

# Tellur i jego związki

## Metoda oznaczania w powietrzu na stanowiskach pracy<sup>1</sup>

## Tellurium and its compounds

## Method of determining in workplace air

---

*mgr JOLANTA SURGIEWICZ*  
*e-mail: josur@ciop.pl*  
*Centralny Instytut Ochrony Pracy –*  
*Państwowy Instytut Badawczy*  
*00-701 Warszawa*  
*ul. Czerniakowska 16*

Numer CAS 13494-80-9

**Słowa kluczowe:** tellur, związki telluru, metoda oznaczania, absorpcyjna spektrometria atomowa, narażenie zawodowe.

**Keywords:** tellurium, tellurium compounds, determination method, atomic absorption spectrometry, occupational exposure.

### Streszczenie

W przemyśle tellur jest stosowany jako dodatek stopowy do: stali, stopów ołowiu, magnezu i miedzi. Stosuje się go także do barwienia szkła i porcelany oraz jako katalizator reakcji chemicznych i dodatek do gumy.

Tellur działa szkodliwie na: drogi oddechowe, oczy i skórę. Ostre zatrucie tellurem powoduje uszkodzenie: wątroby, układu nerwowego i naczyniowo-sercowego. Przewlekłe narażenie na tellur wywołuje: senność, ból głowy, zaburzenia

żołądkowo-jelitowe oraz alergiczne reakcje skórne. Tellur może także działać szkodliwie na płodność i na dziecko w łonie matki.

Wartości normatywów higienicznych dla telluru i jego związków w przeliczeniu na tellur wynoszą: najwyższe dopuszczalne stężenie (NDS) – 0,01 mg/m<sup>3</sup> i najwyższe dopuszczalne stężenie chwilowe (NDSch) – 0,03 mg/m<sup>3</sup>.

Celem pracy było opracowanie metody oznaczania stężeń telluru i jego związków w powietrzu na

---

<sup>1</sup> Publikacja opracowana na podstawie wyników uzyskanych w ramach III etapu programu wieloletniego: „Poprawa bezpieczeństwa i warunków pracy” dofinansowywanego w latach 2014-2016 w zakresie zadań służb państwowych przez Ministerstwo Rodziny, Pracy i Polityki Społecznej.

Główny koordynator: Centralny Instytut Ochrony Pracy – Państwowy Instytut Badawczy.

stanowiskach pracy zgodnie z wymaganiami zawartymi w normie europejskiej PN-EN 482:2012E. Opracowana metoda oznaczania telluru i jego związków polega na: pobraniu telluru i jego związków (zawartych w powietrzu) na filtr membranowy, mineralizacji filtra z zastosowaniem stężonego kwasu azotowego oraz oznaczaniu telluru w roztworze przygotowanym do analizy metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej z elektrotermiczną atomizacją (ET-AAS).

Krzywa kalibracyjna telluru w zakresie stężeń  $10,00 \div 100,00 \mu\text{g/l}$  charakteryzuje się współczynnikiem korelacji  $R^2 = 0,9998$  oraz odpowiada zakresowi stężeń  $0,001 \div 0,011 \text{ mg/m}^3$  telluru i jego związków w powietrzu (dla próbki powietrza

o objętości 720 l, objętości próbki 10 ml i krotności rozcieńczenia próbki  $k = 8$ ). Średnia wartość współczynnika wydajności mineralizacji wynosiła 1,00.

Metoda oznaczania telluru i jego związków pozwala na oznaczanie najmniejszej ilości telluru i jego związków w powietrzu na stanowiskach pracy na poziomie  $0,001 \text{ mg/m}^3$ . Charakteryzuje się dobrą dokładnością i precyzją, a także spełnia wymagania stawiane procedurom oznaczania czynników chemicznych stosowanych do oceny narażenia zawodowego.

Opracowana metoda oznaczania telluru i jego związków została zapisana w postaci procedury analitycznej, którą zamieszczono w załączniku.

## Summary

Tellurium is used in the industry as an alloying addition (steel, lead alloys, magnesium and copper), a catalyst for chemical reactions and as addition to rubber. It is also used for coloring glass and porcelain.

Tellurium is harmful to respiratory tract, eyes and skin. As a result of acute intoxication liver, nervous and cardiovascular systems can be damaged. Chronic exposure to tellurium causes drowsiness, headache, gastrointestinal disturbances and allergic reactions of the skin.

Exposure limit values for tellurium and its compounds in workplace air are NDS  $0.01 \text{ mg/m}^3$  and NDSch  $0.03 \text{ mg/m}^3$ .

The aim of this study was to develop a method for determining concentrations of tellurium and its compounds in workplace air in accordance with the requirements of Standard No. EN 482:2012E.

The method involves collecting tellurium and its compounds from the air on a membrane filter,

filter mineralization with concentrated nitric acid and determining tellurium in the solution prepared for analysis with atomic absorption spectrometry with electrothermal atomization (ET-AAS). The calibration curve of tellurium in the concentration range  $10.00 \div 100.00 \mu\text{g/l}$  has a correlation coefficient  $R^2 = 0.9998$ , and corresponds to the concentration range of  $0.001 \div 0.01 \text{ mg/m}^3$  for a 720-L air sample. The average value of the efficiency factor of mineralization was 1.00.

The developed method for determining tellurium and its compounds enables determination of the smallest amount in workplace air at the level of  $0.001 \text{ mg/m}^3$ . The method is accurate, precise and it meets the requirements for procedures for determining factors used to determine occupational exposure.

The developed method of determining tellurium and its compounds has been recorded as an analytical procedure (see appendix).

## WPROWADZENIE

Tellur należy do grupy 16. (VI głównej – tlenowce) i 5. okresu układu okresowego. Liczba atomowa telluru wynosi 52, natomiast masa atomowa – 127,6. Tellur ma osiem izotopów trwałych. Temperatura topnienia telluru wynosi  $449 \text{ }^\circ\text{C}$ , a temperatura wrzenia  $990 \text{ }^\circ\text{C}$ . Gęstość tego pierwiastka wynosi  $6,24 \text{ g/cm}^3$ .

Tellur w przyrodzie występuje rzadko, głów-

nie w postaci tellurków metali szlachetnych, tj.:  $\text{Ag}_2\text{Te}$ ,  $(\text{Au}, \text{Ag})_2\text{Te}$ ,  $(\text{Au}, \text{Ag})\text{Te}_2$ ,  $\text{PbTe}$ . Tellur jest otrzymywany przez działanie na rudę gorącym kwasem siarkowym. Przechodzi wówczas do roztworu w postaci kwasu tellurowego i następnie jest strącany przez redukcję ditlenkiem siarki (Sołowiewicz 1989). Otrzymuje się tzw. tellur bezpostaciowy – w postaci brunatnego proszku.

Tellur jest półmetalem. Tworzy dwie krystaliczne odmiany alotropowe i jedną bezpostaciową. Najtrwalsza jest odmiana krystalizująca w układzie heksagonalnym (tzw. tellur metaliczny). Jest to substancja krucha o metalicznym połysku, która jest półprzewodnikiem o bardzo dużej oporności elektrycznej.

Tellur rozpuszcza się w stężonym kwasie azotowym i w stężonych roztworach mocnych zasad. W związkach chemicznych występuje w stopniu utlenienia: -II, +IV i +VI.

