

TERDUMP

**Spolupráce VŠB-TUO/GIG Katowice na
průzkumu hořících hald na obou stranách
společné hranice
(CZ.11.4.120/0.0/0.0/15_006/0000074)**

2. workshop

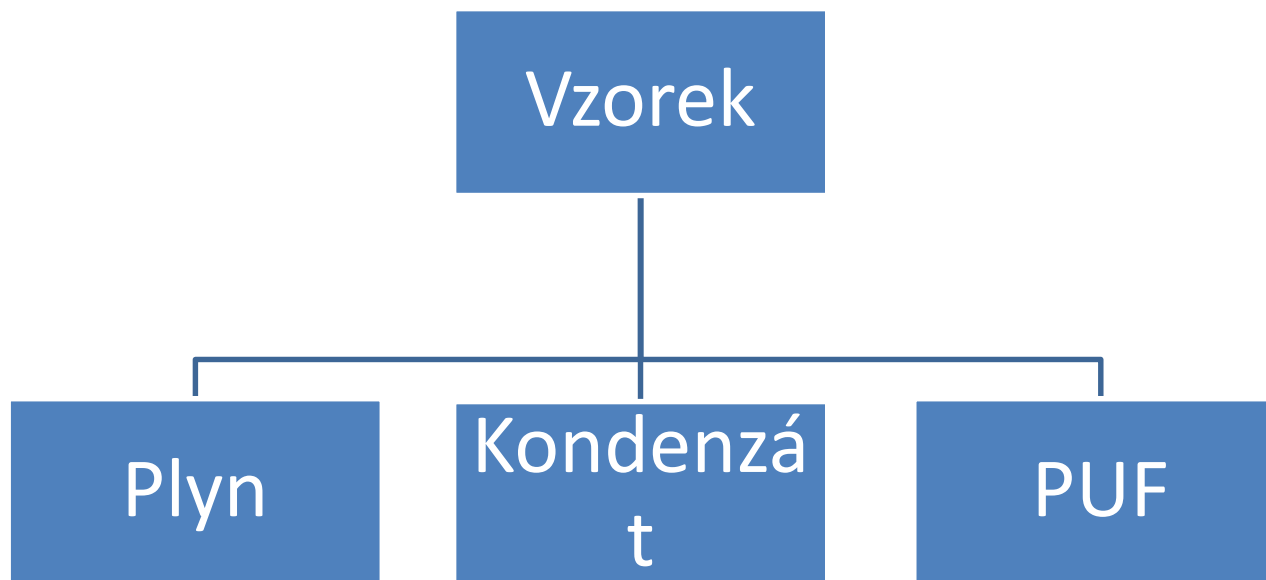
VŠB—TU Ostrava

Metody analýz a vyhodnocení na VŠB-TUO.

RNDr. H. Otoupalíková, Ing. Z. Lacný



Analýzy provedené na VŠB-TU Ostrava



Analýza plynů

Metan, etan, eten, propan,
propen, butan, iso –butan,
etyn

CO₂, H₂S

Tedlar

Plynová
chromatografie



Analýza plynů GC/FID/TCD

- **Postup**
- Plyny odebrány do Tedlarových vaků o objemu 1l
- Analýza do 24 hodin od odběru.
- GC Separace plynů na kolonách typu PLOT .
- Dávkování plynů – plnění dávkovací smyčky pomocí plynotěsné stříkačky s ventilem.
- Vlastní analýza:
- Plynový chromatograf GC-Plynový chromatograf Agilent 6890N
- Analytický systém sestavený z plynového chromatografu vybaveného dávkovacím ventilem, předfiltrem, detektory, kolonami, nosnými a kalibračními plyny, PC a ovládacím software.



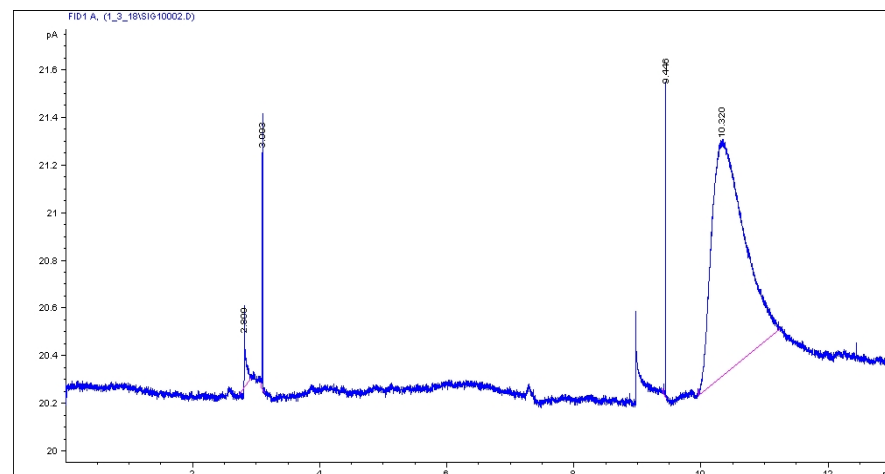
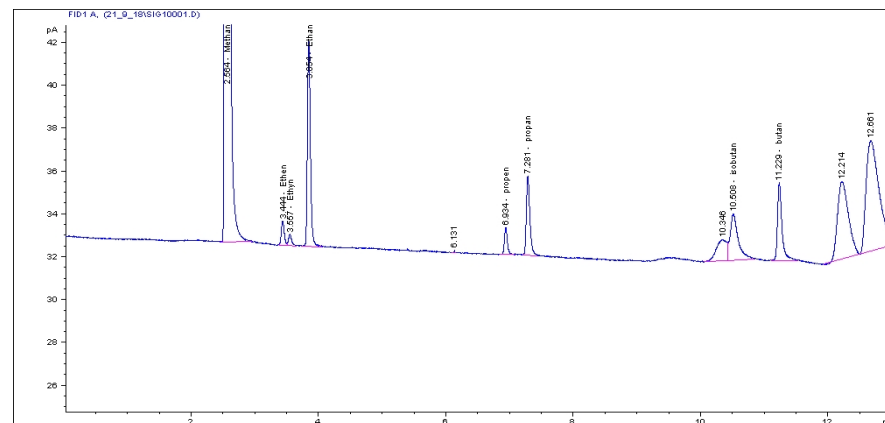
Analýza plynů GC/FID/TCD

