

Wodorek litu

Oznaczanie w powietrzu na stanowiskach pracy¹

Lithium hydride

Determination in workplaces air

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

Numer CAS: 7580-67-8

Słowa kluczowe: lit, związki litu, absorpcyjna spektrometria atomowa, narażenie zawodowe.

Keywords: lithium, lithium compounds, atomic absorption spectrometry, occupational exposure.

Streszczenie

Wodorek litu (LiH) jest substancją stałą, nietrwałą. Reaguje gwałtownie z wodą z wytworzeniem silnego ługu (LiOH) i wodoru. Może ulegać samozapłonowi. Stosowany jest w przemyśle: metalurgicznym, farmaceutycznym, ceramicznym i chemicznym.

Wodorek litu jest silnie toksyczny. Działa intensywnie drażniąco i żrąco na skórę, uszkadza błony śluzowe dróg oddechowych. Może spowodować oparzenia oczu i utratę wzroku. Działa szkodliwie na: układ pokarmowy i nerwowy oraz nerki. Wartość obecnie obowiązującego normatywu higienicznego dla wodoru litu (najwyższego dopuszczalnego stężenia, NDS) wynosi 0,025 mg/m³.

Celem pracy było opracowanie metody oznaczania stężenia wodoru litu w powietrzu na stanowiskach

pracy w zakresie od 1/10 do 2 wartości NDS, zgodnie z wymaganiami zawartymi w normie europejskiej PN-EN 482.

Opracowana metoda polega na: pobraniu wodoru litu zawartego w powietrzu na filtr membranowy, mineralizacji filtra za pomocą stężonego kwasu azotowego i oznaczaniu litu w roztworze przygotowanym do analizy metodą płomieniową absorpcyjnej spektrometrii atomowej z atomizacją w ubogim płomieniu powietrze-acetylen (F-AAS). Metoda umożliwia oznaczanie litu w zakresie stężeń 0,05 ÷ 3,50 µg/ml. Uzyskana krzywa kalibracyjna litu charakteryzuje się współczynnikiem korelacji $R^2 = 1,0000$. Granica wykrywalności litu (LOD) wynosi 2 ng/ml, natomiast granica oznaczalności (LOQ) wynosi 5 ng/ml. Wyznaczony współczynnik odzysku wynosi 1,00.

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

Koordinator programu: Centralny Instytut Ochrony Pracy – Państwowy Instytut Badawczy.

Opracowana metoda oznaczania wodoru litu pozwala na oznaczanie tej substancji w powietrzu na stanowiskach pracy w zakresie stężeń $0,0008 \div 0,056 \text{ mg/m}^3$ (dla próbki powietrza o objętości 720 l), co odpowiada $0,03 \div 2,24$ wartości NDS.

Opracowaną metodę oznaczania wodoru litu zapisano w postaci procedury analitycznej, którą zamieszczono w załączniku.

Summary

Lithium hydride is a solid, unstable substance. It reacts violently with water to produce strong liquor (LiOH) and hydrogen. It may self-ignite. It is used in metallurgical, pharmaceutical, ceramic and chemical industries.

Lithium hydride is strongly toxic. It is irritating and corrosive to skin, it can damage mucous membranes of the respiratory tract. May cause eye burns and loss of vision. Lithium hydride is harmful to the digestive tract, nervous system and kidneys. The exposure limit value for lithium hydride is NDS - 0.025 mg/m^3 .

The aim of this study was to amend the method for determining concentrations of lithium hydride in workplace air in the range from 1/10 to 2 NDS values, in accordance with the requirements of Standard No. EN 482.

The developed method is based on the collection of lithium hydride contained in the air on a mem-

brane filter, mineralization of the filter using concentrated nitric acid, and determination of lithium in a solution prepared for analysis with atomic absorption spectrometry with lean flame atomization air-acetylene (F-AAS).

This method enables determination of lithium in a concentration range of $0.05 \div 3.50 \text{ } \mu\text{g/ml}$. The obtained lithium calibration curve is characterized by a high correlation coefficient ($R^2 = 1.0000$). The detection limit of lithium (LOD) is 1 ng/ml , and the limit of quantification (LOQ) is 4 ng/ml . Determined coefficient of recovery is 1.00.

The developed method enables determination of lithium hydride in workplace air in the concentration range of $0.0008 \div 0.056 \text{ mg/m}^3$ (for a 720-L air sample) which represents $0.03 \div 2.24$ NDS.

The method of determining lithium hydride has been recorded as an analytical procedure (appendix).

WPROWADZENIE

Wodorek litu (LiH) jest substancją stałą, krystaliczną. Otrzymuje się go podczas ogrzewania litu z wodorem. Występuje w postaci drobnoziarnistego proszku. Masa molowa wodoru litu wynosi $7,95 \text{ g/mol}$, a gęstość $- 0,8 \text{ g/cm}^3$. Temperatura topnienia wodoru litu wynosi $680 \text{ }^\circ\text{C}$. Związek rozkłada się w temperaturze $850 \text{ }^\circ\text{C}$, a jego temperatura samozapłonu wynosi $200 \text{ }^\circ\text{C}$. Wodorek litu może zapłonąć samorzutnie w powietrzu w kontakcie z wilgocią. Związek wykazuje silne własności redukujące. Wodorek litu jest higroskopijny, absorbuje ditlenek węgla z powietrza. Reaguje z wodą z wytworzeniem ługu litowego (LiOH) i wydzielaniem wodoru (reakcja egzotermiczna). Z wydzielaniem wodoru reaguje również z: alkoholami, kwasami karboksylowymi, chlorem i amoniakiem. Wodorek litu może tworzyć w powietrzu chmury pyłu, które mogą eksplodować w kontakcie z: płomieniem, ciepłem lub materiałami utleniającymi (PubChem 2017; Encyklopedia ... 1993; ICSC 2014; GESTIS 2016).

Wodorek litu jest stosowany w: przemyśle metalurgicznym, farmaceutycznym, ceramicznym i chemicznym jako czynnik redukujący. Znajduje także zastosowanie: jako środek osuszający i prekursor do syntezy, np. tetrahydroglinianu litu, a także w generatorach wodoru i jako paliwo rakietowe. W reaktorach jądrowych jest stosowany jako osłona i chłodziwo. Wodorek litu jest także używany do produkcji baterii alkalicznych (Alfa Aesar 2017; HSDB 2017).

