

Znowelizowana metoda oznaczania pentachlorku fosforu w powietrzu na stanowiskach pracy¹

dr EWA GAWĘDA
Centralny Instytut Ochrony Pracy –
Państwowy Instytut Badawczy
00-701 Warszawa
ul. Czerniakowska 16

Numer CAS: 10026-13-8

Słowa kluczowe: pentachlorek fosforu, metoda oznaczania, spektrofotometria absorpcyjna, powietrze na stanowiskach pracy.

Keywords: phosphorus pentachloride, determination method, absorption spectrophotometry, workplace air.

Streszczenie

Metodę stosuje się do oznaczania pentachlorku fosforu w powietrzu na stanowiskach pracy. Metoda polega na przepuszczeniu znanej objętości badanego powietrza przez płuczkę ze szkłem spiekany, zawierającą wodę. Oznaczanie pochłoniętego w wodzie pentachlorku fosforu polega na hydrolizie substancji do kwasu fosforowego(V) i wytworzeniu błękitu fosfomolibdenowego z użyciem molibdenianu amonu i

kwasu askorbinowego. Otrzymane w wyniku reakcji zabarwienie badanego roztworu jest podstawą oznaczania spektrofotometrycznego w świetle widzialnym (długość fali 825 nm). Oznaczalność metody wynosi około 0,07 mg/m³. Opracowana metoda oznaczania pentachlorku fosforu została zapisana w postaci procedury analitycznej, którą zamieszczono w Załączniku.

Summary

The method is used for determining phosphorus pentachloride in workplace air. It is based on the absorption of phosphorus pentachloride in water, hydrolysis to orthophosphoric acid, reaction with ammonium molybdate and ascorbic acid. The resulting blue complex compound is analysed with

spectrophotometry in the visible region. The determination limit of the method is approximately 0.07 mg/m³. The developed method of determining phosphorus pentachloride has been recorded as an analytical procedure, which is available in the Appendix.

¹ Publikacja przygotowana na podstawie wyników uzyskanych w ramach II etapu programu wieloletniego: „Poprawa bezpieczeństwa i warunków pracy” dofinansowanego w latach 2011-2013 w zakresie służb państwowych przez Ministerstwo Pracy i Polityki Społecznej. Koordynator: Centralny Instytut Ochrony Pracy – Państwowy Instytut Badawczy.

WPROWADZENIE

Pentachlorek fosforu (PCl_5) – chlorek fosforu(V) jest substancją stałą, dymiącą w kontakcie z wilgotnym powietrzem, występującą w postaci białych lub żółtawych kryształów o ostrym zapachu, bardzo toksyczną i żrącą. Masa cząsteczkowa substancji wynosi 208,2, gęstość $2,11 \text{ g/cm}^3$, temperatura topnienia $166,8 \text{ }^\circ\text{C}$ (przy podwyższonym ciśnieniu). W wodzie pentachlorek fosforu ulega hydrolizie do kwasu fosforowego(V). Reakcja z wodą pentachloru fosforu przebiega gwałtownie, uwalniają się wtedy żrące, toksyczne gazy, w szczególności chlorowodór.

Zgodnie ze zharmonizowaną klasyfikacją zamieszczoną w rozporządzeniu Parlamentu Europejskiego i Rady WE nr 1272/2008 pentachlorek fosforu został zaklasyfikowany jako: Acute Tox. 2, H330; Acute Tox. 4, H302; STOT RE 2, H373; Skin Corr. 1B, H314.

Pentachlorek fosforu wchłania się do organizmu głównie w układzie oddechowym. Działa bardzo toksycznie przez drogi oddechowe, stwarzając poważne zagrożenie zdrowia w następstwie długotrwałego narażenia. Powoduje oparzenia.

Pentachlorek fosforu jest otrzymywany w reakcji chlorowania trichloru fosforu. Tą metodą wyprodukowano około 10 tys. ton (2000 r.). Substancja jest stosowana do chlorowania (np. kwasu karboksylowego) oraz jako katalizator.

Obowiązująca w Polsce wartość najwyższego dopuszczalnego stężenia (NDS) wynosi obecnie dla pentachloru fosforu $0,7 \text{ mg/m}^3$, a wartość najwyższego dopuszczalnego stężenia chwilowego (NDSCh) – $1,4 \text{ mg/m}^3$ (DzU 2002, nr 217, poz. 1833).

