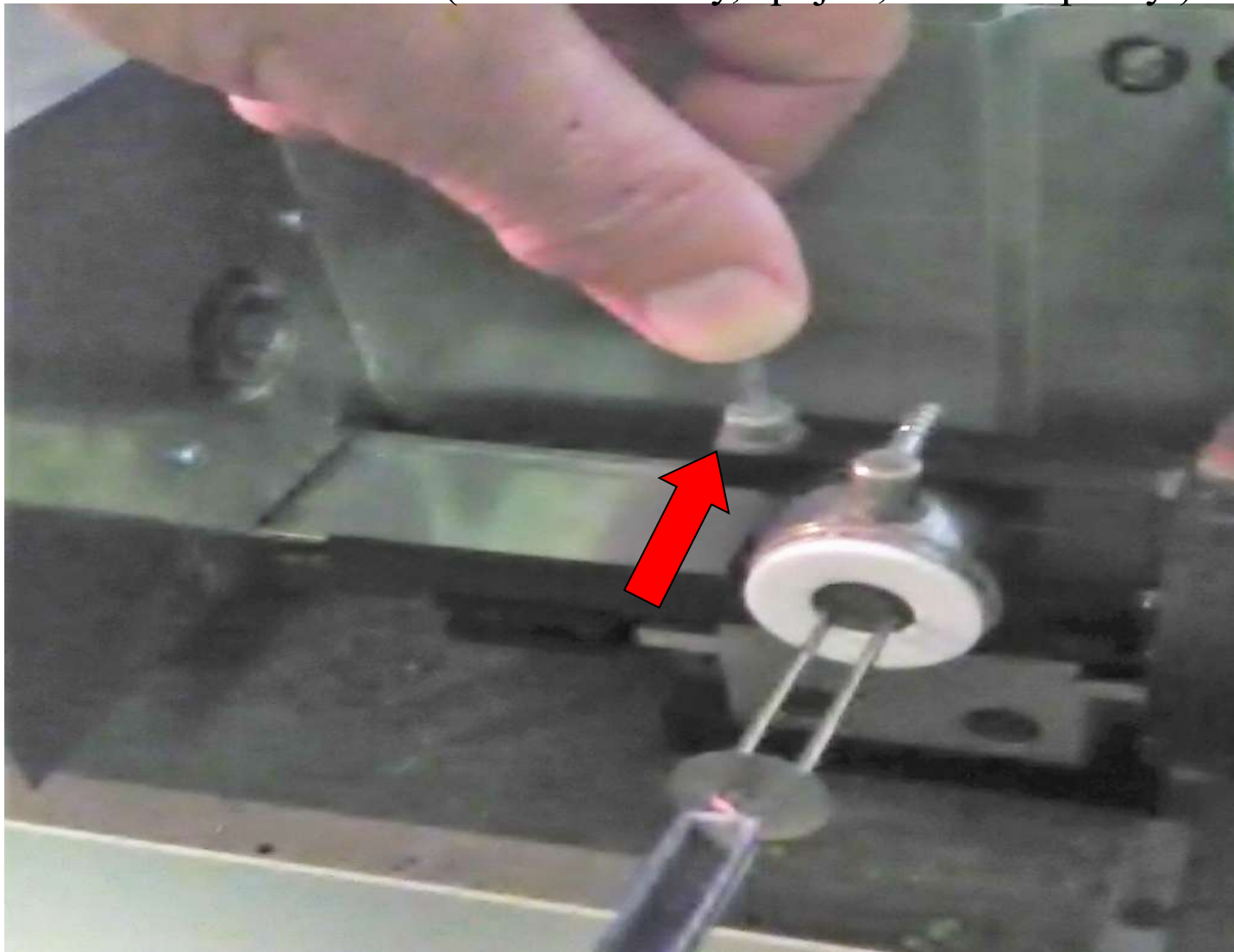
- Opatrne sa odpojí hadička vedúca na vršok unášača, čím sa odstavi prívod kyslíka