- Použité kolony pro analýzu plynů:
- 1. HP –Plot/Q 30 m x 0.53 mm
- 2. Mol –Sieve 30m x 0,53mm
- Zapojení do serie přes přepínací ventil
- Nosný plyn: He
- Detektory:
- Plamenoionizační detektor (FID)
- Teplotně vodivostní (TCD)
- Plynné certifikované kalibrační standardy fy. SIAD obsahující směs stanovovaných složek v dusíku. Kalibrace byla provedena metodou jednobodové kalibrace, při které byl příslušný GC on-line propojen přes redukční ventil přímo na kalibrační směs.
- Plyny byly skladovány při stejné teplotě a tlaku (prostředí), za jakých byly odebrány.



Analýza plynů GC/FID/TCD

- Výsledky - max. hodnoty.
- CO₂ - 13%
- Etan - 120ppm
- Propan - 16ppm
- Eten - 40ppm
- Iso-butan - 1600ppm
- H₂S - 0,02%
- Časté interference znemožňující analýzu – S ?



Analýza PAH Odběrový materiál



SKC - Low-volume PUF Tubes

22-mm diameter x 76-mm length,
uncleaned, Cat. No. 226-92

Filtry – Glass Microfiber GF/A , 47 mm

Vyčištěný PUF

Čištění PUF

1. Praní demineralizovanou vodou
 1. Propírání 2 x 4 hodiny při 80°C
 2. Sušení min. 4 hodiny při 80°C (do sucha)
2. Extrakce ACE – aceton, 2 cykly (objemy dle přístroje)
3. Extrakce ACE – hexan, 2 cykly, sušení N₂ (objemy dle přístroje)
4. Sklo – kyselina chromsírová, násobný oplach demineralizovanou vodou, sušení 105°C
5. Vložení PUF do skleněného držáku, obalení alobalem.



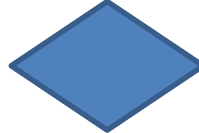
Finální analýza oběrů na PAHs



SPE Extrakce C18



Kondenzát



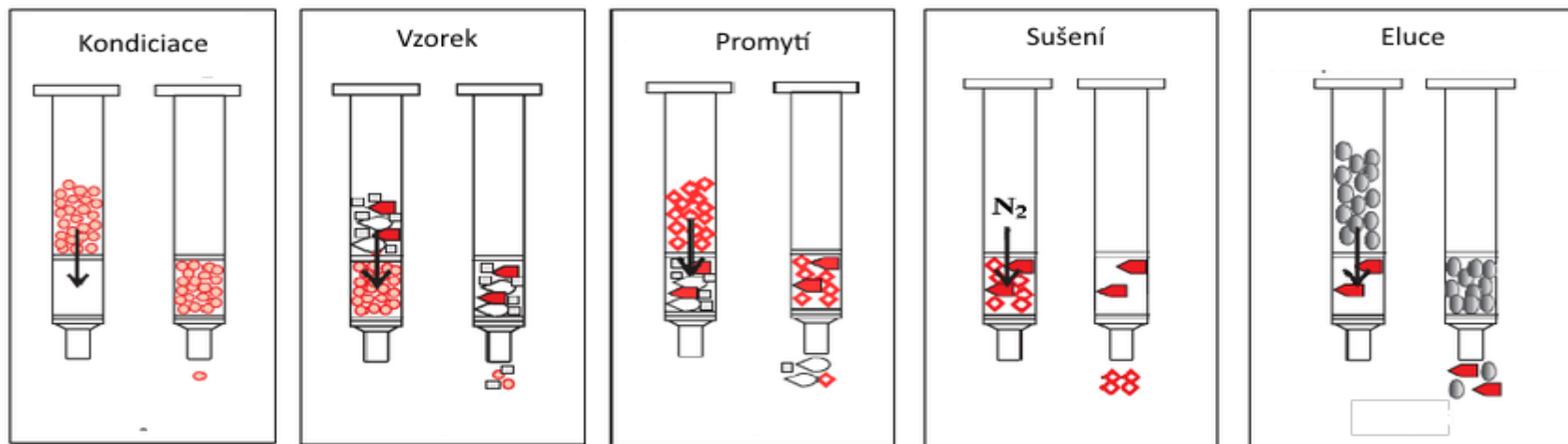
PUF

Tecator

HPLC/DAD/FD

Zpracování kondenzátu

Extrakce na pevné fázi -SPE



Přesný postup a podmínky odzkoušeny a společně odladěny při konzultacích a vzájemných návštěvách pracovníku VŠB TU Ostrava a GIG Katowice.