Narażenie zawodowe na wodorek litu najczęściej następuje drogą inhalacyjną, lecz także przez skórę. Jest to substancja bardzo silnie drażniąca. Przy wdychaniu wodorek litu powoduje: oparzenia błon śluzowych, silne podrażnienie nosa i gardła, kichanie i kaszel. W kontakcie ze skórą powoduje oparzenia i uszkodzenie tkanki, znacznie poważniejsze niż spowodowane wodorotlenkiem sodu. Po kontakcie aerozolu wodoru litu z oczami następuje podrażnienie i zniszczenie tkanek, nieodwracalne zmętnienie rogówki, oparzenia, a w większych

stężeniach – uszkodzenie narządu wzroku i utrata wzroku. Po połknięciu woderek litu wywołuje: oparzenia ust, przełyku i dróg pokarmowych, powodując niebezpieczeństwo perforacji przełyku i żołądka, a także mdłości, drgawki, upośledzenie myślenia i widzenia, śpiączkę oraz śmierć (*Szymańska i in.* 2016).

Według rozporządzenia WE nr 1272/2008 woderek litu nie ma obecnie klasyfikacji zharmonizowanej. Ze względu na zagrożenie dla zdrowia ludzi, niektórzy producenci, a także w bazach danych klasyfikują ten związek zgodnie z kryteriami CLP, jako: substancję w kontakcie z wodą uwalniającą palne gazy (kategoria zagrożenia 1.), wykazującą toksyczność ostrą (kategoria zagrożenia 3.), wykazującą działanie żrące/drażniące na skórę (kategoria zagrożenia 1.A) lub za pomocą piktoqramów określają rodzaj zagrożenia (GESTIS 2016; Merck 2017).

Woderek litu (według klasyfikacji GHS) ma przypisane następujące zwroty wskazujące rodzaj zagrożenia:

- H260: w kontakcie z wodą uwalnia łatwopalne gazy, które mogą ulegać samozapaleniu; substancje lub mieszaniny mogą uwalniać łatwopalne gazy (kategoria 1.)
- H301: działa toksycznie po połknięciu; toksyczność ostra (kategoria 3.)
- H314: powoduje poważne oparzenia skóry oraz uszkodzenia oczu; działanie żrące na skórę (kategoria 1.B)
- H318: powoduje poważne uszkodzenie oczu (kategoria 1.), (*Szymańska i in.* 2016).

Wartość normatywu higienicznego (najwyższego dopuszczalnego stężenia, NDS) dla wodoru litu, podana w obowiązującym rozporządzeniu ministra pracy w sprawie najwyższych dopuszczalnych stężeń i natężeń czynników szkodliwych w środowisku pracy, wynosi $0,025 \text{ mg/m}^3$ (Rozporządzenie ... 2014).

Obecnie nowa wartość NDS dla wodoru litu, proponowana przez Międzyresortową Komisję do spraw Najwyższych Dopuszczalnych Stężeń i Natężeń Czynników Szkodliwych dla Zdrowia w Środowisku Pracy, wynosi $0,01 \text{ mg/m}^3$ (dla frakcji wdychalnej) oraz wartość najwyższego dopuszczalnego stężenia chwilowego (NDSCh) – $0,02 \text{ mg/m}^3$ (*Szymańska i in.* 2016).

Dotychczasowy sposób oznaczania wodoru litu na stanowiskach pracy do celów oceny narażenia zawodowego był zawarty w znormalizowanej metodzie: PN-Z-04246-2:1996 – Ochrona czystości powietrza – Badania zawartości litu i jego związków – Oznaczanie wodoru litu na stanowiskach pracy metodą płomieniową absorpcyjnej spektrometrii atomowej.

Metoda oznaczania wodoru litu zawarta w tej normie polegała na pobraniu próbki powietrza zawierającego woderek litu na filtr membranowy nitrocelulozowy i przeprowadzeniu związku do roztworu, za pomocą 10-procentowego wodorotlenku potasu (w podwyższonej temperaturze $50 \text{ }^\circ\text{C}$). Potas zawarty w roztworze do analizy jednocześnie eliminował skutki jonizacji litu występujące w czasie jego oznaczania metodą F-AAS. Znormalizowana metoda pozwalała na oznaczanie najmniejszej ilości wodoru litu w powietrzu na stanowiskach pracy na poziomie $0,006 \text{ mg/m}^3$ i została przeznaczona do nowelizacji (*Surgiewicz* 1994).

W piśmiennictwie zachodnim są opisane głównie metody oznaczania wodorotlenku litu – mocnego ługu stosowanego w przemyśle (GESTIS 2016). Jedynie w metodzie OSHA oznacza się woderek litu metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej z wykorzystaniem emisji lub absorpcji litu. Po pobraniu próbki powietrza na filtr, oznaczany związek wymywa się wodą dejonizowaną. Zastosowanie do oznaczania wodoru litu absorpcyjnej spektrometrii atomowej z atomizacją w płomieniu powietrze-acetylen (F-AAS) pozwala na uzyskanie granicy oznaczania ilościowego (LOQ) litu na poziomie $0,004 \text{ } \mu\text{g/ml}$, co dla objętości pobieranego powietrza wynoszącej 480 l oznacza możliwość oznaczania $0,0002 \text{ mg/m}^3$ wodoru litu w próbce powietrza (OSHA 2002).

Podczas oznaczania litu z wykorzystaniem absorpcyjnej spektrometrii atomowej w płomieniu powietrze-acetylen występują skutki jonizacji litu, które się najczęściej eliminuje za pomocą chlorku potasu. W przypadku obecności strontu, można spodziewać się obniżenia sygnału i interferencji spowodowanej obecnością wodorotlenku strontu (SrOH). Granica wykrywalności litu wynosi $0,0005 \text{ } \mu\text{g/ml}$ przy zastosowaniu tej techniki. Zastosowanie techniki bezpłomieniowej metody AAS, z wykorzystaniem elektrotermicznej atomizacji (ET-AAS), pozwala na wykrywanie nawet 5 pg litu w próbce (*Price* 1983).