Przedstawiona metoda stanowi nowelizację metody oznaczania pentachloru fosforu zawartej w normie PN-91/Z-04073.04. Norma ta została w wyniku okresowego przeglądu przeprowadzonego w 2012 r. w Komitecie Technicznym nr 159 zakwalifikowana do wycofania ze zbioru Polskich Norm, ponieważ nie spełnia wymagań stawianych normom wprowadzanym obecnie w Polsce. Pod względem merytorycznym metoda ta zawiera wiele takich mankamentów, jak np.: oznaczalność na poziomie 1/4, a nie 1/10 wartości NDS, co zgodnie z rozporządzeniem ministra zdrowia (DzU 2011, nr 33, poz. 166) pozwoliłoby uzyskać zwolnienie z przeprowadzania pomiarów, a także niedostosowanie do wykonywania pomiarów zgodnie z zasadami dozymetrii indywidualnej określonymi w normie PN-Z-04008-7:2002. W 2012 r. została opracowana znowelizowana metoda oznaczania innego związku fosforu trichloru fosforu (wg PN-91/Z-04073/03).

CZEŚĆ DOŚWIADCZALNA

Przeprowadzono badania w celu znowelizowania metody podanej w normie PN-91/Z-04073/04. Zgodnie z tą normą powietrze zanieczyszczone pentachlorkiem fosforu przepuszcza się przez płuczkę bełkotkową zawierającą wodę, w której substancja hydrolizuje do kwasu fosforowego(V).

Oznaczanie polega na wytworzeniu kompleksu błękitu fosforomolibdenowego w wyniku działania na roztwór z płuczki molibdenianem amonu oraz kwasem askorbinowym. Otrzymane zabarwienie roztworu jest podstawą oznaczania spektrofotometrycznego. Technika analityczna, którą zastosowano do oznaczania pentachloru fosforu (spektrofotometria absorpcyjna w świetle widzialnym), pozostała taka sama jak w normie podlegającej nowelizacji.

Przeprowadzone badania obejmowały, w szczególności, walidację metody oznaczania pentachloru fosforu w roztworze pochłaniającym (woda destylowana) z zastosowaniem spektrofotometrii absorpcyjnej, przy długości fali 825 nm – podobnie jak w normie PN-91/Z-04073/04, w przyjętym zakresie stężeń.

Przyjęto taki sam sposób pochłaniania substancji (z zastosowaniem płuczki bełkotkowej ze szkłem spiekany zawierającej wodę) jak w normie podlegającej nowelizacji.

Stosowana aparatura i sprzęt

W badaniach stosowano angielski spektrofotometr Helios β firmy Thermo Spectronic wyposa-

żony w kuwety o grubości warstwy absorbującej 10 mm.

Destylację wody do analizy przeprowadzano za pomocą polskiej destylarki firmy ZALiMP DE-5.

Do sporządzania roztworów używano polskich pipet automatycznych firmy PZHTL S.A. oraz pipet szklanych.

Odczynniki, roztwory

W badaniach stosowano wyłącznie odczynniki o stopniu czystości cz.d.a. oraz wodę destylowaną. Podczas badań stosowano następujące odczynniki i roztwory:

- fosforan jednopotasowy (KH_2PO_4)
- kwas askorbinowy, roztwór o stężeniu 0,01 g/ml
- molibdenian amonu $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, roztwór – 1 g substancji rozpuszczonej w mieszaninie 10 ml wody i następnie 50 ml roztworu kwasu siarkowego (1: 4)
- pentachlorek fosforu, roztwór wzorcowy podstawowy przygotowany przez rozpuszczenie 0,1389 g fosforanu jednopotasowego w 100 ml wody; 1 ml tak przygotowanego roztworu odpowiada 1 mg kwasu fosforowego(V), co jest równoważne 2,125 mg pentachloru fosforu
- pentachlorek fosforu, roztwór wzorcowy roboczy uzyskany przez 100-krotne rozcieńczenie roztworu wzorcowego podstawowego. Równoważna zawartość pentachloru fosforu w tym roztworze wynosi 0,0212 mg.