Tecator

Podmínky zpracování PUF

1. Skleněná fritá
2. Extrakční činidlo - dichlormethan
3. Doba extrakce - 8 hodin
4. Objem extraktu – 10ml
5. Alikvót – 2ml
6. Odfoukání dusíkem
7. Změna rozpouštědla na acetonitril 2ml
8. Filtrace 0,2 μ m – změna oproti původnímu postupu
9. Vlastní stanovení HPLC
10. Výpočet obsahu jednotlivých PAH ve vzorku



Postup odzkoušen a společně odladěn při konzultacích a vzájemných návštěvách pracovníku VŠB TU Ostrava a GIG Katowice.

Analýza HPLC



Přístroj - UPLC Waters I-Class

Detektory: DAD, FD

Kolona: Waters PAH, 2.1 x 150mm, předkolonka

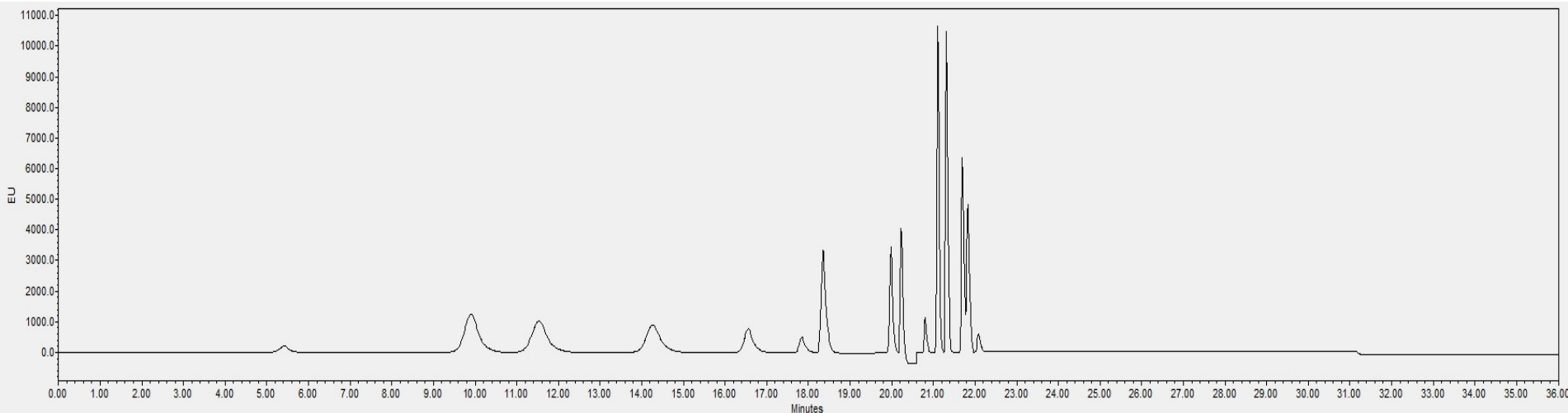
Autosampler: FTN

Eluce: gradientová, acetonitril – voda

Kalibrace: 5 bodová , rozsah 0,01 - 2 mg / l

Standard: Absolute Standards E8310, acetonitril,
100µg/ml

Software: Empower 3



Analýza HPLC

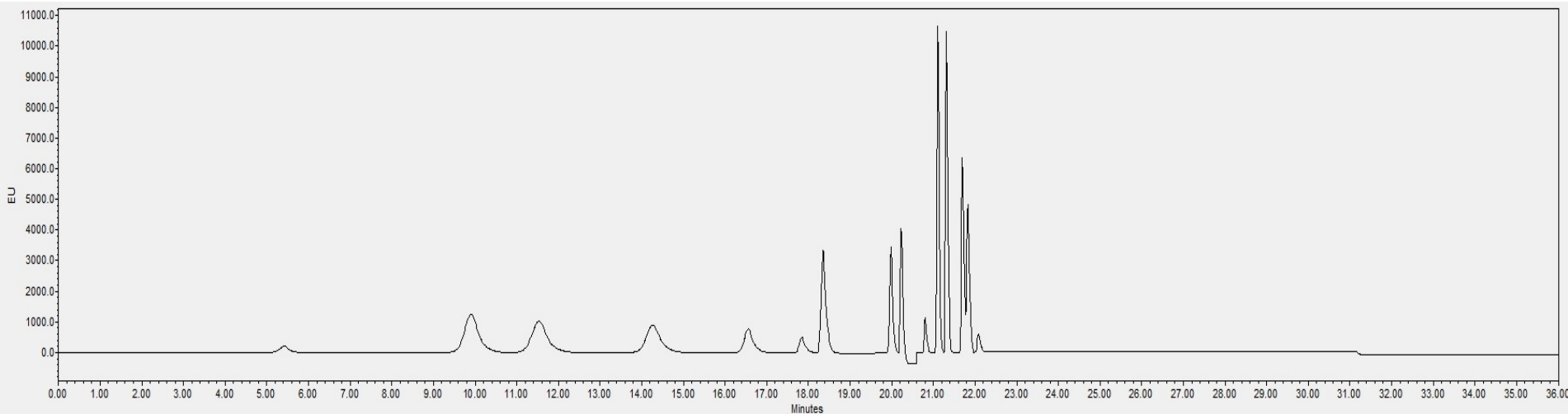


Celková časová náročnost analýzy

- každý vzorek analyzován 2 x
- každý vzorek ředěn minimálně 1x
- tj. další 2 analýzy