Ze względu na konieczność oznaczania najmniejszej ilości wodoru litu w powietrzu na poziomie $0,0025 \text{ mg/m}^3$, a także na poziomie 1/10 obecnej proponowanej wartości NDS, tj. $0,001 \text{ mg/m}^3$, opracowano nową metodę oznaczania z zastosowaniem absorpcyjnej spektrometrii atomowej z atomizacją w ubogim płomieniu powietrze-acetylen, z zastosowaniem buforów spektralnych. Zgodnie z tą metodą: badane powietrze przepuszcza się przez filtr membranowy, próbkę mineralizuje się z uży-

ciem stężonego kwasu azotowego i sporządza roztwór do analizy zawierający chlorek cezu i chlorek lantanu. Woderek litu oznacza się w otrzymanym roztworze jako lit metodą F-AAS, przy długości fali $670,8 \text{ nm}$.

Opracowana metoda zastąpi dotychczasową metodę oznaczania zawartą w normie PN-Z-04246-2:1996 i pozwoli na oznaczenie wodoru litu w powietrzu stanowisk pracy w zakresie $0,0008 \div 0,056 \text{ mg/m}^3$.

CZĘŚĆ DOŚWIADCZALNA

Aparatura i stosowany sprzęt

W badaniach stosowano spektrofotometr absorpcji atomowej SOLAARM (Thermo Electron Corporation, USA) wyposażony w lampę z katodą wewnękowaną do oznaczania litu.

W badaniach stosowano wodę demineralizowaną o oporności $18,2 \text{ M}\Omega$ (w temp. $25 \text{ }^\circ\text{C}$) z systemu Milli-Q (Millipore, USA).

Do sporządzania roztworów używano pipet automatycznych (PZHTL S.A., Polska i Brand, Niemcy) oraz jednomiarowych pipet szklanych (ze szkła borowo-krzemowego).

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

Badania sprawdzające sposób mineralizacji i przygotowania próbki przeprowadzono z użyciem filtrów membranowych z estrów celulozy o średnicy porów $0,8 \text{ }\mu\text{m}$ (SKC, USA) i $0,85 \text{ }\mu\text{m}$ (Pragopor 4, Czechy).

Badane próbki mineralizowano w zlewkach o pojemności około 50 ml na płycie grzejnej (temperatura mineralizacji około $140 \text{ }^\circ\text{C}$).

Odczynniki, roztwory

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

- kwas azotowy, stężony 65-procentowy ($\rho = 1,39 \text{ g/ml}$), (Merck, Niemcy)
- kwas azotowy, roztwór o stężeniu $c(\text{HNO}_3) = 1 \text{ mol/l}$

- kwas azotowy, roztwór o stężeniu $c(\text{HNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$
- lit, roztwór wzorcowy podstawowy do absorpcji atomowej o stężeniu 1 mg/ml (GUM, Polska)
- lit, roztwór wzorcowy pośredni o stężeniu $10 \text{ }\mu\text{g/ml}$, przygotowany w następujący sposób: do kolby miarowej o pojemności 100 ml odmierzone 1 ml roztworu wzorcowego podstawowego i uzupełniono do kreski roztworem kwasu azotowego $0,1 \text{ mol/l}$
- lit, roztwór o stężeniu $100 \text{ }\mu\text{g/ml}$, przygotowany w następujący sposób: do kolby miarowej o pojemności 10 ml odmierzone 1 ml roztworu wzorcowego podstawowego i uzupełniono do kreski roztworem kwasu azotowego $0,1 \text{ mol/l}$
- roztwory wzorcowe robocze litu o stężeniach: $0,05$; $0,15$; $0,25$; $0,50$; $1,50$; $2,50$ i $3,50 \text{ }\mu\text{g/ml}$
- roztwór chlorku cezu, roztwór o stężeniu 1-procentowym (m/m) w przeliczeniu na cez przygotowany w następujący sposób: $1,28 \text{ g CsCl}$ rozpuścić w $98,7 \text{ ml}$ roztworu kwasu azotowego o stężeniu $c(\text{HNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$
- roztwór chlorku lantanu, roztwór o stężeniu 10-procentowym (m/m) w przeliczeniu na lantan przygotowany w następujący sposób: $26,8 \text{ g LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ rozpuścić w $73,2 \text{ ml}$ roztworu kwasu azotowego o stężeniu $c(\text{HNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$
- acetylen rozpuszczony klasy czystości A wg wymagań zawartych w normie PN-C-84905: 1998.

WYNIKI BADAŃ I ICH OMÓWIENIE

Parametry oznaczania

Oznaczanie wodoru litu prowadzono metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej, z atomizacją w płomieniu powietrze-acetylen, przy długości fali 670,8 nm.

W badaniach przyjęto parametry oznaczania wyznaczone eksperymentalnie, przez ich optymalizację dla próbki sporządzonej do analizy. Optymalizacja dotyczyła takich parametrów, jak: przepływ (strumień objętości) paliwa (acetylen), obszar pomiarowy (wysokość nad palnikiem), natężenie prądu lampy i szerokość szczeliny.

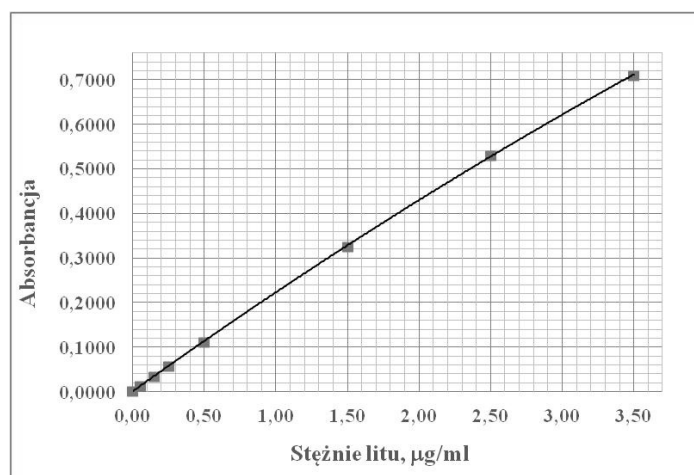
Najlepszą czułość i precyzję oznaczania litu uzyskano po zastosowaniu poniżej podanych warunków pracy spektrofotometru:

- długość fali 670,8 nm
- lampa z katodą wnątkową (HDL) do oznaczania litu:
 - natężenie prądu lampy 7,5 mA
 - szerokość szczeliny 0,5 nm
 - wysokość palnika 4,5 mm
- płomień acetylen-powietrze ubogi
- strumień objętości acetyleny 0,9 l/min
- strumień objętości powietrza 5 l/min.

