

mgr JOLANTA SURGIEWICZ
Centralny Instytut Ochrony Pracy –
Państwowy Instytut Badawczy
00-701 Warszawa
ul. Czerniakowska 16

Wodorotlenek sodu

– metoda oznaczania

Słowa kluczowe: związki sodu, alkalia, soda kaustyczna, metoda analityczna, narażenie zawodowe.

Key words: sodium compounds, alkalies, caustic soda, analytical method, occupational exposure.

Metoda polega na pobraniu związku na filtr nitrocelulozowy, mineralizacji filtra i oznaczeniu sodu metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej w płomieniu acetylen-powietrze.

Oznaczalność metody wynosi $0,024 \text{ mg/m}^3$.

UWAGI WSTĘPNE

Wodorotlenek sodu jest stosowany w przemyśle: mydlarskim, włókienniczym, papierniczym, poligraficznym, rafineryjnym i metalurgicznym w syntezie organicznej i procesach galwanotechnicznych. W przemyśle na stanowiskach pracy może występować w postaci aerozolu ługu sodowego.

Wodorotlenek sodu jest szkodliwy dla zdrowia, wykazuje właściwości żrące i drażniące. Powoduje uszkodzenie, stany zapalne i owrzodzenia błon śluzowych i skóry, szczególnie jest niebezpieczny dla oczu. W Polsce wartość NDS dla wodorotlenku sodu wynosi $0,5 \text{ mg/m}^3$, a wartość NDSC_h – $1,0 \text{ mg/m}^3$.

Wprowadzenie do polskiego systemu normalizacyjnego normy europejskiej EN 482 (Powietrze na stanowiskach pracy. Ogólne wymagania dotyczące procedur chemicznych) spowodowało konieczność dostosowania do jej zaleceń, normy dotyczącej oznaczania wodorotlenku sodu na stanowiskach pracy.

Przedstawiono nową metodę oznaczania wodorotlenku sodu z wykorzystaniem absorpcyjnej spektrometrii atomowej. Czułość dotychczasowej metody, opisanej w normie PN-88/Z04005.06 i dotyczącej oznaczania wodorotlenku sodowego

metodą płomieniową absorpcyjnej spektrometrii atomowej wynosi 1/5 wartości NDS i w podanych warunkach pobierania próbki powietrza nie może być zwiększona do 1/10 wartości NDS. W nowo opracowanej metodzie do wyodrębniania wodorotlenku sodu z powietrza na stanowiskach zastosowano filtr nitrocelulozowy, zamiast płuczki ze szkłem spiekającym zawierającej wodę, co pozwoliło zwiększyć objętość pobieranego powietrza, dzięki czemu zwiększyła się oznaczalność metody do 1/20 wartości NDS. Opracowany sposób pobierania próbki powietrza umożliwi zastosowanie dozymetrii indywidualnej do oceny narażenia. Przedstawiona metoda została całkowicie zwalidowana.

PROCEDURA ANALITYCZNA

Metoda oznaczania wodorotlenku sodu w powietrzu na stanowiskach pracy z zastosowaniem absorpcyjnej spektrometrii atomowej z atomizacją w płomieniu

1. Zakres stosowania metody

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

Najmniejsze stężenie wodorotlenku sodu, jakie można oznaczyć w warunkach pobierania próbek powietrza i wykonania oznaczania opisanych w niniejszej procedurze, wynosi $0,024 \text{ mg/m}^3$.

2. Normy związane

PN-C-84905:1998 Gazy techniczne – Acetylen rozpuszczony.

PN-Z-04008-07 Ochrona czystości powietrza. Pobieranie próbek. Zasady pobierania próbek powietrza w środowisku pracy i interpretacji wyników.

3. Zasada metody

Metoda polega na przepuszczeniu badanego powietrza przez filtr membranowy, mineralizacji próbki na gorąco z zastosowaniem stężonego kwasu azotowego i sporządzeniu roztworu do analizy. Wodorotlenek sodu oznacza się w tym roztworze jako sól metodą płomieniową absorpcyjnej spektrometrii atomowej.

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 podwójnie destylowaną lub dejonizowaną, zwaną w dalszej treści wodą.