Celkem tedy 1 odebraný vzorek – 8 analýz PAH

Nutný výběr dat



Vyhodnocení - postup

- Kondenzát
 - Výpočet obsahu jednotlivých PAH
 - $H1 = \text{naměřená koncentrace} \times \text{konečný objem extraktu}$
- PUF
 - Výpočet obsahu jednotlivých PAH
 - $H2 = \text{naměřená koncentrace} \times \text{konečný objem extraktu}$
- Prach
 - Výpočet obsahu jednotlivých PAH
 - $H3 = \text{naměřená koncentrace} \times \text{konečný objem}$
 - Celkový obsah = $H1 + H2 + H3$ (pro jednotlivé PAH)
- Přepočet na odebraný objem vzdušiny

Přesný způsob výpočtů odsouhlasen při konzultacích a vzájemných návštěvách pracovníku VŠB TU Ostrava a GIG Katowice.

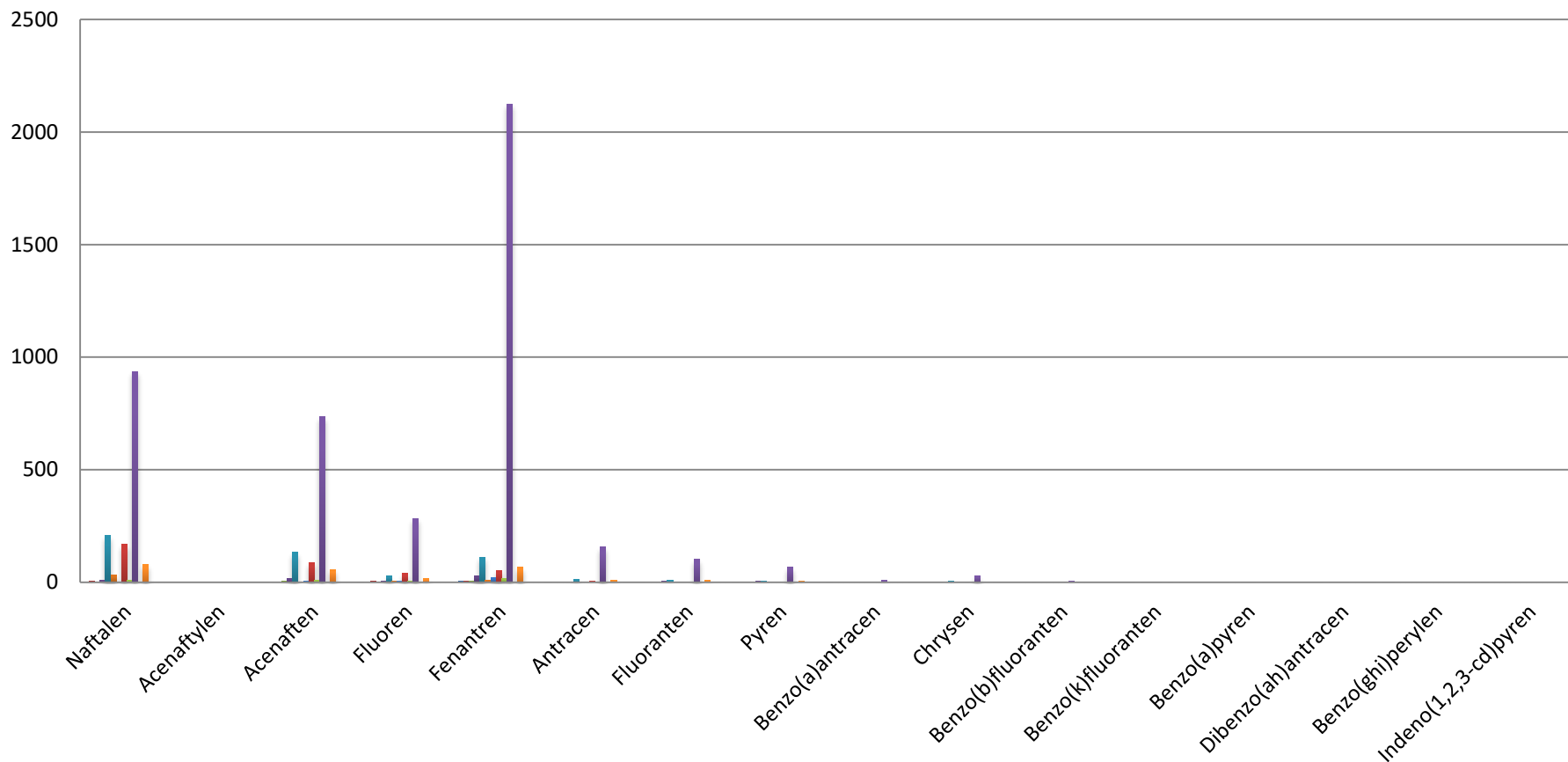
Vyhodnocení PAH

Čís. vz. CNT	Kond-5 -05-18		Čís. vz. CNT	PUF -5_05-18		Čís. vz. CNT			
Analyt	mg/l	µg/vz	Analyt	mg/l	ug/vz	Objem vzdušiny [m	2.08		
Naftalen	0.112	0.224	Objem vzdušiny [m	2.08					
Acenaftylen		0.000	Naftalen	5.842	29.210	Analyt	µg/vz	µg/vz	na objem
Acenaften	0.107	0.214	Acenaftylen		0.000	Naftalen	29.21	0.224	14.15
Fluoren	0.054	0.108	Acenaften		0.000	Acenaftylen	0	0	0.00
Fenantren	0.298	0.596	Fluoren	1.914	9.570	Acenaften	0	0.214	0.10