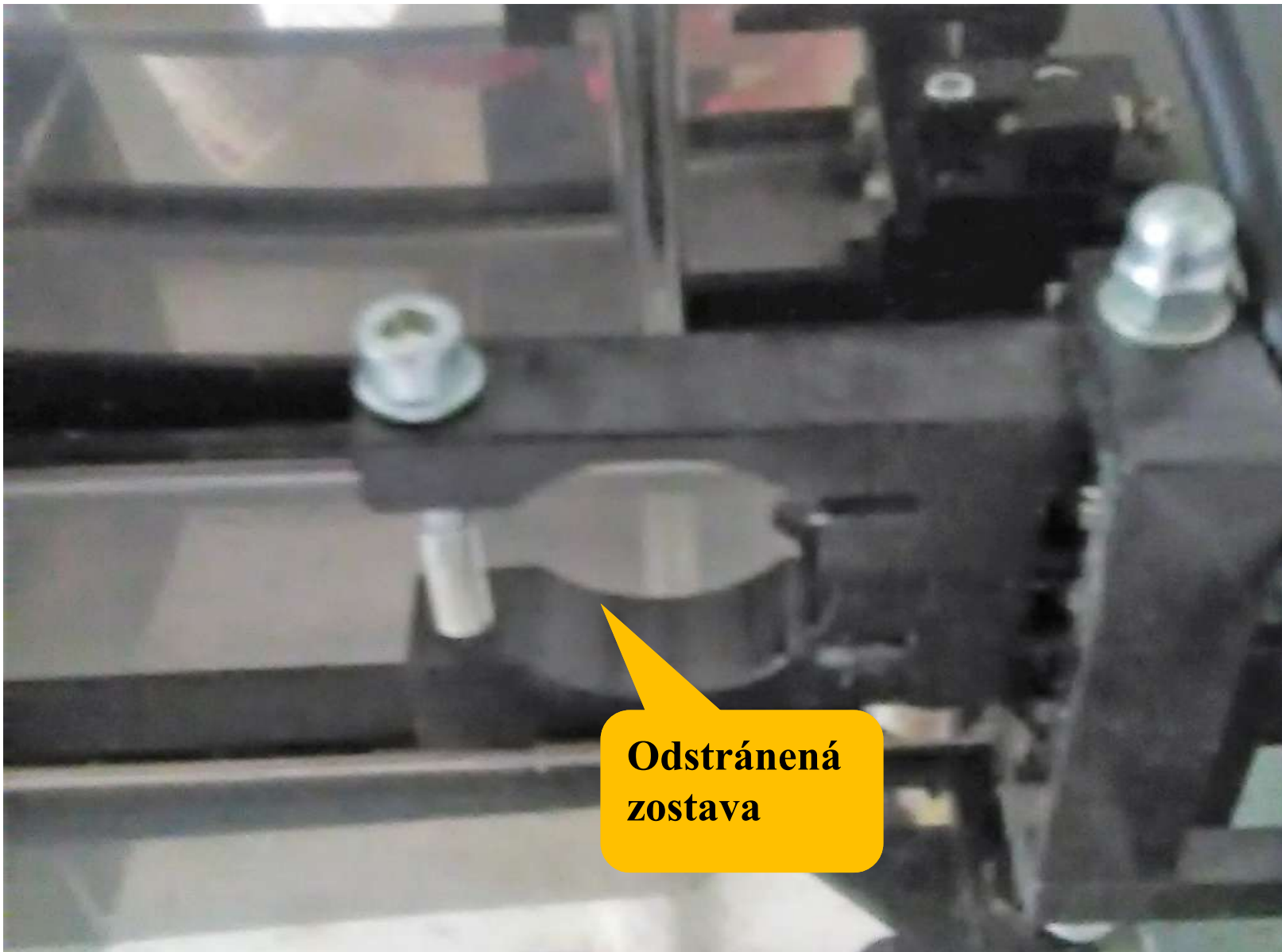




**Odpojená
hadička**

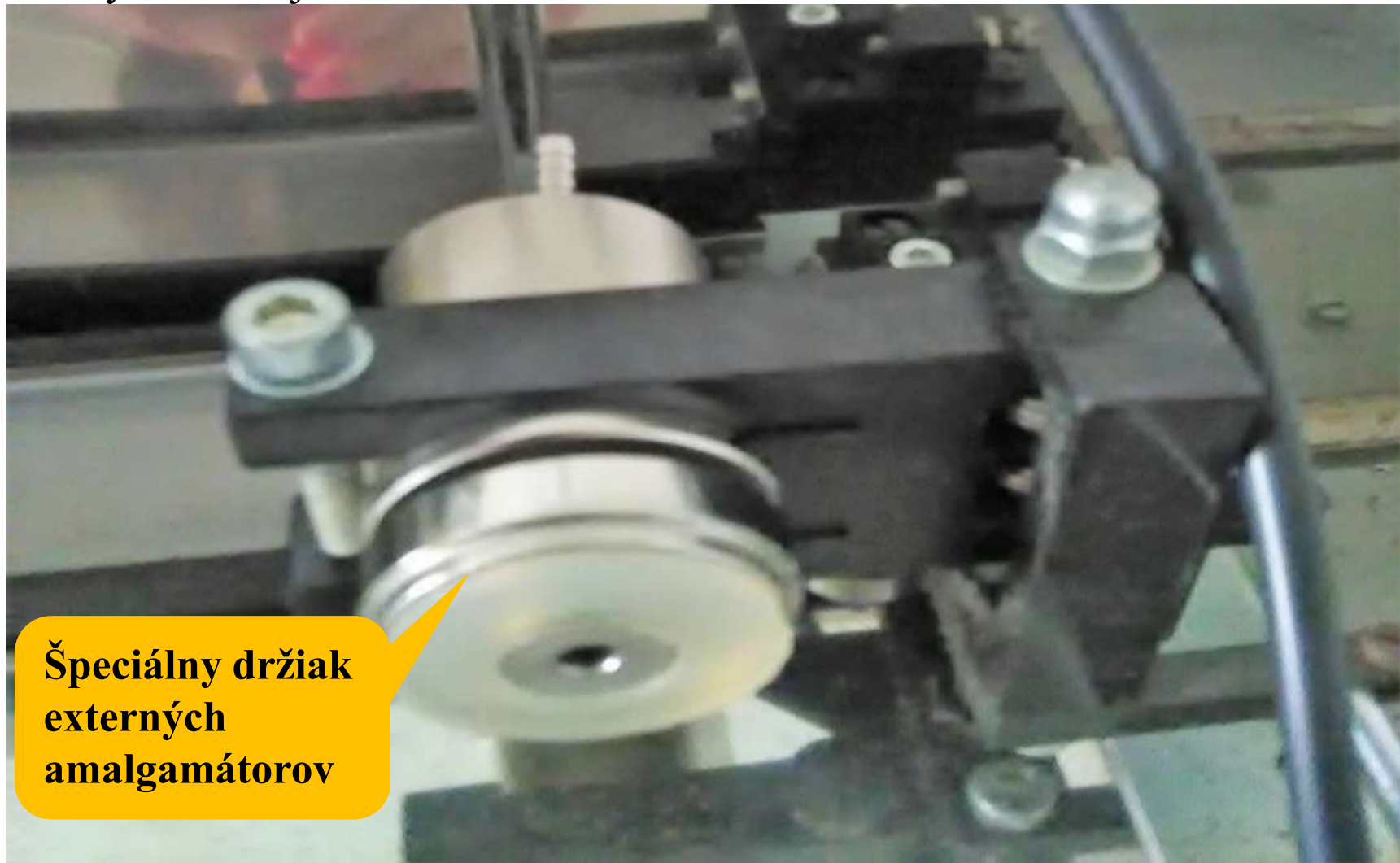
- Inbusovým kľúčom č.4 sa povolí skrutka a z prístroja sa vyberie unášač s celou zostavou (držiak lodičky, spojler, nosné kapiláry)