Krzywa wzorcowa oraz precyzja oznaczeń

Bezpośrednio przed wykonaniem analizy wykonywano wzorcowanie aparatu z użyciem roztworów wzorcowych roboczych, o stężeniach litu: 0,05; 0,15; 0,25; 0,50; 1,50; 2,50 i 3,50 µg/ml, zawierających ponadto cez o stężeniu 0,2-procentowym i lantan o stężeniu 1-procentowym, które sporządzono w roztworze kwasu azotowego o stężeniu 0,3 mol/l, oraz próbki zerowej nie zawierającej litu, a sporządzonej w identyczny sposób jak wzorce.

Analizy były wykonywane w wymienionych wcześniej warunkach pracy spektrofotometru. Dla każdego roztworu podawanego do palnika spektrofotometru wykonywano trzy pomiary absorbancji. Do zerowania spektrofotometru używano roztworu kwasu azotowego o stężeniu 0,1 mol/l. Krzywa wzorcowa opisana funkcją: $y = -0,0076 \cdot x^2 + 0,2298 \cdot x + 0,0010$, charakteryzuje się współczynnikiem korelacji $R^2 = 1,0000$. Stężenie charakterystyczne oznaczania litu wynosiło 0,02 µg/ml. Krzywą wzorcową przedstawiono na rysunku 1.



Rys. 1. Krzywa wzorcowa oznaczania litu metodą F-AAS, z atomizacją w ubogim płomieniu powietrze-acetylen uzyskana przy długości fali 670,8 nm

W celu oceny powtarzalności wyników oznaczeń wzorcowania przygotowano po siedem próbek o tym samym stężeniu litu, dla sześciu poziomów stężeń litu z krzywej wzorcowej: 0,05; 0,15; 0,25; 0,50; 1,50; 2,50 i 3,50 µg/ml. Po wzorcowa-

niu oznaczano lit w serii przygotowanych roztworów. Uzyskane dane wykazały dobrą powtarzalność oznaczeń. Współczynniki zmienności CV dla oznaczanych stężeń wynosiły odpowiednio: 0,00; 0,00; 1,97; 1,67; 0,90; 0,57 i 0,37%.

W celu oceny dokładności metody i powtarzalności wyników, wykonano oznaczenia litu w roztworach modelowych. Przygotowano po siedem próbek o tym samym stężeniu litu, dla pięciu poziomów stężeń litu z zakresu krzywej wzorcowej: 0,06; 0,20; 0,40; 1,00; 2,00 i 3,00 $\mu\text{g/ml}$. Po każdorazowym wzorcowaniu oznaczano serię stężeń z zakresu krzywej wzorcowej. Współczynniki zmienności CV dla oznaczanych stężeń wynosiły odpowiednio: 0,00; 2,48; 0,97; 0,50 i 0,51%. Średni błąd względny dla każdego poziomu stężeń wynosił odpowiednio: 0,00; 2,17; 0,67; 0,44 i 0,42%.

Zakres pomiarowy oznaczania litu w roztworze 0,05 ÷ 3,50 $\mu\text{g/ml}$ odpowiada zakresowi stężeń wodoru litu w powietrzu 0,0008 ÷ 0,056 mg/m^3 (dla objętości próbki powietrza 720 l), co w odniesieniu do obecnie obowiązującego normatywu stanowi 0,03 ÷ 2,24 wartości NDS. Zakres pomiarowy metody pozwala na wykonywanie pomiarów z wykorzystaniem dozymetrii indywidualnej (PN-Z-04008-7/Az1: 2004). Zmianę zakresu oznaczania wodoru litu w powietrzu umożliwia zastosowanie rozcieńczania roztworu badanej próbki. Roztwory rozcieńczone należy tak sporządzić, jak wzorce w roztworze kwasu azotowego, stosując odpowiedni do rozcieńczenia dodatek cezu i lantanu, a współczynnik rozcieńczenia należy uwzględnić przy obliczaniu wyniku oznaczania.

Badanie skuteczności mineralizacji

Badanie skuteczności mineralizacji i wyznaczenie współczynnika odzysku z: filtra, litu i jego związków, przeprowadzono w następujący sposób: na przygotowane filtry membranowe umieszczone w zlewkach (po sześć próbek dla każdego poziomu stężeń) nanoszono po: 0,030; 0,100; 0,200 i 0,300 ml roztworu litu o stężeniu 100 $\mu\text{g/ml}$, które pozostawiano do wyschnięcia. Do każdej zlewki dodawano po 2 ml stężonego kwasu azotowego i ogrzewano na płycie grzejnej o temperaturze około 140 °C. Po ostudzeniu do zlewek dodawano po 2 ml kwasu azotowego o stężeniu 1 mol/l i pozostawiano na około 30 min. Zawartość zlewek przenoszono ilościowo 5 ÷ 6 porcjami roztworu kwasu azotowego o stężeniu 0,1 mol/l do kolb o pojemności 10 ml, stosując dodatek chlorku cezu o stężeniu końcowym cezu w próbce 0,2-procentowym oraz chlorku

lantanu o stężeniu lantanu 1-procentowym i uzupełniano do kreski roztworem kwasu 0,1 mol/l. Uzyskano po sześć roztworów dla czterech poziomów stężeń litu z zakresu krzywej wzorcowej: 0,30; 1,00; 2,00 i 3,00 $\mu\text{g/ml}$, w których oznaczano lit metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej w ubogim płomieniu powietrze-acetylen, w ustalonych wcześniej warunkach pracy aparatu.