Antracen	0.013	0.026	Fenantren	3.505	17.525	Fluoren	9.57	0.108	4.65
Fluoranten	0.093	0.186	Antracen	0.359	1.795	Fenantren	17.525	0.596	8.71
Pyren	0.037	0.074	Fluoranten	0.610	3.050	Antracen	1.795	0.026	0.88
Benzo(a)antracen	0.03	0.060	Pyren	0.359	1.795	Fluoranten	3.05	0.186	1.56
Chrysen	0.048	0.096	Benzo(a)antracen	0.009	0.045	Pyren	1.795	0.074	0.90
Benzo(b)fluoranten	0.019	0.038	Chrysen	0.020	0.100	Benzo(a)antracen	0.045	0.06	0.05
Benzo(k)fluoranten		0.000	Benzo(b)fluoranten	0.002	0.010	Chrysen	0.1	0.096	0.09
Benzo(a)pyren		0.000	Benzo(k)fluoranten		0.000	Benzo(b)fluoranten	0.01	0.038	0.02
Dibenzo(ah)antracen		0.000	Benzo(a)pyren	0.002	0.010	Benzo(k)fluoranten	0	0	0.00
Benzo(ghi)perylene	0.025	0.050	Dibenzo(ah)antrac	0.017	0.085	Benzo(a)pyren	0.01	0	0.00
Indeno(1,2,3-cd)pyren	0.005	0.010	Benzo(ghi)perylene	0.002	0.010	Dibenzo(ah)antrac	0.085	0	0.04
Objem vzorku	107		Indeno(1,2,3-cd)p	0.001	0.005	Benzo(ghi)perylene	0.01	0.05	0.03
			Suma		63.210	Indeno(1,2,3-cd)pyr	0.005	0.01	0.01
						suma	63.21	1.682	31.20

Dosažené výsledky

PAH Heřmanice

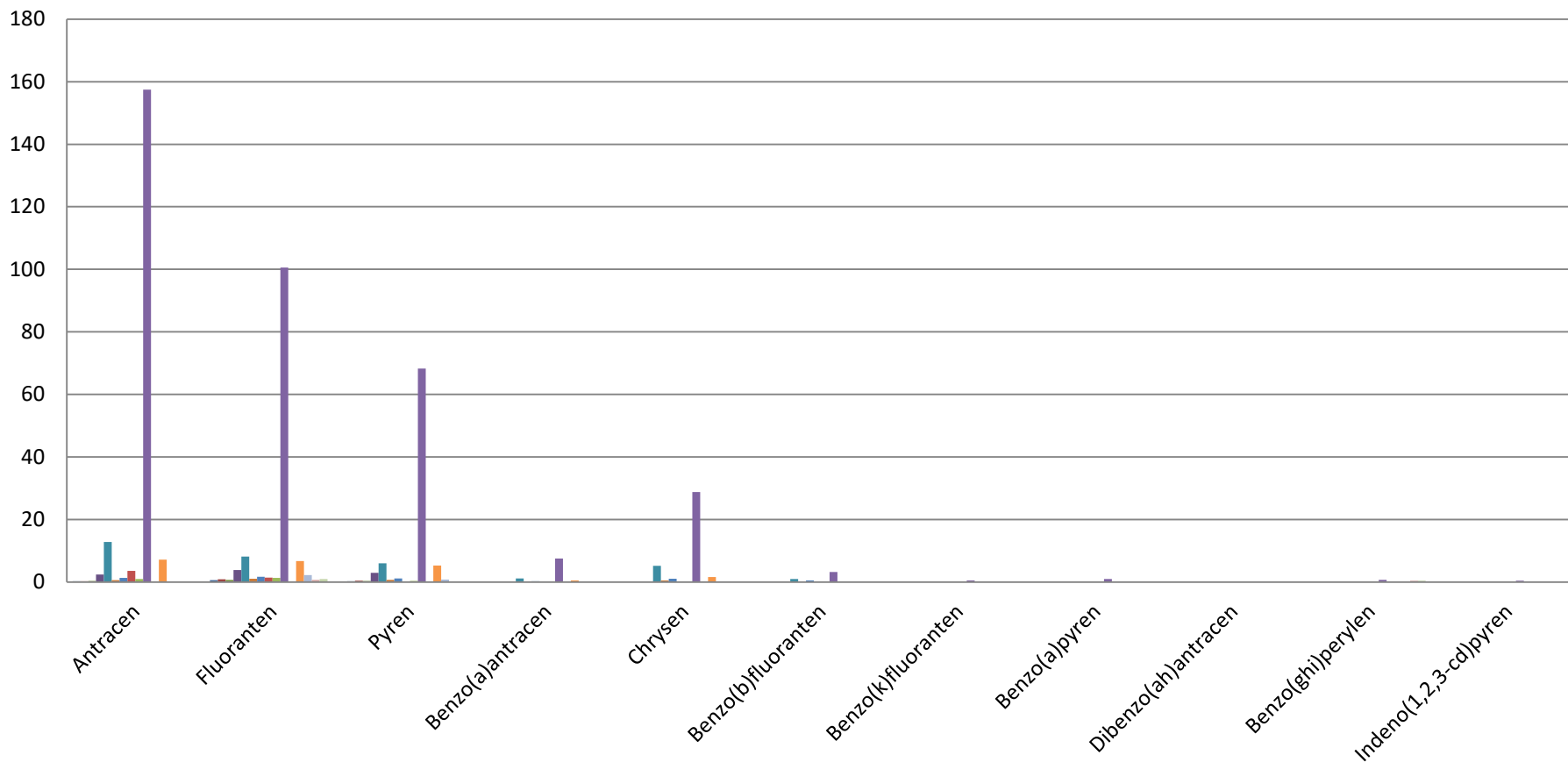
PAH Heřmanice [$\mu\text{g m}^{-3}$]