Tellur spala się na powietrzu do ditlenku telluru ( $\text{TeO}_2$ ). Ditlenek telluru jest tlenkiem kwasowym, który reaguje z mocnymi zasadami, tworząc tellurany (IV). Po utlenieniu otrzymuje się tellurany (VI) oraz sole nieznanego w stanie wolnym kwasu tellurowego ( $\text{H}_2\text{TeO}_6$ ). Znany jest również trójtlenek  $\text{TeO}_3$  i kwas ortotellurowy (VI), ( $\text{H}_6\text{TeO}_6$ ) – bardzo słaby kwas rozpuszczalny w wodzie. Tellur tworzy halogenki, tj.:  $\text{TeF}_6$ ,  $\text{TeF}_4$ ,  $\text{TeCl}_4$  i  $\text{TeBr}_4$ . Z metalami tworzy tellurki ( $\text{Me}_2\text{Te}$ ), które są stosowane w: przemyśle gumowym i szklarskim, fotografii i mikrobiologii oraz jako półprzewodniki  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$ .

Tellur wykorzystuje się jako dodatek stopowy (do stali, stopów ołowiu, magnezu i miedzi) zwiększający odporność na korozję. Jest również dobrym katalizatorem niektórych reakcji chemicznych. Dodany do kauczuku zwiększa odporność gumy na: starzenie się, wysoką temperaturę i utlenianie. Tellur koloidalny służy do barwienia szkła oraz porcelany (Encyklopedia... 1993).

Tellur i jego związki są toksyczne. W wyniku ostrego zatrucia tellurem może dojść do uszkodzenia wątroby oraz układu nerwowego i naczyniowo-sercowego. Rozpuszczalne związki telluru zostały sklasyfikowane jako „toksyczne po połknięciu” (na podstawie wartości  $\text{LD}_{50} = 83 \text{ mg/kg}$  – wartość nie dotyczy metalu). Krótkoterminowe narażenie na tellur prowadzi do podrażnienia dróg oddechowych i oczu, natomiast przewlekłe narażenie na tellur powoduje: senność, metaliczny smak w ustach, ból głowy, nudności, zaczerwienienie i ból oczu, zaburzenia żołądkowo-jelitowe oraz alergiczne reakcje

skórne. Oddech robotników narażonych na nieorganiczne związki telluru ma zapach czosnku, być może, wskazując na ich bioprzekształcenie w układy telluroorganiczne (Manahan 2006). Tellur i jego związki mogą działać szkodliwie na płodność lub na dziecko w łonie matki (GESTIS 2014).

Ze względu na zagrożenia dla zdrowia ludzi tellur został sklasyfikowany w WE (nr 1272/2008) jako substancja: wykazująca toksyczność ostrą przy wdychaniu (kategoria zagrożenia 4.), powodująca poważne uszkodzenie oczu/działanie drażniące na oczy (kategoria zagrożenia 2.), działająca toksycznie na narządy docelowe – narażenie jednorazowe (kategoria zagrożenia 3.) i szkodliwie na rozrodczość (kategoria zagrożenia 1.B) z przypisanymi w celu oznakowania zwrotami zagrożenia (CHEMPYL 2015):

- H319 – działa drażniąco na oczy
- H332 – działa szkodliwie w następstwie wdychania
- H335 – może powodować podrażnienie dróg oddechowych
- H360D – może działać szkodliwie na dziecko w łonie matki.
- H360F – może działać szkodliwie na płodność.

Wartości normatywne dla telluru i jego związków, w przeliczeniu na Te (nr CAS 13494-80-9), podane w obowiązującym rozporządzeniu ministra pracy i polityki społecznej w sprawie najwyższych dopuszczalnych stężeń i natężeń czynników szkodliwych dla zdrowia w środowisku pracy, wynoszą: NDS –  $0,01 \text{ mg/m}^3$  i NDSC –  $0,03 \text{ mg/m}^3$  (DzU 2014, poz. 817).

Obecnie brak jest znormalizowanej metody oznaczania telluru i jego związków służącej do oceny narażenia. Do oznaczania telluru i jego związków na stanowiskach pracy stosowano znormalizowaną metodę PN-Z-04123:1979 – Oznaczanie zawartości telluru i jego związków na stanowiskach pracy metodą kolorymetryczną. Metoda ta została wycofana ze zbioru me-

toż znormalizowanych. Metoda polegała na oznaczaniu telluru metodą dwuchromianowo-ferrinową, przy długości fali 500 nm i pozwalała na oznaczenie najmniejszej ilości telluru w powietrzu na stanowiskach pracy na poziomie 0,005 mg/m<sup>3</sup>.

W dostępnym piśmiennictwie dotyczącym oznaczania telluru i jego związków stosuje się metodę spektrometrii emisyjnej ze wzbudzeniem w plazmie sprzężonej indukcyjnie (ICP – AES). Metoda ta pozwala na uzyskanie granicy wykrywalności telluru na poziomie 0,0031 µg/ml, co w warunkach pobierania próbek i przeprowadzania analizy oznacza uzyskanie granicy oznaczania ilościowego na poziomie 0,0005 mg/m<sup>3</sup> (dla próbki powietrza 480 l), (NIOSH 2003a; 2003b).

Próbkę powietrza do analizy metodą ICP – AES pobiera się na filtr membranowy i mineralizuje na drodze mokrej za pomocą mieszaniny stężonych kwasów: kwasu azotowego i kwasu nadchlorowego (NIOSH 2003a) lub wody królewskiej (NIOSH 2003b), w temperaturze około 150 °C (z wykorzystaniem płyty grzejnej).

Przy wykonywaniu analiz używano łaźni wodnej. Mineralizację przeprowadzano w temperaturze 95 °C, stosując mieszaniny kwasu azotowego i solnego (NIOSH 2003c).

Do oznaczania telluru i jego związków w powietrzu na stanowiskach pracy często wykorzystuje się metodę absorpcyjnej spektrometrii atomowej (AAS), która przy zastosowaniu elektrotermicznej atomizacji pozwala na uzyskanie niskiej granicy wykrywalności na poziomie 50 pg (0,0025 µg/ml) telluru w próbce (Price 1983).

Metoda OSHA oznaczania telluru i jego związków zawartych w powietrzu na stanowiskach pracy, z wykorzystaniem atomizacji w płomieniu (F-AAS), pozwala na uzyskanie granicy oznaczalności na poziomie 0,05 µg/ml (OSHA 2006). W metodzie tej próbkę pobraną na filtr nitrocelulozowy (MCE) mineralizuje się za pomocą stężonego kwasu azotowego i sporządza roztwór w rozcieńczonym kwasie solnym. Dla próbki powietrza 480 l granica oznaczalności telluru i jego związków wynosi 0,00026 mg/m<sup>3</sup>.

## METODA OZNACZANIA TELLURU I JEGO ZWIĄZKÓW W POWIETRZU NA STANOWISKACH PRACY

Przedstawiono metodę oznaczania telluru i jego związków z wykorzystaniem absorpcyjnej spektrometrii atomowej z elektrotermiczną atomizacją (ET-AAS). Obecnie nie ma aktualnej metody znormalizowanej. Opracowana metoda zastąpi metodę oznaczania podaną w wycofanej już normie PN-Z-04123:1979, która polega na kolorymetrycznym oznaczaniu telluru metodą dwuchromianowo-ferrinową i pozwala na oznaczenie najmniejszej ilości telluru w powietrzu na stanowiskach pracy na poziomie 0,005 mg/m<sup>3</sup>, co stanowi jedynie 1/2 wartości NDS.