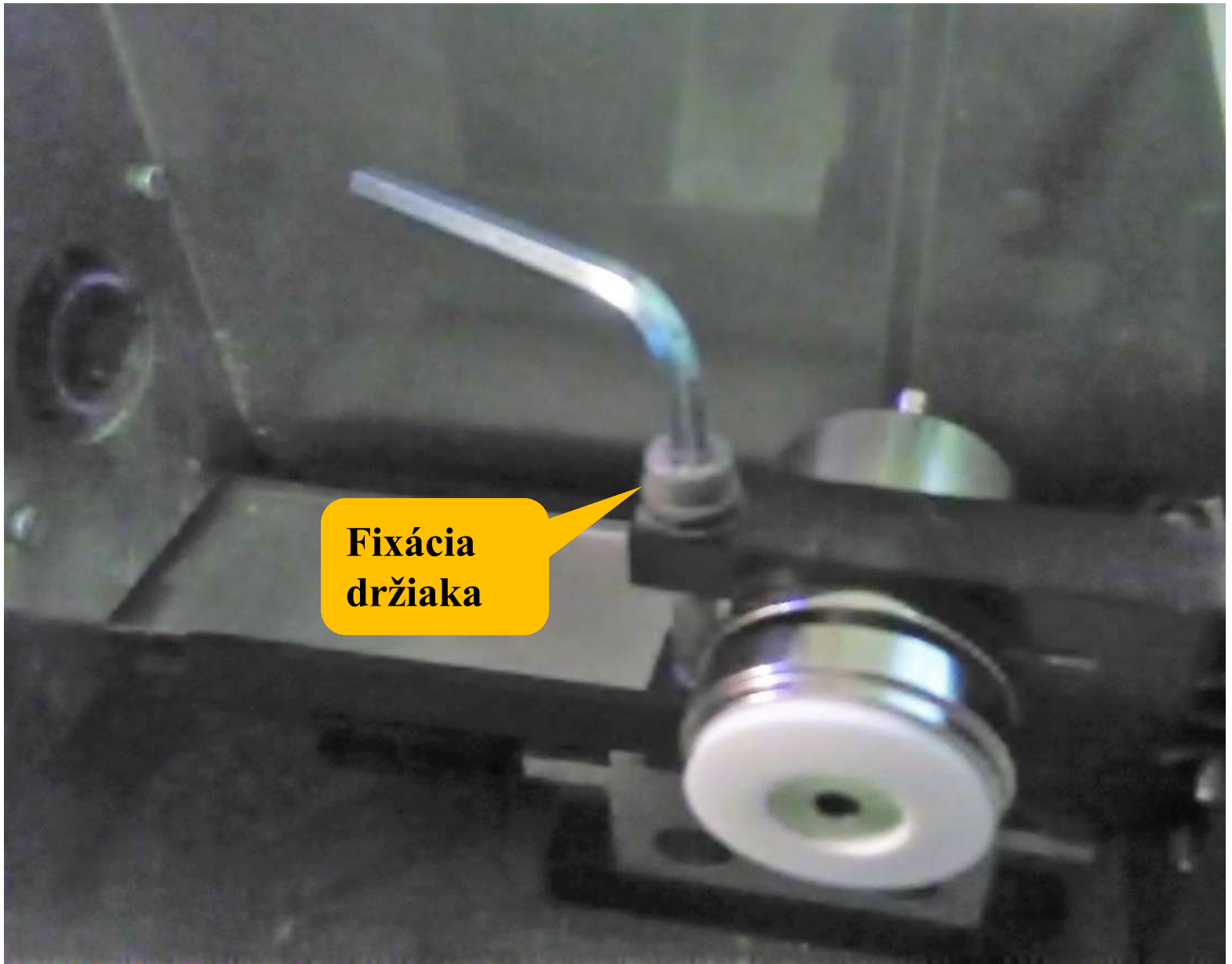


**Odstránená
zostava**

- Do prístroja sa vloží špeciálny držiak externých amalgamátorov a dotiahnutím skrutky sa zafixuje.