Wykonano pomiary stężenia litu w przygotowanych roztworach oraz w roztworze przygotowanym z czystego filtra po mineralizacji – roztwór kontrolny. Roztwory porównawcze do badania wydajności mineralizacji przygotowano przez odmierzenie bezpośrednio do kolb o pojemności 10 ml takich samych ilości roztworu wzorcowego podstawowego litu, jakie nanoszono na filtry. Następnie próbki sporządzano w identyczny sposób jak roztwory do badania mineralizacji, tj. dodawano po 2 ml kwasu azotowego o stężeniu 1 mol/l i cez o stężeniu końcowym w próbce 0,2-procentowym oraz lantan o stężeniu 1-procentowym i uzupełniano do kreski roztworem kwasu 0,1 mol/l. Dla każdego stężenia przygotowano po trzy roztwory porównawcze.

Wyniki badania skuteczności mineralizacji i wyznaczenia współczynnika odzysku z filtra zamieszczono w tabeli 1. Przy zastosowaniu podanego sposobu mineralizacji uzyskano bardzo dobre wartości współczynników odzysku badanego związku z filtra. Dla czterech poziomów stężeń litu: 0,30; 1,00; 2,00 i 3,00 $\mu\text{g/ml}$ stopień odzysku wynosił odpowiednio: 0,99; 1,00; 1,01; 0,99, a wskaźniki CV wynosiły odpowiednio: 1,37; 1,05; 1,04 i 0,99 %. Średni współczynnik odzysku z filtra wyniósł 1,00.

Tabela 1.
Badania skuteczności mineralizacji, wyznaczenie współczynnika odzysku z filtra

Numer próbki	Oznaczone stężenie		Średnie stężenie roztworów porównawczych <i>c</i> , µg/ml	Współczynnik odzysku	Numer próbki	Oznaczone stężenie		Średnie stężenie roztworów porównawczych <i>c</i> , µg/ml	Współczynnik odzysku	Numer próbki	Oznaczone stężenie		Średnie stężenie roztworów porównawczych <i>c</i> , µg/ml	Współczynnik odzysku	Numer próbki	Oznaczone stężenie		Średnie stężenie roztworów porównawczych <i>c</i> , µg/ml	Współczynnik odzysku
	<i>c</i> , µg/ml	CV, %				<i>c</i> , µg/ml	CV, %				<i>c</i> , µg/ml	CV, %				<i>c</i> , µg/ml	CV, %		
1A	0,30	0,2			2A	0,99	0,5			3A	1,99	0,1			4A	3,03	0,3		
1B	0,29	0,4	0,30		2B	1,00	0,1	1,00		3B	1,99	0,3	2,00		4B	3,03	0,2	3,05	
1C	0,30	0,2			2C	1,00	0,1			3C	2,02	0,3			4C	3,09	0,4		
1a	0,30	0,2		1,00	2a	1,00	0,3		1,00	3a	2,02	0,1		1,01	4a	3,01	0,2		0,99
1b	0,30	0,9		1,00	2b	1,01	0,2		1,01	3b	2,02	0,5		1,01	4b	3,07	0,2		1,01
1c	0,30	0,6		1,00	2c	1,00	0,2		1,00	3c	1,97	0,3		0,99	4c	2,99	0,3		0,98
1d	0,30	0,3		1,00	2d	0,98	0,0		0,98	3d	2,01	1,1		1,01	4d	3,03	0,2		0,99
1e	0,30	0,4		1,00	2e	0,99	0,3		0,99	3e	2,03	0,1		1,02	4e	3,04	0,4		1,00
1f	0,29	0,5		0,97	2f	0,99	0,1		0,99	3f	2,01	0,2		1,01	4f	3,06	0,3		1,00
Średnia wartość współczynnika odzysku				0,99					1,00					1,01					0,99
Odchylenie standardowe, SD				0,01					0,01					0,01					0,01
Współczynnik zmienności współczynnika odzysku, CV, %				1,37					1,05					1,04					0,99

Wyznaczanie granicy oznaczania ilościowego

W celu wyznaczenia granicy oznaczania ilościowego przygotowano próbki o stężeniach litu: 0,000; 0,002; 0,005 i 0,010 $\mu\text{g/ml}$. Współczynniki zmienności wynosiły odpowiednio: 14,31; 7,74; 4,77 i 4,3%.

Na podstawie zależności CV od absorbancji wyznaczono (na poziomie CV 5%) stężenie litu 0,005 $\mu\text{g/ml}$ jako granicę oznaczania ilościowego (LOQ) w opracowanej metodzie. Granica wykrywalności litu (LOD) wyniosła 0,002 $\mu\text{g/ml}$.

Wpływ substancji towarzyszących

Badania mające na celu sprawdzenie wpływu substancji współwystępujących na wynik oznaczania litu przeprowadzono dla tych czynników, które mogą występować wraz z litem w różnych procesach technologicznych. W tym celu przygotowano roztwory próbek zawierające, oprócz litu, także inne pierwiastki w nadmiarze w stosunku do litu.

Stwierdzono, że 100-krotny nadmiar pierwiastków: Fe, Ni, Mn, Cr, Pb, Al i Ca w badanej próbce, nie wpływa na wynik oznaczenia zastosowaną metodą. Istotne zmiany absorbancji (do 10%) obserwowano przy znacznie większych stężeniach pierwiastków przeszkadzających, np. 500- czy 1000-krotnych nadmiarach tych pierwiastków.

Walidacja

Walidację metody przeprowadzono zgodnie z wymaganiami zawartymi w normie europejskiej PN-EN 482+A1: 2016-01. Badania przeprowadzono z zastosowaniem spektrofotometru absorpcji atomowej SOLAARM firmy Thermo Electron Corporation przystosowanego do pracy z płomieniem powietrze-acetylen i wyposażonego w lampę z katodą wnątkową do oznaczania litu.