Podane w obowiązującym rozporządzeniu ministra pracy w sprawie najwyższych dopuszczalnych stężeń i natężeń czynników szkodliwych w środowisku pracy

wartości normatywów higienicznych dotyczą telluru i jego związków i wynoszą: NDS – 0,01 mg/m<sup>3</sup> i NDSch – 0,03 mg/m<sup>3</sup>. (Rozporządzenie... 2014).

Ze względu na konieczność oznaczania telluru i jego związków w powietrzu co najmniej na poziomie 0,001 mg/m<sup>3</sup> zastosowano czułą metodę analityczną ET-AAS. Zgodnie z opracowaną metodą powietrze zanieczyszczone tellurem i jego związkami przepuszcza się przez filtr membranowy, próbkę mineralizuje się z użyciem stężonego kwasu azotowego, sporządza roztwór do analizy w rozcieńczonym kwasie azotowym i oznacza tellur przy długości fali 214,3 nm, metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej z elektrotermiczną atomizacją w kuwecie grafitowej.

## CZĘŚĆ DOŚWIADCZALNA

### Aparatura i stosowany sprzęt

W badaniach stosowano: spektrofotometr absorpcji atomowej AAnalyst 600 firmy Perkin Elmer Corporation umożliwiający oznaczanie telluru za pomocą elektrotermicznej atomizacji w kuwecie grafitowej z korekcją tła metodą Zeemana, wyposażony w lampę z wyładowaniem bezelektrodowym – EDL do oznaczania telluru, automatyczny podajnik próbek i kuwety odpowiednie do oznaczania pierwiastków lotnych (z platformą), pokrywane pirolitycznie.

W badaniach stosowano wodę demineralizowaną o oporności 18,2 M $\Omega$  (w temp. 25 °C) z systemu Milli-Q firmy Millipore (prod. USA).

Do sporządzania roztworów używano pipet automatycznych firmy PZHTL (prod. polskiej) oraz jednomiarowych pipet szklanych (ze szkła borowo-krzemowego).

W badaniach używano wyłącznie naczyń ze szkła borowo-krzemowego (lub polietylenu), natomiast do przechowywania roztworów używano naczyń z polietylenu.

Badania sprawdzające przyjęty sposób przygotowania próbki do oznaczania przeprowadzono z użyciem filtrów nitrocelulozowych membranowych Pragopor 4 o średnicy porów 0,85  $\mu\text{m}$  (prod. czeskiej).

Badane próbki mineralizowano w zlewkach o pojemności około 50 ml na płycie grzejnej, temperatura mineralizacji około 140 °C.

### Odczynniki, roztwory

Podczas badań stosowano następujące roztwory oraz odczynniki o stopniu czystości przynajmniej cz.d.a.:

- kwas azotowy, stężony 65-procentowy ( $\rho = 1,42 \text{ g/ml}$ )
- kwas azotowy, roztwór o stężeniu  $c(\text{HNO}_3) = 1$  oraz  $0,1 \text{ mol/l}$
- tellur, roztwór wzorcowy podstawowy do absorpcji atomowej o stężeniu

1 mg/ml (prod. GUM, Polska)

- tellur, roztwór wzorcowy pośredni I o stężeniu 10  $\mu\text{g/ml}$ , przygotowany w następujący sposób: do kolby pomiarowej o pojemności 100 ml odmierzone 1 ml roztworu wzorcowego podstawowego i uzupełniono do kreski roztworem kwasu azotowego 0,1 mol/l
- tellur, roztwór wzorcowy pośredni II o stężeniu 1  $\mu\text{g/ml}$ , przygotowany w następujący sposób: do kolby pomiarowej o pojemności 10 ml odmierzone 1 ml roztworu wzorcowego pośredniego i uzupełniono do kreski roztworem kwasu azotowego 0,1 mol/l
- tellur, roztwór roboczy o stężeniu 100  $\mu\text{g/l}$ , przygotowany w następujący sposób: do kolby pomiarowej o pojemności 10 ml odmierzone 1 ml roztworu wzorcowego pośredniego II i uzupełniono do kreski roztworem kwasu azotowego 0,1 mol/l
- tellur, roztwór do badania wydajności mineralizacji o stężeniu 40  $\mu\text{g/ml}$ , przygotowany w następujący sposób: do kolby pomiarowej o pojemności 25 ml odmierzone 1 ml roztworu wzorcowego podstawowego i uzupełniono do kreski roztworem kwasu azotowego 0,1 mol/l
- palladowy modyfikator matrycy, roztwór o  $c(\text{Pd}) = 10 \text{ g/l}$  – jako azotan palladu  $\text{Pd}(\text{NO}_3)_2$  firmy Merck
- magnezowy modyfikator matrycy, roztwór o  $c(\text{Mg}) = 10 \text{ g/l}$  – jako azotan magnezu  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$  firmy Merck
- roztwór palladu i azotanu magnezu, roztwór o stężeniu 1 g/l Pd i 0,6 g/l  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ , przygotowany w następujący sposób: do kolby pomiarowej o pojemności 10 ml odmierzone z roztworu palladowego modyfikatora matrycy 1 ml i z roztworu magnezowego modyfikatora matrycy 0,1 ml, uzupełniono

do kreski roztworem kwasu azotowego  
o stężeniu  $c(\text{HNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$

– argon sprężony N 5.0 – analizowany  
czysty.

## WYNIKI BADAŃ I ICH OMÓWIENIE

### Parametry oznaczania

W zastosowanej technice metody AAS atomizacja próbki zachodzi w kuwecie grafitowej, która znajduje się na drodze wiązki promieniowania charakterystycznego oznaczanego pierwiastka. Według przyjętej metody oznaczanie telluru przeprowadza się przy długości fali 214,3 nm, z korekcją tła metodą Zeemana.

W badaniach przyjęto parametry oznaczania wyznaczone eksperymentalnie, przez ich optymalizację. Optymalizacja dotyczyła doboru modyfikatorów matrycy oraz programu atomizacji (temperatury i czasu spopielenia próbki, temperatury i czasu atomizacji oraz wyboru zakresu pomiarowego).

Najlepszą czułość i precyzję oznaczania telluru w przygotowanych roztworach uzyskano przy zastosowaniu poniżej podanych warunków pracy spektrofotometru:

- długość fali – 214,3 nm
- lampa z wyładowaniem bezelektrodowym (EDL) do oznaczania telluru
- szczelina – 2,0 L
- całkowita objętość dozowanej próbki – 20  $\mu\text{l}$
- objętość dozowanego modyfikatora matrycy – 5  $\mu\text{l}$
- temperatura suszenia próbki – 110 °C i 130° C, czas – 75 sek.
- temperatura spopielenia 1200 °C, czas – 20 sek.
- temperatura atomizacji – 2200 °C, czas atomizacji – 5 sek.
- kuwety grafitowe (pokrywane pirolitycznie) z platformą.