Dosažené výsledky

PAH Heřmanice

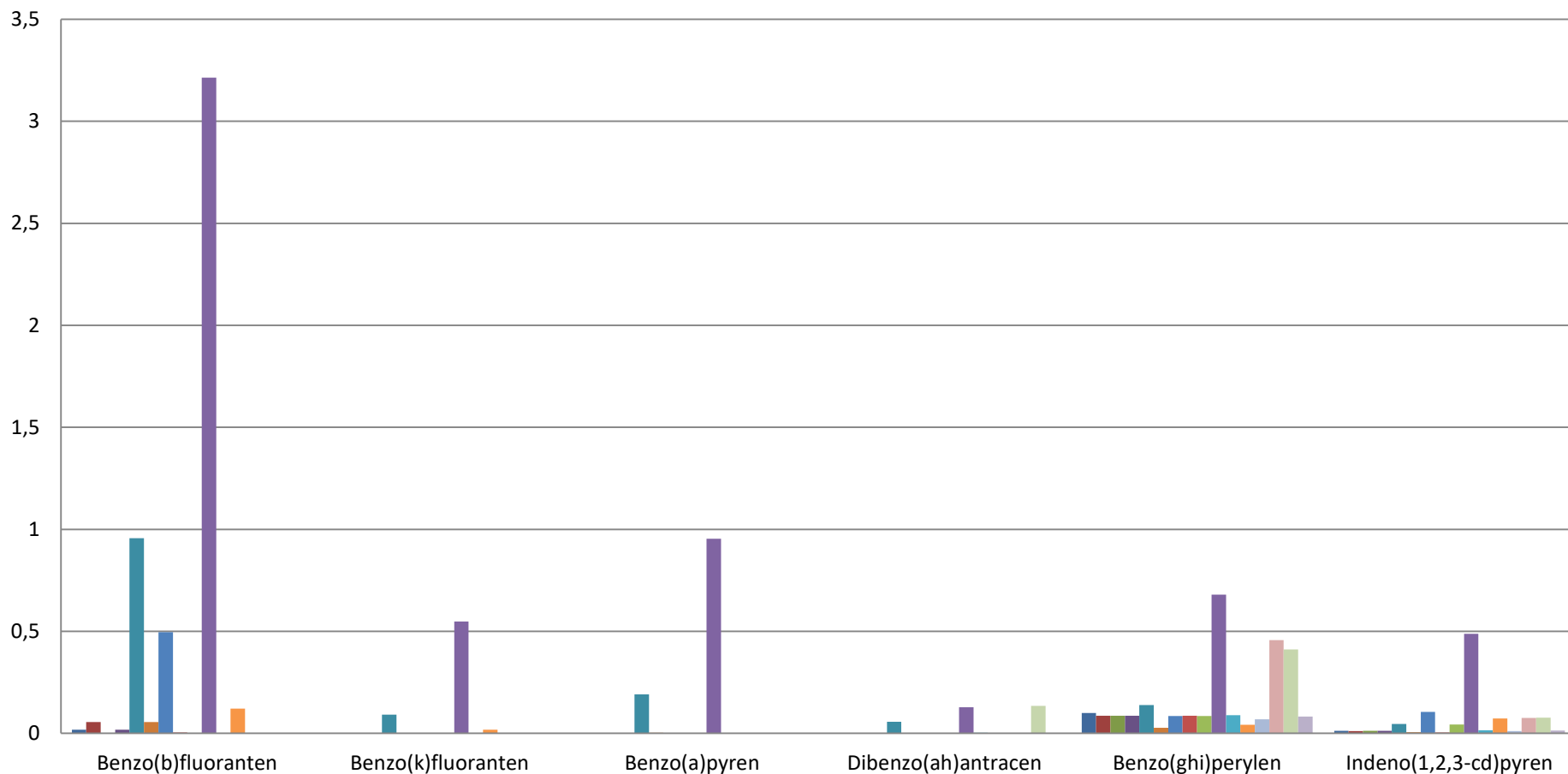
PAH Heřmanice [mg m^{-3}]