Krzywa wzorcowca i precyzja

Skalę wzorców przygotowuje się w następujący sposób. Do pięciu kalibrowanych probówek pomiarowych odmierza się kolejno w mililitrach: 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; i 2,0 roztworu wzorcowego roboczego pentachloru fosforu, co odpowiada zawartości: 0,001; 0,002; 0,005; 0,010; 0,020 mg kwasu fosforowego(V). Zawartość każdej probówki należy uzupełnić wodą do 5 ml i dodać po 1,0 ml roztworu molibdenianu amonu oraz po 0,5 ml roztworu kwasu askorbinowego i dokładnie wymieszać. W szóstej probówce przygotowuje się roztwór kontrolny zawierający wszystkie odczynniki oprócz roztworu wzorcowego pentachloru fosforu. Probówki umieszcza się we wrzącej łaźni wodnej, na około 10 min. Po wyjęciu probówek z łaźni wodnej pozostawia się je do ostygnięcia. Wykonuje się pomiar absorbancji kolejnych roztworów wzorcowych przy długości fali 825 nm, stosując jako odnośnik roztwór kontrolny. Krzywą wzorcową sporządza się, odkładając na osi odciętych zawartości kwasu fosforowego(V) w poszczególnych roztworach wzorcowych, a na osi rzędnych – odpowiadające im wartości absorbancji.

Sporządzono trzy niezależne krzywe wzorcowe. Wyniki pomiarów przedstawiono w tabeli 1. Krzywa wzorcowca ma charakter liniowy. Średni współczynnik korelacji charakteryzujący liniowość krzywej wzorcowej wynosi: 0,9997.

Tabela 1.

Wyniki pomiarów absorbancji dla roztworów wzorcowych kwasu fosforowego(V) – krzywe wzorcowe

Numer wzorca	Skala wzorców nr 1		Skala wzorców nr 2		Skala wzorców nr 3	
	zawartość kwasu fosforowego(V), mg	absorbancja	zawartość kwasu fosforowego(V), mg	absorbancja	zawartość kwasu fosforowego(V), mg	absorbancja
1	0,001	0,0445	0,001	0,0469	0,001	0,0458
2	0,002	0,0853	0,002	0,0874	0,002	0,0844
3	0,005	0,2011	0,005	0,2114	0,005	0,2083
4	0,010	0,4028	0,010	0,4111	0,010	0,4075
5	0,020	0,7937	0,020	0,8000	0,020	0,7980
Współczynniki korelacji						
0,9998		0,9996		0,9998		

W celu sprawdzenia powtarzalności oznaczeń kalibracyjnych przygotowano po sześć próbek dla trzech zawartości kwasu fosforowego(V) w roztworze próbki: 0,001; 0,005 i 0,020 mg i zmierzono

absorbancję każdej z nich. Jako odnośnik zastosowano roztwór próbki kontrolnej przygotowany jednocześnie z próbkami badanymi. Zawartość kwasu fosforowego(V) w roztworach wyznacza-

no z krzywej wzorcowej. Wyniki badań przedstawiono w tabeli 2. Współczynniki zmienności

CV (wyrażone w procentach) wynoszą odpowiednio: 6,32; 3,25 i 3,61%.

Tabela 2.

Ocena precyzji oznaczeń kalibracyjnych kwasu fosforowego(V) i granicy oznaczania ilościowego

Zawartość kwasu fosforowego(V) w roztworze wzorcowym, mg					
0,0003	0,0005	0,0007	0,001	0,005	0,020
Odczytane stężenie, mg					
0,0002	0,0005	0,0007	0,0010	0,0052	0,0198
0,0002	0,0005	0,0007	0,0011	0,0050	0,0205
0,0004	0,0004	0,0008	0,0009	0,0052	0,0195
0,0003	0,0005	0,0007	0,0010	0,0049	0,0210
0,0003	0,0005	0,0007	0,0010	0,0048	0,0203
0,0003	0,0005	0,0007	0,0010	0,0051	0,0190
Współczynnik zmienności CV , %					
26,92	8,54	5,69	6,32	3,25	3,61

Zakres pomiarowy dla równoważnej zawartości kwasu fosforowego(V) w próbce od 0,001 do 0,020 mg odpowiada zakresowi stężeń pentachloru fosforu w powietrzu od około 0,07 do około 1,4 mg/m³ dla objętości powietrza 80 l.