### Krzywa wzorcowa oraz precyzja oznaczeń

Bezpośrednio przed wykonaniem analizy dokonuje się wzorcowania aparatu z użyciem roztworów wzorcowych oznaczanego pierwiastka (skala wzorców). W spektrofotetrze AAS stężenie pierwiastka w podawanym do aparatu roztworze jest obliczane automatycznie.

Do sporządzenia krzywej wzorcowej użyto pięciu roztworów (sporządzonych automatycznie) o stężeniach: 10; 25; 50; 75 i 100  $\mu\text{g/l}$ , sporządzonych przez automatyczny podajnik próbek z roztworu roboczego telluru o stężeniu 100  $\mu\text{g/l}$ . Każdy z pięciu roztworów był dozowany dwukrotnie do kuwety grafitowej. Do rozcieńczania stosowano roztwór 0,1 mol/l kwasu azotowego. Dodatkowo do kuwety (do atomizacji każdej próbki) dozowany był modyfikator matrycy pallad i azotan magnezu. Do pomiaru próbki zerowej używano roztworu kwasu azotowego o stężeniu 0,1 mol/l z dozowanym do atomizacji modyfikatorem matrycy.

Mierzona absorbancja integralna została skorygowana o wartość absorbancji dla próbki zerowej a stężenia telluru w badanej próbce oznaczano bezpośrednio w mikrogramach na litr ( $\mu\text{g/l}$ ).

Analizy były wykonywane w podanych wcześniej warunkach pracy spektrofotometru. Dla każdego stężenia wykonywano po dwa odczyty absorbancji.

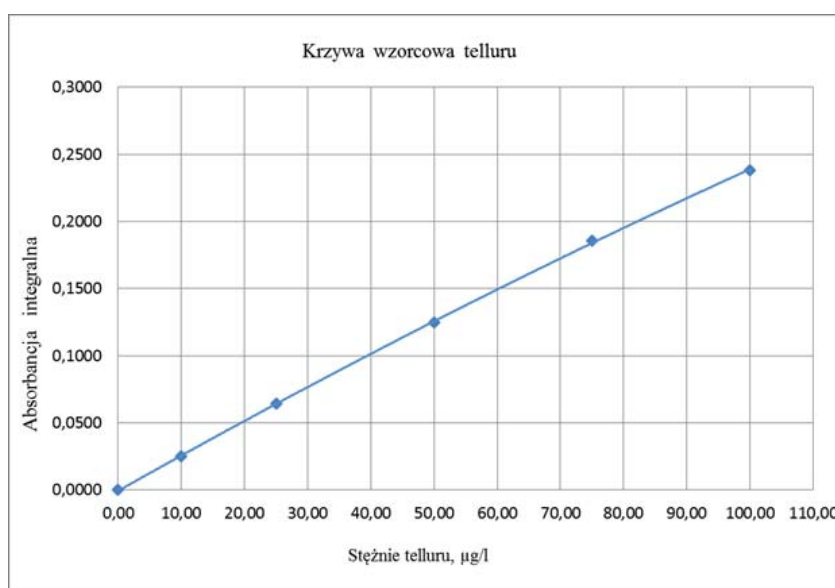
Wyniki oceny oznaczeń kalibracyjnych dla stężeń telluru: 10; 25; 50; 75 i 100  $\mu\text{g/l}$  wykazują dobrą powtarzalność. Współczynnik zmienności  $CV$  wynosi odpowiednio: 3,20; 2,19; 2,77; 1,47 i 1,27%. Krzywą wzorcową przedstawiono na rys 1.

Zakres pomiarowy oznaczania telluru  $10,00 \div 100,00 \mu\text{g/l}$  odpowiada zakresowi stężeń telluru i jego związków w powietrzu w przeliczeniu na tellur  $0,001 \div 0,01 \text{ mg/m}^3$  (dla objętości próbki powietrza – 720 l, objętości analizowanego roztworu po mineralizacji – 10 ml i krotności rozcieńczenia równej 8).

W celu dokonania oceny dokładności metody i powtarzalności wyników wykonano

oznaczenia telluru w roztworach modelowych. Przygotowano po siedem próbek dla czterech poziomów stężenia telluru z zakresu krzywej wzorcowej o stężeniach: 20; 40; 60; i  $90 \mu\text{g/l}$ .

Uzyskane wartości stężeń wykazują dobrą powtarzalność. Współczynnik zmienności *CV* wynosi odpowiednio: 2,57; 3,81; 2,32 i 2,79%. Średni błąd względny wynosi odpowiednio: 1,89; 2,72; 1,78 i 2,59%.



**Rys. 1.** Krzywa wzorcową telluru w zakresie stężeń  $10,00 \div 100,00 \mu\text{g/l}$  uzyskana z zastosowaniem metody absorpcyjnej spektrometrii atomowej z elektrotermiczną atomizacją

### Badanie wydajności mineralizacji

W celu określenia wydajności mineralizacji dla telluru i jego związków osadzonych na filtrze przeprowadzono badania, prowadzące do wyznaczenia współczynnika wydajności mineralizacji. Na przygotowane filtry membranowe umieszczone w zlewkach (po sześć próbek dla każdego poziomu stężenia) nanoszono po: 0,040; 0,080; 0,120 i 0,180 ml roztworu telluru do badania odzysku z filtra o stężeniu  $40 \mu\text{g/ml}$ , które pozostawiano do wyschnięcia. Następnie do każdej zlewki dodawano po 2 ml stężonego kwasu azotowego i ogrzewano na płycie grzewczej w temperaturze około  $140 \text{ }^\circ\text{C}$  aż do odparowania kwasu prawie do sucha. Operację

powtarzano dwukrotnie z użyciem 2 ml kwasu azotowego. Po ostudzeniu do zlewek dodawano po 4 ml roztworu kwasu azotowego o stężeniu  $1 \text{ mol/l}$  i pozostawiano na około 30 min. Zawartość zlewek przenoszono ilościowo 5.  $\div$  6. porcjami o stężeniu  $0,1 \text{ mol/l}$  ( $\text{HNO}_3$ ) do kolb o pojemności 10 ml, uzupełniając zawartość kolb do kreski  $0,1 \text{ mol/l}$  roztworem kwasu azotowego. Do kolb o pojemności 10 ml odmierzano po 1,25 ml uzyskanych roztworów i uzupełniano do kreski  $0,1 \text{ mol/l}$  roztworem kwasu azotowego.

Uzyskano po sześć roztworów o stężeniach telluru z zakresu krzywej wzorcowej: 20,0; 40,0; 60,0 i  $90,0 \mu\text{g/l}$ , które analizowano metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej

z atomizacją elektrotermiczną w kuwecie grafitowej, w ustalonych wcześniej warunkach pracy aparatu, stosując do atomizowanej próbki dodatek 5  $\mu$ l roztworu modyfikatora matrycy (palladu i azotanu magnezu).

Mierzono stężenie telluru w przygotowanych roztworach oraz w roztworze przygotowanym z czystego filtra po mineralizacji – roztwór do ślepej próby. Wartość stężenia próbki ślepej odejmowano od wyniku oznaczenia. Roztwory porównawcze do badania wydajności mineralizacji przygotowano przez odmierzenie bezpośrednio do kolb o pojemności 10 ml takich samych ilości roztworu wzorcowego podstawowego telluru, jakie nanoszono na filtry i rozcieńczano w identyczny sposób jak

roztwory do badania mineralizacji. Przygotowano dla każdego stężenia po trzy roztwory porównawcze.