Dosažené výsledky

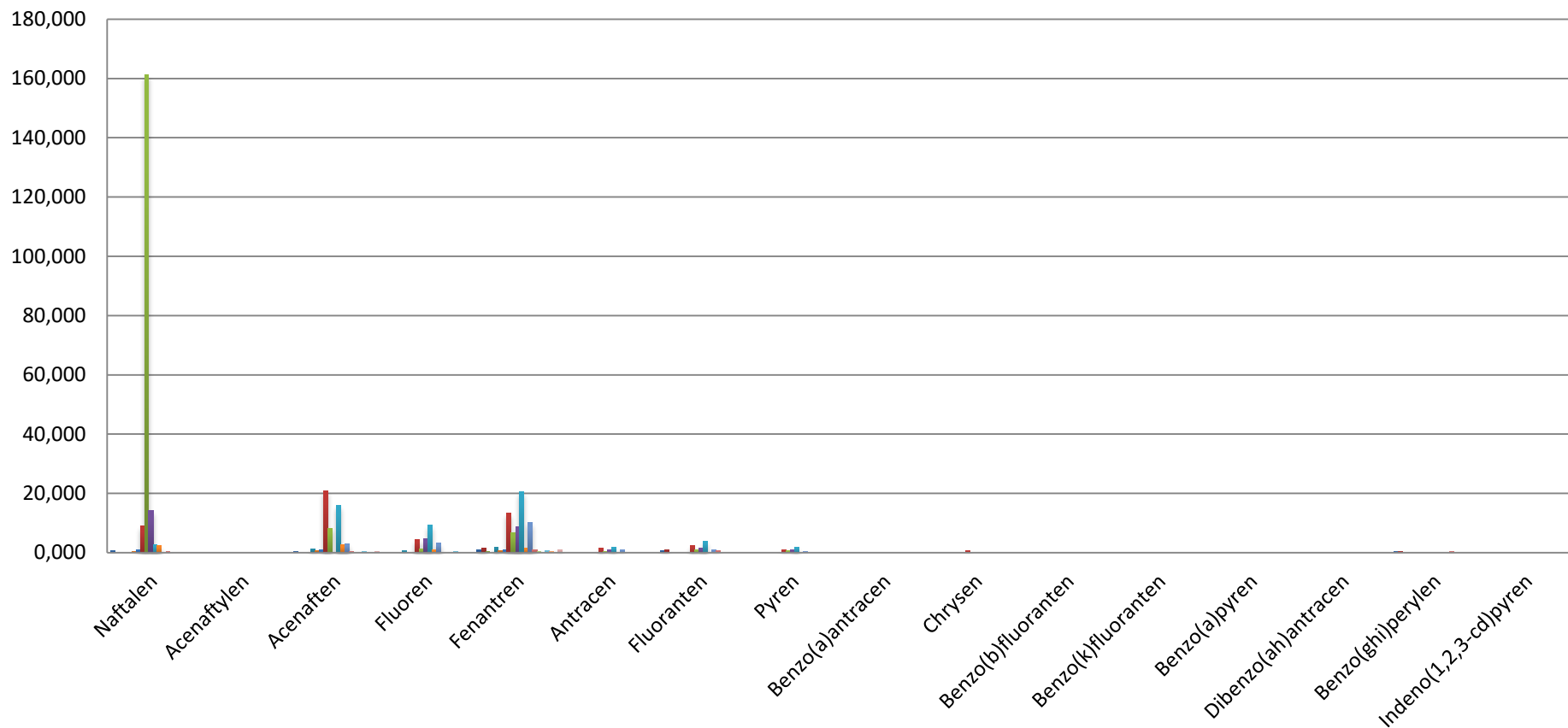
PAH Heřmanice

PAH Heřmanice [mg m^{-3}]



Dosažené výsledky PAH Hedvika

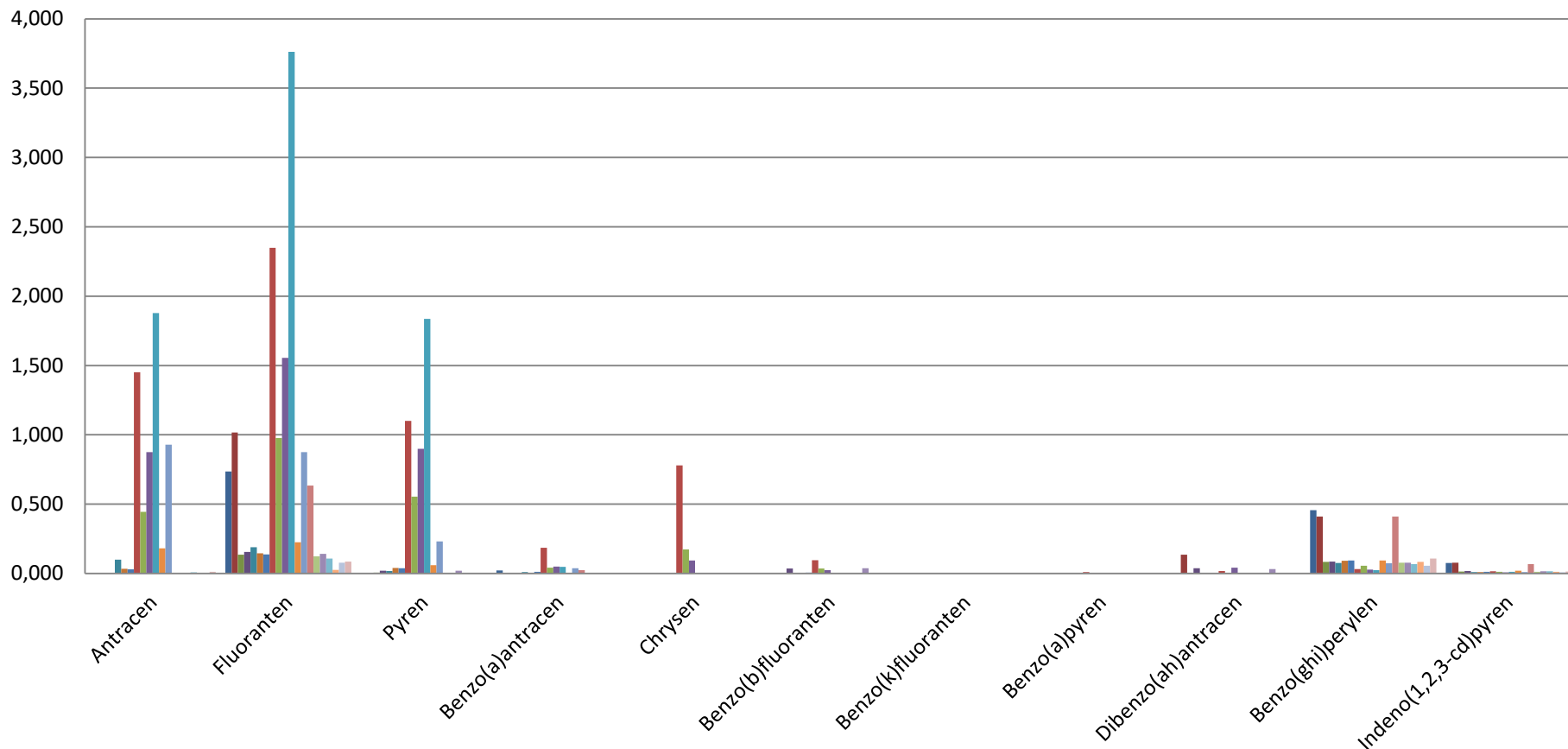
PAH Hedvika [$\mu\text{g m}^{-3}$]