4.2. Naczynia laboratoryjne

W analizie należy używać wyłącznie naczyń laboratoryjnych ze szkła borowo-krzemowego lub tworzyw sztucznych. 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 wodą.

4.3. Przechowywanie roztworów

Roztwory wzorcowe należy przechowywać w naczyniach z polietylenu.

4.4. Postępowanie z substancjami chemicznymi

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

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

5. Odczynniki, roztwory i materiały

5.1. Acetylen rozpuszczony

Stosować acetylen klasy czystości A zgodnie z normą PN-C-84905:1998.

5.2. Kwas azotowy

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

5.3. Kwas azotowy, roztwór I

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

5.4. Roztwór chlorku cezu

Stosować roztwór chlorku cezu przygotowany w następujący sposób: 1,28 g CsCl rozpuścić w 100 ml wody. Roztwór zawiera cez o stężeniu ok. 1-procentowym.

5.5. Roztwór wzorcowy podstawowy sodu

Stosować dostępny w handlu roztwór wzorcowy sodu do absorpcji atomowej o stężeniu 1 mg/ml.

5.6. Roztwór wzorcowy pośredni sodu

Do kolby pomiarowej o pojemności 100 ml odmierzyć 5 ml roztworu wzorcowego podstawowego wg punktu 5.5., uzupełnić do kreski wodą i dokładnie wymieszać. Stężenie sodu w tak przygotowanym roztworze wynosi 50 $\mu\text{g/ml}$. Trwałość tak przygotowanego roztworu wynosi 14 dni.

5.7. Roztwory wzorcowe robocze sodu

Stosować roztwory sodu o stężeniach w mikrogramach na mililitr: 0,1; 0,3; 0,5; 1 i 2. Do pięciu kolb pomiarowych o pojemności 50 ml odmierzyć następujące objętości roztworu wzorcowego pośredniego wg punktu 5.6. w mililitrach: 0,1; 0,3; 0,5; 1 i 2, następnie dodać po 5 ml roztworu chlorku cezu wg punktu 5.4. i 4 ml kwasu azotowego wg punktu 5.3. Zawartość każdej kolby uzupełnić do kreski wodą i wymieszać. W szóstej kolbie o pojemności 50 ml przygotować roztwór próbki zerowej, przez odmierzenie 5 ml roztworu chlorku cezu wg punktu 5.4., 4 ml kwasu azotowego wg punktu 5.3. i uzupełnienie zawartości kolby wodą do kreski.

Roztwory wzorcowe robocze należy przygotowywać w dniu wykonywania analizy.

5.8. Filtry membranowe

Stosować filtry membranowe z estrów celulozy o wielkości porów 0,85 μm i średnicy 35 lub 50 mm, przygotowane w następujący sposób: filtr umieścić w zlewce ze szkła borowo-krzemowego lub w naczyniu z polietylenu o pojemności 100 ml. Do naczynia odmierzyć 80 ml wody i pozostawić pod przykryciem na 24 h. Po tym cza-

się zlać wodę a filtr pozostawić do wyschnięcia. Tak przygotowany filtr zastosować do pobierania próbki powietrza. Do przenoszenia i umieszczenia filtra w oprawce należy stosować szczypce.

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. Spektrofotometr

Stosować spektrofotometr do absorpcji atomowej przystosowany do pracy w płomieniu powietrze-acetylen, wyposażony w lampę z katodą wnątkową do oznaczania sodu.

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

- długość fali: 589 nm
- płomień powietrze-acetylen: stechiometryczny.

Pozostałe parametry pracy spektrofotometru: natężenie prądu lampy, szerokość szczeliny i obszar pomiarowy (wysokość nad palnikiem) należy dobrać w zależności od indywidualnych możliwości aparatu.

7. Pobieranie próbek powietrza

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

W miejscu pobierania próbki, przez filtr umieszczony w oprawce wg punktu 5.8., przepuścić do 720 l powietrza ze strumieniem objętości do 2 l/min (dozymetria indywidualna) lub do 20 l/min (pomiar stacjonarny).