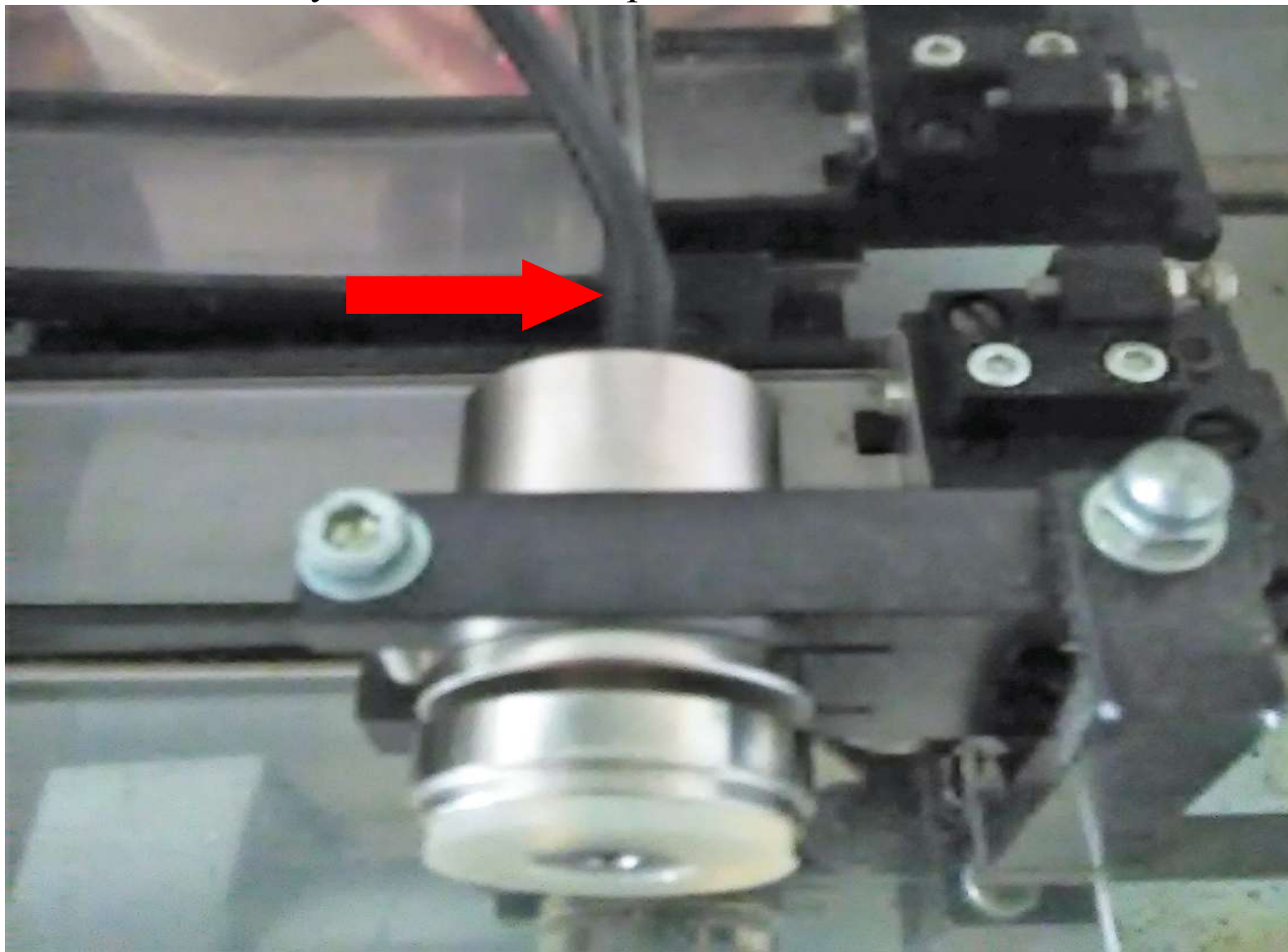


**Špeciálny držiak
externých
amalgamátorov**



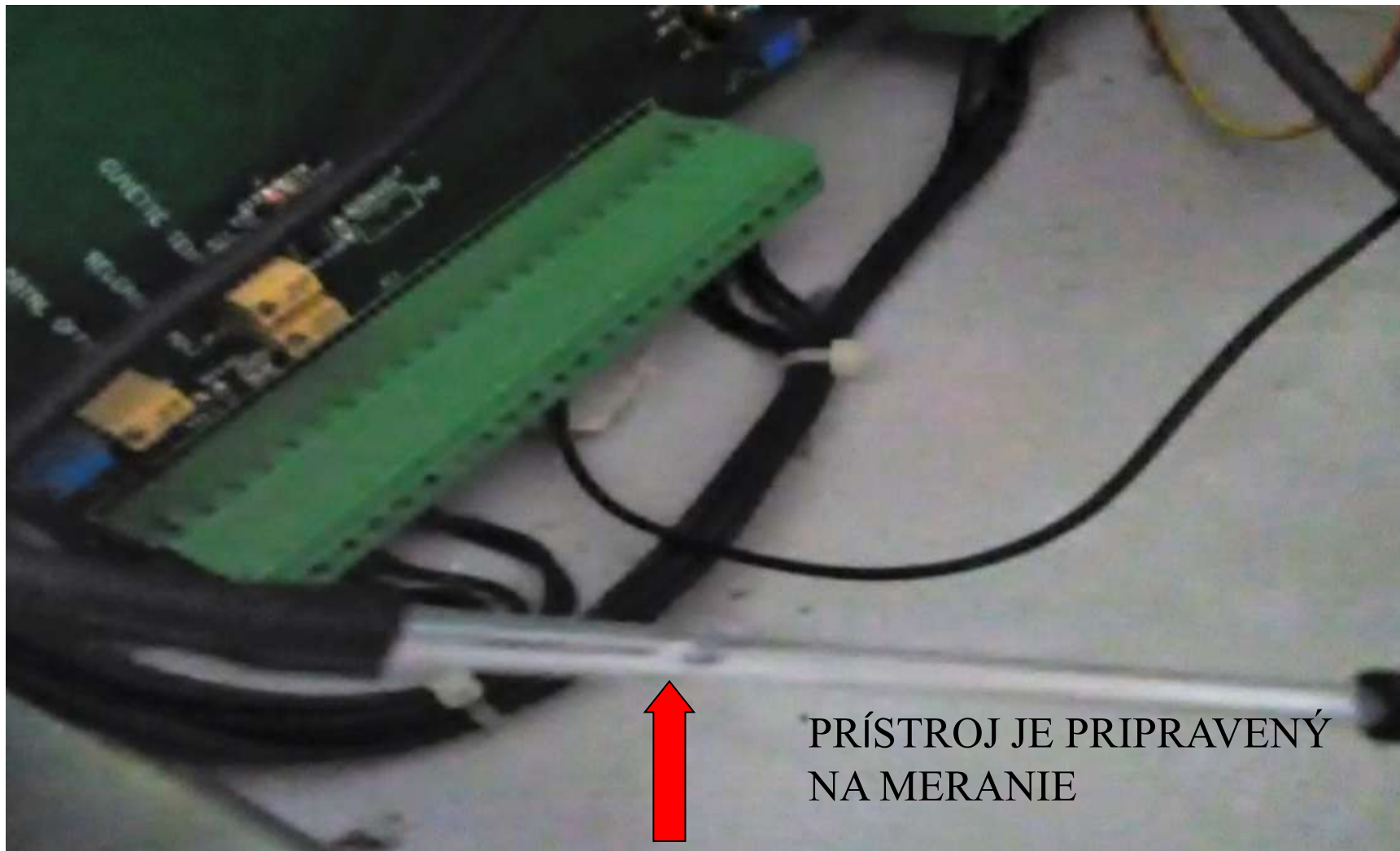
**Fixácia
držiaka**

- Na vývod unášača sa opatrne nasunie hadička



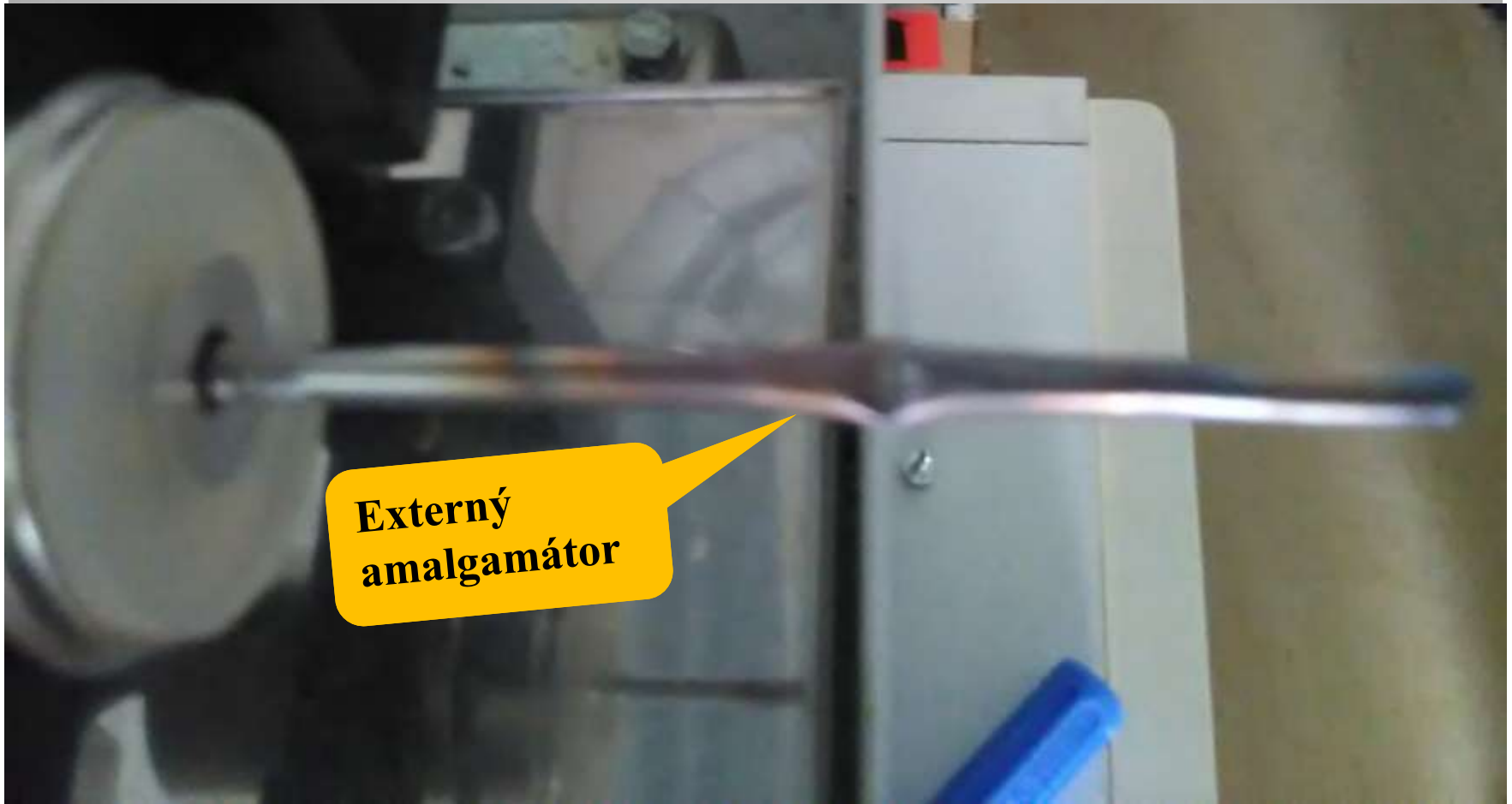
- Opatrne sa odstráni pomocný amalgamátor spájajúci hadičky a nahradí sa sklenenou trubičkou.

Trubička musí byť vložená tak, aby drážka resp. zúženie na trubičke smerovalo k unášaču.



PRÍSTROJ JE PRIPRAVENÝ
NA MERANIE

Špeciálny držiak externého amalgamátora + externý amalgamátor



MERANIE MNOŽSTVA ORTUTI ZACHYTENEJ V EXTERNOM AMALGAMÁTORE