Na podstawie wyników badań oznaczania wodoru litu, przeprowadzonych i omówionych w niniejszym w artykule, uzyskano następujące dane walidacyjne:

- granica oznaczania ilościowego litu, LOQ 0,005 $\mu\text{g/ml}$
- granica wykrywalności litu, LOD 0,002 $\mu\text{g/ml}$
- zakres krzywej wzorcowej 0,05 ÷ 3,50 $\mu\text{g/ml}$
- współczynnik korelacji, R^2 1,0000
- zakres pomiarowy w powietrzu 0,0008 ÷ 0,056 mg/m^3
- precyzja całkowita metody 5,27%
- niepewność całkowita metody 11,28%
- niepewność rozszerzona metody 22,56%.

PODSUMOWANIE

Opracowano metodę oznaczania wodoru litu z zastosowaniem absorpcyjnej spektrometrii atomowej umożliwiającą uzyskanie wymaganej granicy oznaczalności, tj. 1/10 wartości NDS. W opracowanej metodzie: zastosowano nowy sposób mineralizacji i przygotowania roztworu do analizy, zoptymalizowano parametry analityczne i wykonano walidację opracowanej metody.

Nowa metoda pozwala na oznaczanie bardzo małych stężeń wodoru litu (0,0008 mg/m^3) i jest dostosowana do oznaczania tego związku na poziomie 1/10 nowej wartości NDS, zaproponowanej przez Międzyresortową Komisję do spraw Najwyższych Dopuszczalnych Stężeń i Natężeń Czynników Szkodliwych dla Zdrowia w Środowisku

Pracy, wynoszącej 0,01 mg/m^3 (dla frakcji wdychalnej) oraz wartości największego dopuszczalnego stężenia chwilowego (NDSCh) – 0,02 mg/m^3 (Szymańska i in. 2016).

Przedstawiona metoda polega na: zatrzymaniu na filtrze membranowym wodoru litu obecnego w powietrzu na stanowiskach pracy, mineralizacji filtra na gorąco w stężonym kwasie azotowym i sporządzeniu roztworu do analizy w rozcieńczonym kwasie azotowym, zawierającym dodatkowo buforę spektralne – chlorek cezu i chlorek lantanu. Woderek litu oznacza się w tym roztworze jako lit metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej, z atomizacją w ubogim płomieniu powietrze-acetylen, przy długości fali 670,8 nm.

Przeprowadzono walidację opracowanej metody w zakresie stężeń litu w roztworze: $0,05 \div 3,50 \mu\text{g/ml}$. Wyznaczony zakres pomiarowy odpowiada zakresowi stężeń wodoru litu w powietrzu: $0,0008 \div 0,056 \text{ mg/m}^3$ (dla objętości powietrza – 720 l), co stanowi $0,03 \div 2,1$ wartości NDS.

Uzyskano dobre parametry walidacji: precyzję całkowitą metody wynoszącą 5,27% i niepewność całkowitą metody wynoszącą 11,28 %.

Metoda jest dostosowana do wykonywania pomiarów stężeń wodoru litu na stanowiskach pracy zgodnie z zasadami dozymetrii indywidualnej, co umożliwi przeprowadzenie obiektywnej oceny narażenia zawodowego.

Opracowaną metodę oznaczania wodoru zapisano w postaci procedury analitycznej, którą zamieszczono w załączniku.

PIŚMIENNICTWO

- Alfa Aesar (2017). Karta charakterystyki: Lithium hydrie [USA].
- GESTIS (2016). Substance Database. Lithium hydride. Sankt Augustin, BG Institute for Occupational Safety Health [Germany].
- Encyklopedia techniki. Chemia (1993). Warszawa, Wydawnictwa Naukowo-Techniczne.
- HSDB (2017). Hazardous Substances Data Bank. Lithium hydride. U.S. National Library of Medicine (NLM) Toxicology Data Network (TOXNET) [USA].
- ICSC (2014). Database, International Chemical Safety Cards. Lithium hydride. International Labour Organization.
- OSHA (2002). 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.
- Merck (2017). Karta charakterystyki: Lithium hydrie [Germany].
- PN-EN 482+A1: 2016-01 Narażenie na stanowiskach pracy – Wymagania ogólne dotyczące charakterystyki procedur pomiarów czynników chemicznych.
- PN-C-84905: 1998 Gazy techniczne – Acetylen rozpuszczony.
- PN-Z-04008-7: 2002/Az1: 2004 Ochrona czystości powietrza – Pobieranie próbek – Zasady pobierania próbek powietrza na stanowiskach pracy i interpretacji wyników.
- PN-Z-04246-2: 1996 Ochrona czystości powietrza – Badania zawartości litu i jego związków – Oznaczanie wodoru litu na stanowiskach pracy metodą płomieniową absorpcyjnej spektrometrii atomowej.
- Price J. (1983). Spectrochemical analysis by atomic absorption. John Wiley & Sons. Pye Unicam Ltd. Cambridge [GB].
- PubChem (2017). Database. Lithium hydride. National Center for Biotechnology Information (NCBI), U.S. National Library of Medicine. United States National Institutes of Health (NIH) [USA].
- 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 poz. 817).
- Surgiewicz J. (1994). Wodorek litu. Metody oznaczania wybranych substancji chemicznych w powietrzu środowiska pracy. [Red.] J.P. Gromiec. Łódź, IMP.
- Szymańska J., Frydrych B., Bruchajzer E. (2016). Wodorek litu – frakcja wdychalna. Dokumentacja proponowanych dopuszczalnych wielkości narażenia zawodowego. Podstawy i Metody Oceny Środowiska Pracy 3(89), 131–145.
- WE 1272/2008 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 (zwanego rozporządzeniem GHS). Dz. Urz. Unii Europejskiej z dnia 31.12.2008 r., L 353.

PROCEDURA ANALITYCZNA OZNACZANIA WODORKU LITU W POWIETRZU NA STANOWISKACH PRACY

1. Zakres stosowania metody

Metodę podaną w niniejszej procedurze stosuje się do oznaczania wodorku litu w powietrzu na stanowiskach pracy z zastosowaniem absorpcyjnej spektrometrii atomowej, podczas przeprowadzania kontroli warunków sanitarnohigienicznych. Metody nie należy stosować w obecności innych związków litu występujących w badanym powietrzu.

Najmniejsze stężenie wodorku litu, jakie można oznaczyć w warunkach pobierania próbek powietrza i wykonania oznaczania opisanych w niniejszej procedurze, wynosi $0,0008 \text{ mg/m}^3$ (dla objętości powietrza 720 l).

