

# Gravimetrické stanovení suspendovaných částic

Minimalizace chyby při stanovení hmotnosti

## Princip metody

Aerosol se přímo (frakce TSP) nebo po oddělení v separační hlavici  $PM_{10(2,5/1)}$  zachytí na filtrační médium (membránový filtr o definované velikosti pórů). Množství prachu se stanoví gravimetricky jako přírůstek hmotnosti filtru v relaci k odebranému objemu vzduchu.

Jako médium se používají nejčastěji filtry Millipore nebo Pragopory z nitrocelulózy nebo směsi acetylnitrocelulózy o porozitě 0,8 nebo 1,2  $\mu m$  a průměru - podle užívaných držáku filtrů - 35 nebo 47 mm.

## Zdroj metody

- Příloha č. 6 k nařízení vlády č. 350/2002 Sb. ve znění následných právních úprav - Referenční metoda pro vzorkování suspendovaných částic frakce  $PM_{10}$ .
- Norma ISO 7708 Kvalita ovzduší – Definice velikostních frakcí částic pro odběr vzorků k hodnocení zdravotních rizik.
- Norma EN 12341 Kvalita ovzduší – Stanovení frakce  $PM_{10}$  aerosolových částic – Referenční metoda a postup při terénní zkoušce ověření požadované těsnosti shody mezi výsledky hodnocené a referenční metody.
- Hygienické předpisy č. 60 - Metodický návod pro zjišťování obsahu škodlivin v ovzduší. (str. 84).
- Soubor metodických předpisů pro měření základních znečišťujících látek ve venkovním ovzduší. (ČHMÚ Praha, 1997)

## Návaznost metody

Je zajištěna pravidelnou kalibrací a ověřováním vah a průtokoměrů.

V dalším textu jsou uvedeny postupy vážení, které umožní snížit mez stanovitelnosti gravimetrického stanovení suspendovaných částic pod 0,05 mg. Postupy byly ověřeny :

Postup pro klimatizovanou váhovnu – ZÚ se sídlem v Ústí nad Labem, pracoviště Teplice

Postup pro neklimatizovanou váhovnu – SZÚ Praha, odb. skupina hygieny ovzduší

## 1. Doporučený postup pro vážení a ekvilibraci membránových (nitrocelulózových - acetylnitrocelulózových) filtrů v případě klimatizované váhovny

### a) čisté filtry

1. Filtry se předsušují v sušárně po dobu 8 hodin při teplotě 90 °C. Filtry je nutno rozprostřít tak, aby se při sušení nepřekrývaly a zajistit je proti proudění vzduchu v sušárně.
2. Filtry se přemístí do váhovny, pokud klimatizace ve váhovně není trvale zapnuta, zapne se a nastaví. **Optimální teplota je 23 °C, relativní vlhkost 30 – 45 %.**
3. Filtry jsou jednoznačným způsobem na rubu před další přípravou označeny (nejlépe obyčejnou tužkou, lze použít i obyčejnou propisovací tužku).
4. Předsušené filtry se ve váhovně stabilizují při nastavené teplotě a vlhkosti minimálně 24 hodin.
5. Vážení :  
Filtry jsou váženy s přesností +/- 0,00001 g, hodnota se odečítá přesně 3 minuty po ustálení vah.

### b) exponované filtry

1. Po expozici nebo v následující den ráno umístíte filtry do váhovny. Klimatizace musí být zapnuta a nastavena již předem.
2. Filtry se ve váhovně stabilizují při nastavené teplotě a vlhkosti minimálně 24 hodin.
3. Vážení :  
Filtry jsou váženy s přesností +/- 0,00001 g, hodnota se odečítá přesně 3 minuty po ustálení vah.

### c) Další důležité zásady

- Doporučuje se zachovávat odpovídající bezpečnostní postupy (hořlavý materiál), vážit v rukavicích (v roušce) a používat výhradně teflonové® pinzety.
- Nikdy současně nevážíme čisté a exponované filtry.
- Exponované a neexponované filtry jsou ve váhovně uchovávány odděleně.

### d) Zajištění kvality :

- Váhy podléhají systému zajištění kvality včetně pravidelné revize (v režimu každé dva roky).
- Pro každou šarži filtrů se proměřuje alespoň jeden slepý terénní vzorek (field blank).
- Při každém vážení se kontroluje přesnost vážení kontrolním zvážením referenčního filtru o známé hmotnosti uloženém v exsikátoru ve váhovně. Životnost tohoto filtru je odhadována na cca 2 měsíce, je tedy nutno na sebe referenční filtry „navazovat“.
- Rozdíl mezi známou a aktuálně naměřenou hodnotou referenčního filtru se vynášší do diferenčního regulačního diagramu (centrální linie je nulová, varovné a regulační meze se pak počítají standardním postupem). Minimálním kritériem je, že rozdíl mezi aktuální a vztažnou hmotností referenčního filtru nesmí překročit 5 % hmotnosti referenčního filtru.

## 2. Doporučený postup pro vážení a ekvilibraci membránových (nitrocelulózových - acetylnitrocelulózových) filtrů v případě neklimatizované váhovny

### a) čisté filtry

- Filtry se předsušují v sušárně po dobu 8 hodin při teplotě 90 °C. Filtry je nutno rozprostřít tak, aby se při sušení nepřekrývaly a zajistit je proti proudění vzduchu v sušárně.
- Filtry se přemístí do váhovny a vloží do exsikátoru s vysušeným silikagelem.
- Filtry jsou jednoznačným způsobem na rubu před další přípravou označeny (nejlépe obyčejnou tužkou, lze použít i obyčejnou propisovací tužku).
- Předsušené filtry se ve váhovně nad silikagelem stabilizují minimálně 48 hodin.
- Vážení :
- Po stabilizaci jsou filtry váženy s přesností +/- 0,00001 g, hodnota se odečítá přesně 3 minuty po ustálení vah.

### b) exponované filtry

- Po expozici nebo v následující den ráno umístíme filtry do váhovny, vložíme do exsikátoru se silikagelem.
- Exponované filtry se ve váhovně stabilizují nad silikagelem minimálně 48 hodin.
- Vážení :
- Po stabilizaci jsou filtry váženy s přesností +/- 0,00001 g, hodnota se odečítá přesně 3 minuty po ustálení vah.

### c) Další důležité zásady

- Doporučuje se zachovávat odpovídající bezpečnostní postupy (hořlavý materiál), vážit v rukavicích (v roušce) a používat výhradně teflonové® pinzety.
- Nikdy současně nevážíme čisté a exponované filtry.
- Exponované a neexponované filtry jsou ve váhovně uchovávány odděleně.
- Vsázka silikagelu se mění (regeneruje) pravidelně jednou za měsíc.

### d) Zajištění kvality

- Váhy podléhají systému zajištění kvality včetně pravidelné revize (v režimu každé dva roky).
- Pro každou šarži filtrů se proměřuje alespoň jeden slepý terénní vzorek (field blank).
- Při každém vážení se kontroluje přesnost vážení kontrolním zvážením referenčního filtru o známé hmotnosti uloženém v exsikátoru ve váhovně. Životnost tohoto filtru je odhadována na cca 2 měsíce, je tedy nutno na sebe referenční filtry „navazovat“.
- Rozdíl mezi známou a aktuálně naměřenou hodnotou referenčního filtru se vynáší do diferenčního regulačního diagramu (centrální linie je nulová, varovné a regulační meze se pak počítají standardním postupem). Minimálním kritériem je, že rozdíl mezi aktuální a vztažnou hmotností referenčního filtru nesmí překročit 5 % hmotnosti referenčního filtru.