Filtr z pobraną próbką powietrza może być przechowywany w zamkniętym pojemniku z tworzywa sztucznego do dwóch tygodni.

8. Sporządzanie krzywej wzorcowej

Wykonać trzykrotny pomiar absorbancji roztworów wzorcowych roboczych sodu wg punktu 5.7., przyjmując ustalone wg punktu 6.2. warunki pracy spektrofotometru. Do zerowania spektrofotometru używać roztworu próbki zerowej.

Krzywą wzorcową sporządzić, odkładając na osi rzędnych stężenia sodu w poszczególnych roztworach wzorcowych roboczych, a na osi odciętych – odpowiadające im wartości absorbancji. Krzywą wzorcową należy sporządzić bezpośrednio przed wykonaniem oznaczania.

Dopuszcza się korzystanie z automatycznego wzorcowania lub komputerowego zbierania danych analitycznych, zgodnie z instrukcją do aparatu.

9. Wykonanie oznaczania

Filtr, na który pobrano próbkę powietrza 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 tlenków azotu i uzyskania suchej

pozostałości. Następnie dodać do zlewki 4 ml kwasu azotowego wg punktu 5.3. i pozostawić na około 30 min. Zawartość zlewki przenieść ilościowo 5-6 porcjami wody do kolby o pojemności 50 ml, dodać 5 ml roztworu chlorku cezu wg punktu 5.4., uzupełnić do kreski wodą i wymieszać.

Jednocześnie z mineralizacją filtra, na który pobrano próbkę powietrza, przeprowadzić w identyczny sposób, mineralizację czystego, nieużywanego filtra i przygotować jak podano wcześniej roztwór do ślepej próby do oznaczanego pierwiastka.

Wykonać pomiar absorbancji roztworu do badania i roztworu do ślepej próby, zachowując takie same warunki pomiarowe jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej. Do zerowania spektrofotometru używać roztworu próbki zerowej. Stężenie sodu w roztworze do badania i roztworze do ślepej próby odczytać z krzywej wzorcowej wg punktu 8.

W przypadku gdy spektrofotometr jest wyposażony w komputer, należy bezpośrednio przed przeprowadzeniem oznaczania sodu w roztworze do badania i roztworze do ślepej próby dokonać jego wzorcowania, używając pięciu roztworów wzorcowych o stężeniach pierwiastka wg punktu 5.7. Do zerowania spektrofotometru używać roztworu próbki zerowej. Stężenie sodu w badanej próbce i roztworze do ślepej próby program obsługujący spektrofotometr oblicza automatycznie.

10. Obliczanie wyniku oznaczania

Stężenie wodorotlenku sodu (X) w badanym powietrzu obliczyć w miligramach na metr sześcienny na podstawie wzoru:

$$X = \frac{(c - c_0) \cdot V_1 \cdot 1,74}{V},$$

w którym:

- c – stężenie sodu w roztworze do badania, w mikrogramach na mililitr
- c_0 – stężenie sodu w roztworze do ślepej próby, w mikrogramach na mililitr
- V_1 – objętość roztworu do badania, w mililitrach ($V_1 = 50$ ml)
- V – objętość powietrza przepuszczonego przez filtr, w litrach
- 1,74 – współczynnik przeliczeniowy sodu na wodorotlenek sodu.

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 katoda wnątkową do oznaczania chromu.

Na podstawie wyników przeprowadzonych badań uzyskano następujące dane walidacyjne:

- | | |
|----------------------------------|-----------------------|
| – granica oznaczania ilościowego | 0,03 $\mu\text{g/ml}$ |
| – współczynnik korelacji | 1,0000 |
| – precyzja całkowita metody | 5,4% |
| – niepewność całkowita metody | 11,4%. |

JOLANTA SURGIEWICZ

Sodium hydroxide – determination method

A b s t r a c t

The method is based on stopping selected sodium hydroxide on a membrane filter, mineralizing the sample with concentrated nitric acid and preparing the solution for analysis in diluted nitric acid. Sodium hydroxide in the solution is determined as sodium with flame atomic absorption spectrometry.

The detection limit of determined sodium hydroxide for this method is 0.024 mg/m³.