2. Powołania normatywne

- 1) PN-C-84905: 1998 Gazy techniczne – Acetylen rozpuszczony.
- 2) 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 znanej objętości badanego powietrza przez filtr membranowy, mineralizacji filtra na gorąco z zastosowaniem stężonego kwasu azotowego oraz sporządzeniu roztworu do analizy zawierającego buforę spektralne. Wodorek litu oznacza się w tym roztworze jako lit metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej z atomizacją w płomieniu powietrze-acetylen.

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 kolejno myć: roztworem detergentu, ciepłą wodą, roztworem kwasu azotowego(V) o $c(\text{HNO}_3) = 1 \text{ mol/l}$, wodą destylowaną, a następnie kilkakrotnie wypłukać dwukrotnie destylowaną lub demineralizowaną wodą.

4.3. Przechowywanie roztworów

Roztwór wzorcowy podstawowy i pośredni 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 uprawnionym instytucjom do unieszkodliwienia.

5. Odczynniki, roztwory i materiały

5.1. Acetylen rozpuszczony

Stosować acetylen klasy czystości A, zgodnie z wymaganiami określonymi w normie PN-C-84905: 1998.

5.2. Kwas azotowy

Stosować kwas azotowy stężony, 65-procentowy (m/m) o $\rho = 1,38 \text{ g/ml}$.

5.3. Kwas azotowy, roztwór

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

5.4. Kwas azotowy, roztwór

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

5.5. Roztwór chlorku cezu

Stosować roztwór chlorku cezu (CsCl) przygotowany w następujący sposób: 1,28 g CsCl rozpuścić w 98,7 ml wody dejonizowanej. W tak przygotowanym roztworze stężenie cezu wyrażone ułamkiem masowym wynosi 1%.

5.6. Roztwór chlorku lantanu

Stosować roztwór chlorku lantanu przygotowany w następujący sposób: 26,8 g $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ rozpuścić w 73,2 ml roztworu kwasu azotowego o stężeniu $c(\text{HNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$. W tak przygotowanym roztworze stężenie lantanu wyrażone ułamkiem masowym wynosi 10%.

5.7. Roztwór wzorcowy podstawowy litu

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

5.8. Roztwór wzorcowy pośredni litu

Do kolby pomiarowej o pojemności 100 ml odmierzyć 1 ml roztworu wzorcowego podstawowego wg punktu 5.7., uzupełnić do kreski roztworem kwasu azotowego wg punktu 5.4. i dokładnie wymieszać. Stężenie litu w tak przygotowanym roztworze wynosi 10 $\mu\text{g/ml}$. Trwałość przygotowanego roztworu przechowywanego w chłodziarce wynosi 30 dni.

5.9. Roztwory wzorcowe robocze litu

Stosować roztwory litu o stężeniach w mikrogramach na mililitr: 0,05; 0,15; 0,25; 0,50; 1,50; 2,50 i 3,50 $\mu\text{g/ml}$. Do siedmiu kolb pomiarowych o pojemności 10 ml odmierzyć następujące objętości roztworu wzorcowego litu wg punktu 5.8. w mililitrach: 0,05; 0,15; 0,25; 0,50; 1,50; 2,50 i 3,50, następnie dodać po 2 ml kwasu azotowego wg punktu 5.3. i po 2 ml roztworu chlorku cezu wg punktu 5.5. oraz po 1 ml chlorku lantanu wg punktu 5.6. Zawartość każdej kolby uzupełnić do kreski roztworem kwasu azotowego wg punktu 5.4. i wymieszać. W siódmej kolbie o pojemności 10 ml przygotować roztwór próby zerowej przez dodanie: 1 ml roztworu chlorku cezu wg punktu 5.5., 1 ml chlorku lantanu wg punktu 5.6. i 2 ml kwasu azotowego wg punktu 5.3. i uzupełnienie zawartości kolby do kreski roztworem kwasu azotowego wg punktu 5.4.

Roztwory wzorcowe robocze należy przygotowywać w dniu wykonywania analizy.

5.10. Roztwór litu do badania skuteczności mineralizacji

Do kolby pomiarowej o pojemności 10 ml odmierzyć 1 ml roztworu wzorcowego podstawowego wg punktu 5.7., następnie uzupełnić do kreski roztworem kwasu azotowego wg punktu 5.4. i dokładnie wymieszać. Stężenie litu w tak przygotowanym roztworze wynosi 100 $\mu\text{g/ml}$.

5.11. Filtry membranowe

Stosować filtry membranowe z estrów celulozy o średnicy porów 0,80 lub 0,85 μm .

6. Przyrządy pomiarowe i sprzęt pomocniczy

6.1. Pompa ssąca

Stosować pompę ssącą, umożliwiającą pobieranie powietrza ze stałym strumieniem objętości określonym w punkcie 7.

6.2. Próbnik

Stosować próbnik umożliwiający wyodrębnienie z powietrza wodoru litu.

6.3. Kalibrator przepływu

Do wyodrębniania z powietrza wodoru litu stosować kalibrator przepływu, umożliwiający ustawienie wartości strumienia objętości powietrza zasysanego przez próbnik, zgodnie z zaleceniem producenta.

6.4. Spektrofotometr

Stosować spektrofotometr do absorpcji atomowej przystosowany do pracy z płomieniem powietrze-acetylen i wyposażony w lampę z katodą wgnętkową – HDL do oznaczania litu.

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

- długość fali 670,8 nm
- płomień powietrze-acetylen ubogi.

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

6.5. Płyta grzejna do mineralizacji filtrów

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

7. Pobieranie próbek powietrza

Przed przystąpieniem do pomiarów należy skalibrować, według instrukcji producenta, układ do pobierania próbek powietrza dla wymaganego przepływu. Stosować kalibrator przepływu wg punktu 6.3.

Podczas pobierania próbek powietrza do badań należy stosować zasady podane w normie PN-Z-04008-07.

W miejscu pobierania próbek przez filtr wg punktu 5.11., umieszczony w próbniku wg punktu 6.2., przepuścić do 960 l powietrza ze strumieniem objętości zalecanym przez producenta próbника (najczęściej 2 l/min).