Wyniki badania wydajności mineralizacji telluru i jego związków z filtrów zamieszczono w tabeli 1. Przy zastosowaniu podanego wcześniej sposobu przygotowania próbki do oznaczania wydajność mineralizacji była bardzo dobra. Dla czterech poziomów stężeń telluru: 20,00; 40,00; 60,00 i 90,00  $\mu$ g/l wyznaczone współczynniki wydajności mineralizacji wynosiły odpowiednio: 1,00; 1,01; 1,00 i 0,99, a wskaźniki *CV* wynosiły odpowiednio: 1,55; 2,16; 1,37 i 1,19%. Średni współczynnik wydajności mineralizacji wynosił 1,00.



**Tabela 1.**  
**Badania wydajności mineralizacji telluru i jego związków**

Numer próbki	Oznaczone stężenie		Średnie stężenie	Współczynnik wydajności mineralizacji		Numer próbki	Oznaczone stężenie		Średnie stężenie	Współczynnik wydajności mineralizacji		Numer próbki	Oznaczone stężenie		Średnie stężenie	Współczynnik wydajności mineralizacji				
	c, µg/l	CV, %		c, µg/l	CV, %		c, µg/l	CV, %		c, µg/l	CV, %		c, µg/l	CV, %		c, µg/l	CV, %	c, µg/l	CV, %	
Stężenia telluru (Te) oznaczone w roztworach porównawczych (n = 2)																				
1A	19,65	0,8	19,15	37,14	1,5	2A 2B 2C	59,84	0,4	59,85	93,28	1,1	4A 4B 4C	93,13	1,4	92,09	0,99	1,01			
1B	18,96	0,4		37,52	2,1		3B	59,62		1,1	91,96		0,8	4b		91,58		0,1	0,99	1,01
1C	18,85	1,7		36,94	0,2		3C	60,10		2,5	91,04		0,5	4c		89,92		0,3	1,01	0,98
Stężenia telluru (Te) oznaczone w roztworach z filtrów po ich mineralizacji																				
1a	19,59	0,3	19,15	37,90	3,2	2a 2b 2c 2d 2e 2f	59,23	0,1	59,85	93,13	1,4	4a 4b 4c 4d 4e 4f	93,13	1,4	92,09	0,99	1,01			
1b	19,35	0,1		37,41	1,8		3a	60,50		0,3	91,58		0,1	4a		91,58		0,1	0,99	1,01
1c	19,34	1,0		38,50	0,2		3b	60,71		0,8	89,92		0,3	4b		89,92		0,3	1,01	0,98
1d	19,02	1,3		38,51	1,8		3c	60,48		1,3	91,58		2,7	4c		91,58		2,7	1,01	0,99
1e	19,04	1,5		36,85	0,1		3d	58,79		1,0	90,61		2,5	4d		90,61		2,5	0,98	0,98
1f	18,76	1,5		36,61	1,6		3e	59,32		1,2	91,46		1,3	4e		91,46		1,3	0,99	0,99
Średnia wartość współczynnika wydajności mineralizacji		1,00		Średnia wartość współczynnika wydajności mineralizacji		1,01		Średnia wartość współczynnika wydajności mineralizacji		1,00		Średnia wartość współczynnika wydajności mineralizacji		0,99						
Odchylenie standardowe, S		0,02		Odchylenie standardowe, S		0,02		Odchylenie standardowe, S		0,01		Odchylenie standardowe, S		0,01						
Współczynnik zmienności współczynnika wydajności mineralizacji, CV, %		1,55		Współczynnik zmienności współczynnika wydajności mineralizacji, CV, %		2,16		Współczynnik zmienności współczynnika wydajności mineralizacji, CV, %		1,37		Współczynnik zmienności współczynnika wydajności mineralizacji, CV, %		1,19						

## Wyznaczanie granicy oznaczania ilościowego

W celu wyznaczenia granicy oznaczania ilościowego przygotowano próbki o stężeniach telluru: 0,00; 0,50; 1,00; 2,00 i 3,00  $\mu\text{g/l}$ . Dla każdego poziomu stężeń wykonano dziesięciokrotny pomiar absorbancji. Współczynnik zmienności wynosi odpowiednio: 65,53; 28,36; 25,85; 10,44 i 3,78%. Stężenie telluru 2,8  $\mu\text{g/l}$  (na poziomie 5% *CV*) przyjęto za granicę oznaczania ilościowego (LOQ) w opracowanej metodzie. Granica wykrywalności telluru (LOD) wynosiła 0,93  $\mu\text{g/l}$ .

## Wpływ substancji towarzyszących

Przeprowadzono badania mające na celu sprawdzenie, czy w przyjętych warunkach obecność substancji współwystępujących ma wpływ na wynik oznaczania telluru. Badania przeprowadzono dla tych czynników, które jak wynika z przeprowadzonego rozpoznania, mogą występować wraz z tellurem w procesach technologicznych. W tym celu przygotowano roztwory próbek zawierające oprócz telluru inne pierwiastki mogące występować w próbce powietrza. Na podstawie wyników przeprowadzonych badań stwierdzono, że obecność pierwiastków: Pb, Sn i Se w atomizowanej próbce, w zakresie stężeń  $10 \div 50 \mu\text{g/l}$ , nie wpływa na wynik oznaczania.

## PODSUMOWANIE

Opracowano metodę oznaczania telluru i jego związków z zastosowaniem absorpcyjnej spektrometrii atomowej z atomizacją elektrotermiczną (ET-AAS), która umożliwia oznaczenie małych stężeń telluru i jego związków na poziomie 0,001  $\text{mg/m}^3$ .

Opracowano sposób przygotowania próbki powietrza do analizy instrumentalnej, zoptymalizowano parametry analityczne i wykonano walidację opracowanej metody.

Metoda polega na zatrzymaniu na filtrze membranowym telluru i jego związków obecnych w badanym powietrzu na stanowiskach pracy. Filtr mineralizuje się na drodze mokrej (na gorąco) w stężonym kwasie azotowym i sporządza roztwór do analizy w rozcieńczonym kwasie azotowym. W otrzymanym roztworze tellur oznacza się przy długości fali 214,3 nm metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej z elektrotermiczną atomizacją w kuwecie grafitowej, wraz z dodatkiem modyfikatora matrycy – palladem i azotanem magnezu.

Przyjęto i zwalidowano zakres pomiarowy dla stężenia telluru w roztworze  $10,00 \div 100,00 \mu\text{g/l}$ . Wyznaczony zakres pomiarowy odpowiada zakresowi stężeń telluru i jego związków

w powietrzu od około 0,001 do 0,01  $\text{mg/m}^3$  (dla objętości powietrza – 720 l i krotności rozcieńczenia roztworu badanej próbki  $k = 8$ ). Zmianę zakresu oznaczania telluru i jego związków w powietrzu umożliwia zastosowanie innej krotności rozcieńczenia roztworu badanej próbki, np.: dla  $k = 20$  – maksymalne oznaczane stężenie telluru i jego związków w powietrzu wynosi 0,028  $\text{mg/m}^3$ . Precyzję rozcieńczenia należy uwzględnić przy wyznaczaniu niepewności metody.