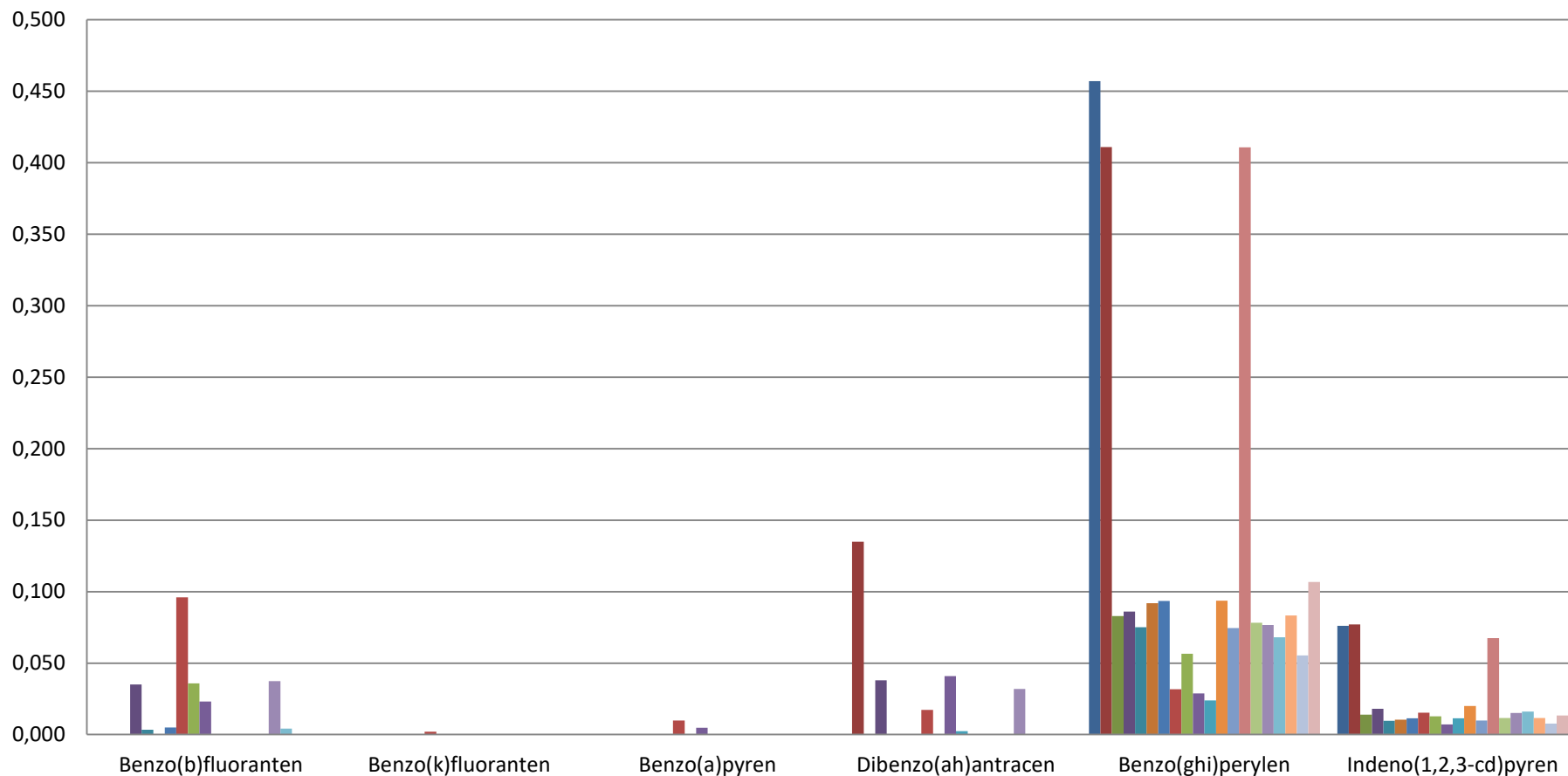


Dosažené výsledky

PAH Hedvika

PAH Hedvika [mg m^{-3}]





Dosažené výsledky ?!?



Děkuji za pozornost