Próbki pobrane na filtry należy przechowywać w ekzykatorze.

8. Sporządzanie krzywej wzorcowej

Wykonać trzykrotny pomiar absorbancji roztworów wzorcowych roboczych litu wg punktu 5.9. i próbki zerowej, przyjmując ustalone wg punktu 6.4. warunki pracy spektrofotometru. Do zerowania spektrofotometru należy używać roztworu kwasu azotowego wg punktu 5.4.

Krzywą wzorcową sporządzić, korzystając z automatycznego wzorcowania i komputerowego zbierania danych analitycznych, zgodnie z instrukcją do aparatu, odkładając na osi odciętych stężenia litu w poszczególnych roztworach wzorcowych roboczych i próbce zerowej, a na osi rzędnych – odpowiadające im wartości absorbancji. 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 stężonego kwasu azotowego wg punktu 5.2. i ogrzewać na płycie grzejnej o temperaturze około 140 °C w celu odparowania kwasu, prawie do sucha. Po ostudzeniu, dodać 2 ml roztworu kwasu azotowego wg punktu 5.3. i pozostawić na około 30 min. Następnie zawartość przenieść ilościowo 5 ÷ 6 porcjami kwasu azotowego wg punktu 5.4. do kolb o pojemności 10 ml, stosując dodatek 2 ml chlorku cezu wg punktu 5.5. i 1 ml chlorku lantanu wg punktu 5.6., uzupełnić do kreski roztworem kwasu azotowego wg punktu 5.4., uzyskując roztwór do badania.

Jednocześnie z mineralizacją filtra, na który pobrano próbkę powietrza, przeprowadzić w identyczny sposób mineralizację czystego filtra i przygotować roztwór do ślepej próby, w taki sam sposób jak roztwór do badania.

Wykonać pomiar absorbancji roztworu do badania i roztworu do ślepej próby, zachowując warunki pomiarowe jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej. Do zerowania spektrofotometru stosować roztwór kwasu azotowego wg punktu 5.4. Stężenie litu w roztworze do badania i roztworze do ślepej próby odczytane z krzywej wzorcowej podawane jest przez aparat automatycznie.

Jeżeli oznaczone stężenie litu w roztworze badanej próbki przekroczy zakres krzywej wzorcowej, to próbkę należy odpowiednio rozcieńczyć, sporządzając roztwór próbki rozcieńczonej, zawierający kwas azotowy oraz cez i lantan o stężeniu identycznym jak w roztworze próbki badanej.

Następnie należy wykonać pomiar absorbancji roztworu próbki po rozcieńczeniu, odczytać stężenie litu jak w przypadku roztworu badanej próbki, a krotność rozcieńczenia próbki (k) uwzględnić przy obliczaniu wyniku oznaczania wg punktu 11.

10. Sprawdzenie skuteczności mineralizacji

Na sześć filtrów wg punktu 5.11. umieszczonych w zlewkach o pojemności 50 ml nanieść po 200 μ l roztworu litu do badania skuteczności mineralizacji wg punktu 5.10. i pozostawić do następnego dnia, do wyschnięcia. Do każdej zlewki dodać 2 ml stężonego kwasu azotowego wg punktu 5.2. i ogrzewać na płycie grzejnej o temperaturze około 140 °C w celu odparowania kwasu, prawie do sucha. Następnie dodać po 2 ml roztworu kwasu azotowego wg punktu 5.3. i pozostawić na około 30 min. Potem ich zawartość przenieść ilościowo 5 ÷ 6 porcjami kwasu azotowego wg punktu 5.4. do kolb o pojemności 10 ml, stosując dodatek 2 ml chlorku cezu wg punktu 5.5. i 1 ml chlorku lantanu wg punktu 5.6., uzupełnić do kreski roztworem kwasu azotowego wg punktu 5.4., aby uzyskać roztwory do badania skuteczności mineralizacji i wyznaczenia współczynnika odzysku.

Jednocześnie należy przygotować w kolbach o pojemności 10 ml roztwór kontrolny z czystego filtra oraz roztwór porównawczy, przez odmierzenie 200 μ l roztworu wzorcowego podstawowego wg punktu 5.7. bezpośrednio do kolby. Podczas sporządzania roztworów należy tak postępować, jak przy sporządzaniu roztworów do badania odzysku.

Następnie należy wykonać trzykrotny pomiar absorbancji: roztworów próbek do badania odzysku, roztworu kontrolnego oraz roztworu porównawczego, przyjmując ustalone wg punktu 6.3. warunki pracy spektrofotometru. Do zerowania spektrofotometru należy używać roztworu kwasu

azotowego wg punktu 5.4. Współczynnik odzysku dla litu (w_m) obliczyć na podstawie wzoru:

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

w którym:

C_d – stężenie litu w roztworze do badania, w mikrogramach na mililitr,

C_o – stężenie litu w roztworze kontrolnym, w mikrogramach na mililitr,

C_p – stężenie litu w roztworze porównawczym, w mikrogramach na mililitr.

Następnie obliczyć średnią wartość współczynnika skuteczności mineralizacji dla litu jako średnią arytmetyczną otrzymanych wartości w_m . Współczynnik ten powinien wynosić $1,00 \pm 0,05$.

11. Obliczanie wyniku oznaczania

Stężenie wodorku litu (X), w badanym powietrzu na stanowisku pracy obliczyć, w miligramach na metr sześcienny, na podstawie wzoru:

$$X = \frac{(C - C_o) \cdot V_1}{V \cdot \overline{w_m}} \cdot k \cdot 1,145,$$

w którym:

C – stężenie litu w roztworze badanej próbki, w mikrogramach na mililitr,

C_o – stężenie litu w roztworze do próby ślepej, w mikrogramach na mililitr,

V_1 – objętość badanego roztworu, w mililitrach ($V_1 = 10$ ml),

V – objętość powietrza przepuszczonego przez filtr, w litrach,

$\overline{w_m}$ – średnia wartość współczynnika odzysku,

1,145 – współczynnik przeliczeniowy litu na wodorotlenek litu,

k – krotność rozcieńczenia.