Metoda charakteryzuje się dobrą dokładnością i precyzją, spełnia wymagania stawiane procedurom oznaczania czynników chemicznych stosowanych do oceny narażenia zawodowego zgodnie z wymaganiami zawartymi w normie PN-EN 482:2012E.

Uzyskano dobre parametry walidacji – precyzję całkowitą metody wynoszącą 6,01% i niepewność całkowitą metody wynoszącą 14,27%.

Metoda jest dostosowana do wykonywania pomiarów stężeń telluru i jego związków na stanowiskach pracy zgodnie z zasadami dozimetrii indywidualnej, co umożliwia przeprowadzenie najbardziej obiektywnej oceny narażenia zawodowego.

Opracowana metoda oznaczania telluru i jego związków została zapisana w postaci procedury analitycznej, którą zamieszczono w załączniku.

## PIŚMIENNICTWO

- CHEMPYŁ (2015) Baza wiedzy o zagrożeniach chemicznych i pyłowych. Warszawa, CIOP-PIB.
- Encyklopedia Techniki Chemia (1993) Warszawa, Wydawnictwo Naukowo-Techniczne.
- GESTIS (2014) Substance database. BG Institute for Occupational Safety and Health. Sankt Augustin, Germany.
- Manahan S.E.* (2006) Toksykologia środowiskowa. Aspekty chemii i biochemii. Warszawa, PWN.
- NIOSH (1978) Occupational Health Guideline for Tellurium and Compounds (as tellurium) [www.cdc.gov/niosh/docs/81-123/pdfs/0587.pdf].
- NIOSH (2003a) Manual of analytical methods (NMAM). Elements by ICP 7300 (Nitric/Perchloric Acid Ashing). Salt Lake City.
- NIOSH (2003b) Manual of analytical methods (NMAM). Elements by ICP 7301 (Aqua Regia Ashing). Salt Lake City.
- NIOSH (2003c) Manual of analytical methods (NMAM). Elements by ICP 7303 (Hot Block/HCl/HNO<sub>3</sub> Digestion). Salt Lake City.
- OSHA (2006) Analytical chemical method. Method no. ID121. Metal and metalloid particulates in workplace atmospheres (Atomic Absorption). Division of Physical Measurements and Inorganic Analyses OSHA Technical Center. Salt Lake City, Utah.
- PN-EN 482:2012E Powietrze na stanowiskach pracy. Ogólne wymagania dotyczące procedur pomiarów czynników chemicznych.
- PN-79/Z-04123:1979 Ochrona czystości powietrza. Oznaczanie zawartości telluru i jego związków na stanowiskach pracy metodą kolorymetryczną.
- PN-Z-04008-7:2002/Az1:2004 Ochrona czystości powietrza. Pobieranie próbek. Zasady pobierania próbek powietrza na stanowiskach pracy i interpretacji wyników.
- Rozporządzenie ministra pracy i polityki społecznej z dnia 6.06.2014 r. w sprawie najwyższych dopuszczalnych stężeń i natężeń czynników szkodliwych dla zdrowia w środowisku pracy. DzU 2014, poz. 817.
- Rozporządzenie ministra zdrowia z dnia 2.02.2011 r. w sprawie badań i pomiarów czynników szkodliwych dla zdrowia w środowisku pracy. DzU nr 33, poz. 166.
- Rozporządzenie Parlamentu Europejskiego i Rady nr 1272/2008 z dnia 16.12.2008 r. w sprawie klasyfikacji, oznakowania i pakowania substancji i mieszanin, zmieniającego i uchylającego dyrektywy 67/548/EWG i 1999/45/WE oraz zmieniającego rozporządzenie (WE) nr 1907/2006 (zwane rozporządzeniem GHS). Dz. Urz. UE z dnia 31.12.2008 r. (L 353).
- Price W.J.* (1983) Spectrochemical analysis by atomic absorption. John Wiley & Sons. Pye Unicam Ltd. New York, Cambridge.
- Sołowieicz R.* (1989) Pierwiastki chemiczne grup głównych. Warszawa, WNT.

## PROCEDURA ANALITYCZNA OZNACZANIA TELLURU I JEGO ZWIĄZKÓW W POWIETRZU NA STANOWISKACH PRACY

### 1. Zakres stosowania metody

Metodę podaną w niniejszej procedurze stosuje się do oznaczania telluru i jego związków w powietrzu na stanowiskach pracy z zastosowaniem absorpcyjnej spektrometrii atomowej, podczas przeprowadzania kontroli warunków sanitarnohigienicznych.

Najmniejsze stężenie telluru i jego związków w przeliczeniu na tellur, jakie można oznaczyć w warunkach pobierania próbek powietrza i wykonania oznaczania opisanych w niniejszej procedurze, wynosi  $0,001 \text{ mg/m}^3$  (dla objętości powietrza 720 l).

### 2. Normy związane

PN-Z-04008-07:2002/Az1:2004 Ochrona czystości powietrza. Pobieranie próbek. Zasady pobierania próbek powietrza w środowisku pracy i interpretacji wyników.

### 3. Zasada metody

Metoda polega na: przepuszczeniu znanej objętości badanego powietrza przez filtr membranowy, mineralizacji filtra na gorąco z zastosowaniem stężonego kwasu azotowego i sporządzeniu roztworu do analizy w rozcieńczonym kwasie azotowym. Tellur i jego związki oznacza się w tym roztworze metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej z elektrotermiczną atomizacją.

### 4. Wytyczne ogólne

#### 4.1. Czystość odczynników

Podczas analizy, o ile nie zaznaczono inaczej,

należy stosować odczynniki o stopniu czystości co najmniej cz.d.a.

Do przygotowywania wszystkich roztworów należy stosować wodę dwukrotnie destylowaną lub dejonizowaną, zwaną w dalszej treści wodą.

#### 4.2. Naczynia laboratoryjne

W analizie należy używać wyłącznie naczyń laboratoryjnych ze szkła borowo-krzemowego lub polietylenu. Naczynia należy myć kolejno roztworem detergentu, ciepłą wodą, roztworem kwasu azotowego(V) o  $c(\text{HNO}_3) = 1 \text{ mol/l}$ , wodą destylowaną, a następnie kilkakrotnie płukać dwukrotnie destylowaną lub demineralizowaną wodą.

#### 4.3. Przechowywanie roztworów

Roztwór wzorcowy podstawowy i pośredni I należy przechowywać w naczyniach z polietylenu.

#### 4.4. Postępowanie z substancjami chemicznymi

Wszystkie czynności ze stężonymi kwasami należy wykonywać w odzieży ochronnej i pod sprawnie działającym wyciągiem laboratoryjnym.

Pozostałe po analizie roztwory odczynników i wzorców należy gromadzić w przeznaczonych do tego celu pojemnikach i przekazywać do unieszkodliwienia uprawnionym instytucjom.

### 5. Odczynniki, roztwory i materiały

#### 5.1. Argon sprężony

Stosować argon sprężony N 5.0 – analizowany czysty.