Wyznaczanie granicy oznaczania ilościowego

Przeprowadzono badania dla roztworów o zawartości kwasu fosforowego(V), mniejszej od zawartości substancji w pierwszym roztworze wzorcowym: 0,0007; 0,0005 i 0,0003 mg. Wyniki tych pomiarów przedstawiono w tabeli 2. Za granicę oznaczania ilościowego przyjęto zawartość 0,0005 mg kwasu fosforowego(V). Absorbancja wykazuje stosunkowo dobrą powtarzalność – współczynnik zmienności CV wynosi 8,54%.

Wpływ substancji towarzyszących

Reakcja będąca podstawą oznaczania (wytworzenie błękitu fosforomolibdenowego) umożliwia oznaczanie różnych związków fosforu w środowisku pracy i nie różnicuje ich względem siebie. Zaproponowanej metody nie należy więc stosować do oznaczania pentachloru fosforu w obecności innych związków fosforu. Metoda molibdenianowa jest też m.in. nieselektywna w obecności związków: arsenu(V), żelaza czy związków krzemu, ale nie stanowi to ograniczenia w jej stosowaniu, ponieważ

substancje te nie występują razem z pentachlorkiem fosforu na stanowiskach pracy.

Inne związki fosforu podane w wykazie najwyższych dopuszczalnych stężeń i natężeń czynników szkodliwych dla zdrowia w środowisku pracy, jak: trichlorek fosforu, kwas fosforowy(V), pentatlenek fosforu, mają inne wartości NDS i NDSCh – odpowiednio 1 i 2 mg/m³. Ponieważ wartości te są jednakowe, to w ich przypadku nie ma znaczenia czy w badanym powietrzu związki fosforu są obecne pojedynczo, czy łącznie i w jakich konfiguracjach. Natomiast w przypadku oznaczania pentachloru fosforu ocenę narażenia zawodowego przeprowadza się względem mniejszych wartości normatywów higienicznych. Interpretując wyniki, należy się więc liczyć z ewentualnym ich zawyżeniem, co tylko w pewnych sytuacjach może mieć praktyczne znaczenie.

Trwałość barwy

Barwa kompleksu fosforomolibdenowego jest stosunkowo trwała. Sprawdzone, że trwałość niebieskiej barwy roztworów wzorcowych wynosi 24 h. Po tym czasie intensywność barwy się zmniejsza. Można jednak, co jest wygodne, krzywą wzorcową sporządzić nieco wcześniej, niż pobiera się próbki powietrza i przeprowadza oznaczanie substancji w roztworze z płuczki. Pobrane próbki powietrza można przechowywać, szczelnie zamknięte, w chłodziarce do 48 h.

PODSUMOWANIE

Technika analityczna, którą zastosowano do oznaczania pentachloru fosforu, pozostała taka sama jak w metodzie zawartej w normie, która podlegała nowelizacji. Znowelizowana metoda umożliwia oznaczanie substancji od około 0,07 mg/m³, co stanowi około 1/10 wartości NDS.

Metoda ta jest dostosowana do wykonywania pomiarów stężeń pentachloru fosforu na stanowiskach pracy również zgodnie z zasadami dozimetrii indywidualnej, co umożliwia przepro-

wadzenie najbardziej obiektywnej oceny narażenia zawodowego.

Wprowadzenie w punkcie dotyczącym pobierania próbek powietrza dowolności w wyborze objętości pobieranego powietrza – przez zapis „do”, umożliwia oznaczanie danej substancji w dużym zakresie stężeń.

W Załączniku zamieszczono procedurę analityczną dotyczącą oznaczania pentachloru fosforu w powietrzu.

PIŚMIENNICTWO

Gawęda E. (2012) Trichlorek fosforu – metoda oznaczania. PiMOŚP 1(71), 135.

Gawęda E. (2012) Znowelizowane metody oznaczania substancji chemicznych. Bezpieczeństwo Pracy 2012, nr 11, 30.

PN-91/Z-04073.04: Ochrona czystości powietrza Badania zawartości fosforu i jego związków. Oznaczanie pięciochloru fosforu na stanowiskach pracy metodą spektrofotometryczną.