- Pred štartom merania vyberieme prídavný (pomocný)externý amalgamátor napojený do hadičky medzi ihlový ventil a unášač a nahradíme ho prázdnu sklenou trubičkou
- Nastavíme parametre analýzy 10/200/50
- Odštartujeme analýzu
- Vyberieme externý amalgamátor z prepravného obalu a po otvorení analyzátora vsunieme externý amalgamátor do držiaku až na doraz
- Ako navážka sa udáva množstvo odobratého plynu v litroch , ENTER
- Po dokončení analýzy sú výsledky v ng/l (= $\mu\text{g}/\text{m}^3$)

Pozn.: Ak sa po skončení analýzy prázdna sklená trubička vymení za pomocný externý amalgamátor, nie je nutné nastavovať prietok pre štandardné meranie

| | Objem presatého vzduchu [l] | Prietok presávania | Abs.množstvo Hg [ng] | Koncentrácia Hg [ng/l (= µg/m³)] | Neistota [ng/l (= µg/m³)] |
|--|-------------------------------|--------------------|------------------------|------------------------------------|--------------------------------------|
| <i>filter - slepý pokus</i> | <i>bez presávania vzduchu</i> | | 2,4225 | | |
| filter 1 | 48,1 | | 2,0036 | | |
| filter 2 | 120,1 | | 3,0062 | | |
| <i>externý amalgamátor - slepý pokus</i> | <i>bez presávania vzduchu</i> | | 0,5786 | | |
| externý amalgamátor 1 | 48,1 | | 3,7427 | 0,0658 | 0,0079 |
| externý amalgamátor 2 | 120,1 | | 0,3824 | 0,00486 | nasávaný vzduch sa nezachytil |