#### 5.2. Kwas azotowy

Stosować kwas azotowy stężony, 65-procentowy (m/m) o  $\rho = 1,42 \text{ g/ml}$ .

#### 5.3. Kwas azotowy, roztwór I

Stosować kwas azotowy, roztwór o stężeniu  $c(\text{HNO}_3) = 1 \text{ mol/l}$ .

#### 5.4. Kwas azotowy, roztwór II

Stosować kwas azotowy, roztwór o stężeniu  $c(\text{HNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ .

#### 5.5. Palladowy modyfikator

Stosować roztwór palladu, roztwór o stężeniu  $c(\text{Pd}) = 10 \text{ g/l}$  azotanu palladu  $\text{Pd}(\text{NO}_3)_2$ , modyfikator matrycy do absorpcji atomowej, dostępny w handlu.

#### 5.6. Magnezowy modyfikator

Stosować roztwór magnezu, roztwór o stężeniu  $c(\text{Mg}) = 10 \text{ g/l}$  azotanu magnezu  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ , modyfikator matrycy do absorpcji atomowej, dostępny w handlu.

#### 5.7. Roztwór palladu i azotanu magnezu

Stosować roztwór modyfikatorów – palladu i azotanu magnezu, roztwór o stężeniu  $1 \text{ g/l Pd}$  i  $0,6 \text{ g/l Mg}(\text{NO}_3)_2$  przygotowany w następujący sposób: z roztworu palladowego modyfikatora wg punktu 5.5. o stężeniu  $10 \text{ g/l}$  pobrać  $1 \text{ ml}$  i z roztworu magnezowego modyfikatora wg punktu 5.6. o stężeniu  $10 \text{ g/l}$  pobrać  $0,1 \text{ ml}$ , uzupełnić do kreski roztworem kwasu azotowego wg punktu 5.4. o stężeniu  $c(\text{HNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$  i dokładnie wymieszać.

5.8. Roztwór wzorcowy podstawowy telluru  
Stosować, dostępny w handlu, roztwór wzorcowy telluru do absorpcji atomowej o stężeniu  $1 \text{ mg/ml}$ .

#### 5.9. Roztwór wzorcowy telluru do badania wydajności mineralizacji

Stosować roztwór o stężeniu  $40 \mu\text{g/ml}$ . Do kolby pomiarowej o pojemności  $25 \text{ ml}$  odmierzyć  $1 \text{ ml}$  roztworu wzorcowego podstawowego wg punktu 5.8., uzupełnić do kreski roztworem kwasu azotowego wg punktu 5.4. i dokładnie wymieszać. Trwałość roztworu przechowywanego w chłodziarce wynosi trzydzieści dni.

5.10. Roztwór wzorcowy pośredni telluru I  
Do kolby pomiarowej o pojemności  $100 \text{ ml}$  odmierzyć  $1 \text{ ml}$  roztworu wzorcowego podstawowego wg punktu 5.8., uzupełnić do kreski roztworem kwasu azotowego wg punktu 5.4. i dokładnie wymieszać. Stężenie telluru w tak

przygotowanym roztworze wynosi  $10 \mu\text{g/ml}$ . Trwałość roztworu przechowywanego w chłodziarce wynosi czternaście dni.

5.11. Roztwór wzorcowy pośredni telluru II  
Do kolby pomiarowej o pojemności  $10 \text{ ml}$  odmierzyć  $1 \text{ ml}$  roztworu wzorcowego pośredniego I wg punktu 5.10., uzupełnić do kreski roztworem kwasu azotowego wg punktu 5.4. i dokładnie wymieszać. Stężenie telluru w tak przygotowanym roztworze wynosi  $1 \mu\text{g/ml}$ .

Roztwór sporządzić bezpośrednio przed wykonaniem oznaczenia.

5.12. Roztwór wzorcowy roboczy telluru  
Do kolby pomiarowej o pojemności  $10 \text{ ml}$  odmierzyć  $1 \text{ ml}$  roztworu wzorcowego pośredniego II wg 5.11., uzupełnić do kreski roztworem kwasu azotowego wg 5.4. i dokładnie wymieszać. Stężenie telluru w tak przygotowanym roztworze wynosi  $100 \mu\text{g/l}$ .

Roztwór sporządzić bezpośrednio przed wykonaniem oznaczenia.

#### 5.13. Filtry membranowe

Stosować filtry membranowe z estrów celulozy o średnicy porów  $0,85 \mu\text{m}$ .

## 6. Przyrządy pomiarowe i sprzęt pomocniczy

### 6.1. Pompa ssąca

Stosować pompę ssącą umożliwiającą pobieranie powietrza ze stałym strumieniem objętości określonym wg punktu 7.

### 6.2. Kalibrator przepływu

Stosować kalibrator przepływu umożliwiający ustawienie i kontrolę wielkości strumienia objętości powietrza zasysanego zalecany przez producenta próbnika.

### 6.3. Spektrofotometr

Stosować spektrofotometr do absorpcji atomowej umożliwiający oznaczanie telluru i jego związków za pomocą elektrotermicznej atomizacji w kuwecie grafitowej z korekcją tła (metodą Zeemana), wyposażony w: lampę z wyładowaniem bezelektrodowym (EDL) do oznaczania telluru, automatyczny podajnik

próbek i kuwety z platformą, pokrywane pirolytycznie, stosowane do oznaczania pierwiastków lotnych.

W celu zapewnienia wymaganej czułości i precyzji oznaczania telluru należy przyjąć następujące warunki pracy aparatu:

- długość fali 214,3 nm
- szczelina 2,0 L
- całkowita objętość dozowanej próbki 20  $\mu$ l
- objętość dozowanego modyfikatora matrycy 5  $\mu$ l
- temperatura suszenia próbki 11°C i 130 °C; czas – 75 sek.
- temperatura spopielania 1200 °C; czas – 20 sek.
- temperatura atomizacji 2200 °C; czas – 5 sek.

Pozostałe parametry pracy spektrofotometru należy dobrać w zależności od indywidualnych możliwości aparatu.

6.4. Płyta grzejna do mineralizacji filtrów  
Stosować płytę grzejną do mineralizacji filtrów w temperaturze około 140 °C.

## 7. Pobieranie próbek powietrza

Przed przystąpieniem do pomiarów skalibrować układ do pobierania próbek powietrza według instrukcji producenta kalibratora dla przepływu wymaganego przez producenta próbnika. Stosować kalibrator przepływu wg punktu 6.2.

Przy pobieraniu próbek powietrza należy stosować zasady podane w normie PN-Z-04008-07.

W miejscu pobierania próbek, przez filtr wg punktu 5.13. przepuścić do 960 l powietrza ze strumieniem objętości zalecanym przez producenta próbnika (najczęściej 2 l/min).

## 8. Sporządzanie krzywej wzorcowej

Do wzorcowania spektrofotometru stosować roztwory telluru o stężeniach w mikrogramach na litr: 10; 25; 50; 75 i 100, sporządzone przy użyciu automatycznego podajnika próbek z jednego roztworu wzorcowego roboczego wg punktu 5.12. o stężeniu 100  $\mu$ g/l. Do rozcieńczania używać roztworu 0,1 mol/l kwasu azotowego. Przeprowadzić atomizację tych roztworów i próbki zerowej dozowanych wraz z palladem i azotanem magnezu do kuwety.