PN-Z-04008-7:2002: Ochrona czystości powietrza. Pobieranie próbek. Zasady pobierania próbek powietrza na stanowiskach pracy i interpretacji wyników.

Rozporządzenie ministra pracy i polityki społecznej z dnia 29 listopada 2002 r. w sprawie najwyższych dopuszczalnych stężeń i natężeń czynników szkodliwych dla zdrowia w środowisku pracy. DzU nr 217, poz. 1833; ze zm.

Rozporządzenie ministra zdrowia z dnia 2 lutego 2011 r. w sprawie badań i pomiarów czynników szkodliwych dla zdrowia w środowisku pracy. DzU nr 33, poz. 166.

PROCEDURA ANALITYCZNA OZNACZANIA PENTCHLORKU FOSFORU W POWIETRZU NA STANOWISKACH PRACY

1. Zakres stosowania

Metodę podaną w procedurze stosuje się do oznaczania pentchlorku fosforu w powietrzu na stanowiskach pracy z zastosowaniem spektrofotometrii absorpcyjnej w widzialnym zakresie światła, podczas przeprowadzania kontroli warunków sanitarnohigienicznych.

Metody nie należy stosować w obecności innych związków fosforu rozpuszczalnych w wodzie, jak również arsenu(V) i jego związków.

Najmniejsze stężenie substancji, jakie można oznaczyć w warunkach pobierania próbek powietrza i wykonania oznaczania opisanych w niniejszej procedurze, wynosi około $0,07 \text{ mg/m}^3$.

2. Normy powołane

PN-69/C-13048: Szklany sprzęt laboratoryjny. Płuczki bełkotkowe ze szkłem spiekany.

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

3. Zasada metody

Oznaczanie polega na pochłonięciu pentchlorku fosforu zawartego w badanym powietrzu w wodzie. W wodzie następuje hydroliza pentchlorku fosforu do kwasu fosforowego(V), następnie wytworzenie kompleksu błękitu fosforomolibdenowego przez działanie molibdenianem amonu oraz kwasem askorbinowym. Otrzymane w wyniku reakcji niebieskie zabarwienie roztworu jest podstawą oznaczania spektrofotometrycznego.

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 destylowaną, zwaną w dalszej treści wodą.

4.2. Dokładność ważenia

Substancje stosowane w analizie należy odważać z dokładnością do $0,0002 \text{ g}$.

4.3. Postępowanie z substancjami chemicznymi

Wszystkie czynności z substancjami chemicznymi należy wykonywać w odzieży ochronnej i pod sprawą działającym wyciągiem laboratoryjnym.

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

5. Odczynniki, roztwory i materiały

5.1. Kwas askorbinowy

Stosować roztwór kwasu askorbinowego o stężeniu $0,01 \text{ g/ml}$ (1-procentowy).

5.2. Molibdenian amonu

Stosować roztwór molibdenianu amonu $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ przygotowany w następujący sposób: rozpuścić 1 g substancji w 10 ml wody i dodać 50 ml roztworu kwasu siarkowego, w proporcjach objętościowych 1: 4.

5.3. Roztwór wzorcowy podstawowy kwasu fosforowego(V)

Do kolby pomiarowej o pojemności 100 ml odważyć $0,1389 \text{ g}$ fosforanu jednopotasowego (KH_2PO_4), następnie uzupełnić wodą zawartość kolby do kreski. Po rozpuszczeniu się substancji zawartość kolby dokładnie wymieszać. Otrzymany roztwór odpowiada 1 mg kwasu fosforowego(V), co jest równoważne $2,125 \text{ mg}$ pentchlorku fosforu w 1 ml . Trwałość roztworu wynosi dwa tygodnie.

5.4. Roztwór wzorcowy roboczy kwasu fosforowego(V)

Do kolby pomiarowej o pojemności 100 ml odmierzyć 1 ml roztworu wzorcowego podstawowego wg punktu 5.3., zawartość kolby uzupełnić do kreski wodą i wymieszać; 1 ml roztworu odpowiada $0,01 \text{ mg}$ kwasu fosforowego(V), co jest równoważne $0,0212 \text{ mg}$ pentchlorku fosforu. Trwałość roztworu wynosi trzy dni.