| | Čas presávania [min] | Prietok presávania [l/ min] | Objem presatého vzduchu [l] | Abs.množstvo Hg [ng] | Koncentrácia Hg [ng/l (= $\mu\text{g}/\text{m}^3$)] | Neistota [ng/l (= $\mu\text{g}/\text{m}^3$)] |
|--|--------------------------|-----------------------------------|-------------------------------------|---------------------------|--|--|
|--|--------------------------|-----------------------------------|-------------------------------------|---------------------------|--|--|

Pri odbere nebol použitý filter

| | | | | | | |
|--|-------------------------------|---------|-------|--------|-------|-------|
| <i>externý amalgamátor - slepý pokus</i> | <i>bez presávania vzduchu</i> | | | 0,3595 | | |
| externý amalgamátor 1 | 145 | 0,11194 | 16,23 | 2,8959 | 0,156 | 0,014 |
| externý amalgamátor 2 | 139 | 0,10546 | 14,66 | 5,4039 | 0,344 | 0,031 |

| | Čas presávania [min] | Prietok presávania [l / min] | Objem presatého vzduchu [l] | Abs.množstvo Hg [ng] | Koncentrácia Hg [ng / l (= $\mu\text{g} / \text{m}^3$)] | Neistota [ng / l (= $\mu\text{g} / \text{m}^3$)] |
|--|------------------------|--------------------------------|-------------------------------|------------------------|---|--|
|--|------------------------|--------------------------------|-------------------------------|------------------------|---|--|

Pri odbere nebol použitý filter

| | | | | | | |
|--|-------------------------------|---------|------|---------|-------|-------|
| <i>externý amalgamátor - slepý pokus</i> | <i>bez presávania vzduchu</i> | | | 0,9045 | | |
| externý amalgamátor 1 | 97 | 0,10114 | 9,81 | 22,7931 | 2,23 | 0,20 |
| <i>externý amalgamátor - slepý pokus</i> | <i>bez presávania vzduchu</i> | | | 0,6064 | | |
| externý amalgamátor 2 | 94 | 0,10159 | 9,55 | 2,7916 | 0,229 | 0,021 |
| <i>externý amalgamátor - slepý pokus</i> | <i>bez presávania vzduchu</i> | | | 0,4469 | | |
| externý amalgamátor 3 | 80 | 0,10136 | 8,11 | 2,1763 | 0,213 | 0,019 |

Výpočet celkové koncentrace Hg

$$\frac{\text{abs. množ. Hg na filtri} + \text{abs. množ. Hg na exter. amalgamátore}}{\text{objem presatého vzduchu}}$$

Stanovenie ortuti v biologickom materiáli (moč)

| Vzorka | Koncentrácia Hg [mg /l] | Neistota [mg /l] |
|--------|--------------------------|-------------------|
| 1. | < LOQ | |
| 2. | 0,00186 | 0,00022 |
| 3. | 0,00203 | 0,00024 |
| 4. | 0,00202 | 0,00024 |
| 5. | < LOQ | |
| 6. | 0,00783 | 0,00094 |
| 7. | 0,00161 | 0,00019 |
| 8. | 0,00136 | 0,00016 |
| 9. | 0,000747 | 0,000090 |
| 10. | 0,00434 | 0,00052 |
| 11. | < LOQ | |
| 12. | 0,000818 | 0,000098 |
| 13. | 0,00162 | 0,00019 |

| Vzorka | Koncentrácia Hg [mg /l] | Neistota [mg /l] |
|--------|--------------------------|-------------------|
| 14. | ND | |
| 15. | 0,00271 | 0,00033 |
| 16. | 0,00090 | 0,00011 |
| 17. | 0,0084 | 0,0010 |
| 18. | 0,00388 | 0,00047 |
| 19. | 0,00423 | 0,00051 |
| 20. | 0,00217 | 0,00026 |
| 21. | 0,000676 | 0,000081 |
| 22. | 0,00327 | 0,00039 |
| 23. | 0,00154 | 0,00019 |
| | | |

LOD = 0,00019 mg/l

LOQ = 0,00042 mg/l