Pomiar absorbancji wykonać w funkcji powierzchni pików. Dla każdego stężenia wzorca wykonać dwukrotny pomiar absorbancji integralnej telluru, przyjmując ustalone wg punktu 6.3. warunki pracy spektrofotometru.

Sporządzić krzywą wzorcową, korzystając z automatycznego wzorcowania i komputerowego zbierania danych analitycznych, zgodnie z instrukcją do aparatu.

Krzywą wzorcową należy sporządzić bezpośrednio przed wykonaniem oznaczania.

## 9. Wykonanie oznaczania

Filtr, na który pobrano próbkę powietrza, należy umieścić w zlewce o pojemności 50 ml, dodać 2 ml kwasu azotowego wg punktu 5.2. i ogrzewać powoli na płycie grzejnej w temperaturze około 140 °C aż do odparowania kwasu prawie do sucha. Operację powtórzyć dwukrotnie z użyciem 2 ml kwasu azotowego wg punktu 5.2. Następnie, po wystudzeniu zlewki, dodać 4 ml kwasu azotowego wg punktu 5.3. i pozostawić przez około 30 min. Zawartość zlewki przenieść ilościowo 5. ÷ 6. porcjami kwasu azotowego wg punktu 5.4. do kolby o pojemności 10 ml i uzupełnić do kreski kwasem azotowym wg punktu 5.4., uzyskując roztwór po mineralizacji. Do kolb o pojemności 10 ml odmierzyć po 1,25 ml uzyskanych roztworów i uzupełnić do kreski kwasem azotowym (0,1 mol/l) wg punktu 5.4., uzyskując roztwór próbki badanej.

Jednocześnie z mineralizacją filtra, na który pobrano próbkę powietrza, przeprowadzić w identyczny sposób mineralizację czystego filtra i przygotować w sposób identyczny jak roztwór próbki badanej (roztwór do ślepej próby).

Wykonać pomiar absorbancji roztworu do badania i roztworu do ślepej próby, przyjmując takie same warunki pomiarowe jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej. Do zerowania spektrofotometru stosować roztwór kwasu azotowego wg punktu 5.4. Stężenie telluru w roztworze do badania i roztworze do ślepej próby odczytać z krzywej wzorcowej (obliczane jest automatycznie).

W przypadku gdy stężenie telluru w roztworze badanej próbki przekroczy zakres krzywej wzorcowej, próbkę należy odpowiednio rozcieńczyć, sporządzając roztwór próbki rozcieńczonej lub skorzystać z automatycznego rozcieńczania za pomocą podajnika próbek. Wykonać pomiar absorbancji integralnej roztworu próbki po rozcieńczeniu, odczytać stężenie telluru jak w przypadku roztworu badanej próbki, natomiast krotność rozcieńczenia próbki ( $k$ ) uwzględnić przy obliczaniu wyniku oznaczania wg punktu 10.

## 10. Sprawdzenie wydajności mineralizacji

Na sześć filtrów wg punktu 5.13. umieszczonych w zlewkach o pojemności 50 ml nanieść po 120 ml roztworu do badania odzysku wg punktu 5.9. i pozostawić do następnego dnia do wyschnięcia. Następnie sporządzić roztwory do badania wydajności mineralizacji, tj. do każdej zlewki dodać po 2 ml kwasu azotowego(V) wg punktu 5.2. i ogrzewać na płycie grzejnej o temperaturze około 140 °C aż do uzyskania suchej pozostałości. Operację powtórzyć dwukrotnie. Następnie do zlewek dodać po 4 ml roztworu kwasu azotowego(V) wg punktu 5.3. i pozostawić przez około 30 min. Przenieść ilościowo ich zawartość 5. ÷

6. porcjami kwasu azotowego wg punktu 5.4. do kolby o pojemności 10 ml, uzupełnić do kreski kwasem azotowym wg punktu 5.4. i wymieszać. Do kolb o pojemności 10 ml odmierzyć po 1,25 ml uzyskanych roztworów i uzupełnić do kreski kwasem azotowym (0,1 mol/l) wg punktu 5.4.

Jednocześnie przygotować w kolbach o pojemności 10 ml roztwór kontrolny z czystego filtra oraz trzy roztwory porównawcze przez odmierzenie do kolb po 120 ml roztworu do badania odzysku wg punktu 5.9. Następnie roztwory rozcieńczyć i tak postępować, jak przy sporządzaniu roztworów do badania wydajności mineralizacji.

Wykonać dwukrotny pomiar absorbancji roztworów próbek do badania wydajności mineralizacji, roztworu kontrolnego oraz roztworów porównawczych, przyjmując ustalone wg punktu 6.3. warunki pracy spektrofotometru. Do zerowania spektrofotometru należy używać roztworu próbki zerowej. Współczynnik wydajności mineralizacji dla telluru ( $w_m$ ) obliczyć na podstawie wzoru:

$$w_m = \frac{C_d - C_o}{C_p},$$

w którym:

- $C_d$  – stężenie telluru w roztworze do badania wydajności mineralizacji, w mikrogramach na litr,
- $C_o$  – stężenie telluru w roztworze kontrolnym, w mikrogramach na litr,
- $C_p$  – stężenie telluru w roztworze porównawczym, w mikrogramach na litr.

Następnie obliczyć średnią wartość współczynnika wydajności mineralizacji dla telluru jako średnią arytmetyczną otrzymanych wartości  $\bar{w}_m$ . Współczynnik ten powinien wynosić  $1,00 \pm 0,05$ . W przeciwnym razie należy zastosować inny, bardziej wydajny sposób mineralizacji próbek.

**11. Obliczanie wyniku oznaczenia**

Stężenie telluru i jego związków ( $X$ ), w przeliczeniu na tellur, w badanym powietrzu obliczyć w miligramach na metr sześcienny na podstawie wzoru:

$$X = \frac{(C - C_s) \cdot V_1}{V \cdot \bar{w}_m \cdot 1000} \cdot k,$$

w którym:

- $C$  – stężenie telluru w roztworze badanej próbki, w mikrogramach na litr,
- $C_s$  – stężenie telluru w roztworze do ślepej próby, w mikrogramach na litr,
- $V_1$  – objętość badanego roztworu, po mineralizacji, w mililitrach ( $V_1 = 10$  ml),
- $V$  – objętość powietrza przepuszczonego przez filtr, w litrach,
- $\bar{w}_m$  – średnia wartość współczynnika wydajności mineralizacji,
- $k$  – krotność rozcieńczenia ( $k = 8$ ).

**INFORMACJE DODATKOWE**

Badania przeprowadzono z zastosowaniem spektrofotometru AA firmy Thermo Electron Corporation SOLAAR M przystosowanego do pracy z płomieniem powietrze-acetylen wyposażonego w lampę z katodą wnątkową do oznaczenia telluru.

Na podstawie wyników przeprowadzonych badań uzyskano następujące dane walidacyjne:

- granica oznaczenia ilościowego, LOQ      2,8 µg/l  
(0,0003 mg/m<sup>3</sup>  
dla 720 l i  $k=8$ )

- granica wykrywalności, LOD      0,93 µg/ml
- współczynnik korelacji      0,9998
- precyzja całkowita metody      6,01%
- niepewność całkowita metody      14,27%.