6. Przyrządy pomiarowe i sprzęt pomocniczy

6.1. Płuczki

Stosować małe płuczki bełkotkowe ze szkłem spiekany zgodnie z normą PN-69/C-13048.

6.2. Pompa ssąca

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

6.3. Spektrofotometr

Stosować spektrofotometr do pomiarów absorpcji w zakresie światła widzialnego, wyposażony w kuwety o grubości warstwy absorbującej 10 mm.

7. Pobieranie próbek powietrza

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

W miejscu pobierania próbki przez płuczkę wg punktu 6.1. zawierającą 10 ml wody przepuścić do 80 l powietrza, ze strumieniem objętości do 40 l/h. Pobrane próbki przechowywane w chłodziarce zachowują trwałość do 48 h.

8. Przygotowanie skali wzorców i sporządzanie krzywej wzorcowej

Do pięciu kalibrowanych probówek pomiarowych odmierzyć kolejno w mililitrach: 0,1; 0,2; 0,5; 1,0 i 2,0 roztworu wzorcowego roboczego wg punktu 5.4., co odpowiada zawartości w miligramach: 0,001; 0,002; 0,005; 0,010 i 0,020 kwasu fosforowego(V). Zawartość każdej probówki dopełnić wodą do 5 ml. Następnie dodać do probówek po 1 ml roztworu molibdenianu amonu wg punktu 5.2. i po 0,5 ml roztworu kwasu askorbinowego wg punktu 5.1. W szóstej probówce przygotować roztwór kontrolny zawierający wszystkie odczynniki, oprócz roztworu wzorcowego oznaczanej substancji. Zawartość każdej probówki dokładnie wymieszać i umieścić probówki we wrzącej łaźni wodnej na około 10 min.

Zmierzyć absorbancję kolejnych roztworów wzorcowych przy długości fali 825 nm, stosując jako odnośnik roztwór kontrolny. Roztwory wzorcowe nie zmieniają barwy przez 24 h.

Pomiar absorbancji dla każdego stężenia wykonać dwukrotnie, przygotowując nową skalę wzorców. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dla każdego stężenia. Sporządzić krzywą wzorcową, odkładając na osi odciętych zawartości kwasu fosforowego(V) w poszczególnych roztworach wzorcowych, a na osi rzędnych – odpowiadające im wartości absorbancji.

9. Wykonanie oznaczania

Do probówki odmierzyć 4 ml roztworu z płuczki, uzupełnić wodą do 5 ml, dodać 1 ml roztworu molibdenianu amonu wg punktu 5.2. i 0,5 ml roztworu kwasu askorbinowego wg punktu 5.1., wymieszać i wstawić probówkę do wrzącej łaźni wodnej na 10 min.

Wykonać pomiar absorbancji w taki sam sposób jak podano w punkcie 8. i odczytać zawartość kwasu fosforowego(V) z krzywej wzorcowej.

W przypadku przekroczenia zakresu krzywej wzorcowej oznaczanie należy powtórzyć, pobierając odpowiednio mniejszą objętość roztworu z płuczki.

10. Obliczanie wyniku oznaczania

Stężenie pentachlorku fosforu (X) w badanym powietrzu obliczyć w miligramach na metr sześcienny na podstawie wzoru:

$$X = \frac{10 \cdot m \cdot 1000}{V \cdot V_1} \cdot 2,12,$$

w którym:

m – zawartość kwasu fosforowego(V) w objętości roztworu płuczki pobranej do oznaczania odczytana z krzywej wzorcowej, w miligramach,

V – objętość powietrza przepuszczonego przez płuczkę, w litrach,

V_1 – objętość roztworu z płuczki pobrana do oznaczania, w mililitrach,

10 – całkowita objętość roztworu w płuczce, w mililitrach,

2,12 – współczynnik przeliczeniowy kwasu fosforowego(V) na pentachlorek fosforu.

DANE WALIDACYJNE

Na podstawie wyników przeprowadzonych badań uzyskano następujące dane walidacyjne:

- zakres oznaczania kwasu fosforowego w roztworze próbki 0,001 ÷ 0,020 mg
- granica oznaczania ilościowego 0,0005 mg

- współczynnik korelacji charakteryzujący liniowość krzywej wzorcowej 0,9997
- całkowita precyzja metody 6,79%
- niepewność całkowita metody 13,58%.