

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

Jod

– metoda oznaczania

Numer CAS: 7553-56-2

Słowa kluczowe: jod, metoda oznaczania, spektrofotometria absorpcyjna w świetle widzialnym, powietrze na stanowiskach pracy.

Key words: iodine, determination method, absorption spectrophotometry in visible region, workplace air.

Metodę stosuje się do oznaczania jodu w powietrzu na stanowiskach pracy.

Metoda polega na pochłonięciu jodu zawartego w badanym powietrzu w roztworze jodku potasu z dodatkiem etanolu, wytworzeniu barwnego kompleksu jodu ze skrobią i pomiarze absorbancji przy długości fali 590 nm.

Oznaczalność metody wynosi 0,05 mg/m³.

UWAGI WSTĘPNE

Jod jest szarofioletową substancją stałą o ostrym, charakterystycznym zapachu. Zarówno pary jodu, jak i jego roztwory mają barwę fioletową. Jod otrzymuje się z jodanów zawartych w ługach pokrystalicznych powstających przy produkcji saletry chilijskiej lub przez działanie chloru na jodki.

Jod stosuje się m.in.: w przemyśle spożywczym do jodowania soli, w przemyśle fotograficznym i w poligrafii do produkcji barwników, w przemyśle farmaceutycznym, a także w produkcji środków dezynfekcyjnych. Narażenie zawodowe na jod może też występować przy produkcji i stosowaniu związków zawierających jod.

Jod wchłania się do organizmu przez układ oddechowy oraz przez układ pokarmowy i skórę. Mechanizm działania toksycznego jodu jest związany z jego działaniem silnie żrącym. Podstawowym objawem toksyczności substancji w mniejszych stężeniach jest działanie drażniące na błony śluzowe.

Międzyresortowa Komisja do spraw Najwyższych Dopuszczalnych Stężeń i Natężeń Czynników Szkodliwych dla Zdrowia w Środowisku Pracy przyjęła dla jodu

nowe wartości normatywów higienicznych – NDS równe $0,5 \text{ mg/m}^3$ oraz NDSCh – równe $1,5 \text{ mg/m}^3$.

Przedstawiona metoda stanowi nowelizację metody podanej w polskiej normie PN-88/Z-04185/02.

PROCEDURA ANALITYCZNA

1. Zakres stosowania

Metodę stosuje się do oznaczania jodu w powietrzu na stanowiskach pracy z zastosowaniem spektrometrii absorpcyjnej w widzialnym zakresie światła, podczas przeprowadzania kontroli warunków sanitarnohigienicznych.

Najmniejsze stężenie substancji, jakie można oznaczyć w warunkach pobierania próbek powietrza i wykonania oznaczania opisanych w procedurze, wynosi około $0,05 \text{ mg/m}^3$.

2. Normy powołane

PN-69/ZC-13046 Szklany sprzęt laboratoryjny. Płuczki bełkotkowe typu Poleżajewa zmodyfikowane.

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 pochłonięciu jodu zawartego w badanym powietrzu w roztworze jodku potasu z dodatkiem etanolu, wytworzeniu barwnego kompleksu jodu ze skrobią i pomiarze absorbancji przy długości fali 590 nm.

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 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. Etanol

Stosować etanol 95-procentowy.

5.2. Gliceryna

Stosować glicerynę wg punktu 4.1.

5.3. Jodek potasu

Stosować jodek potasu (KI) wg punktu 4.1.

5.4. Skrobia

Stosować roztwór skrobi przygotowany w następujący sposób: odważyć 1 g skrobi i zmieszać z 3 ml wody. Otrzymaną zawiesinę dodawać stopniowo, mieszając cały czas, do zlewki zawierającej 50 ml wody. Następnie dodać 50 ml gliceryny, ogrzać do wrzenia na płycie grzejnej i utrzymywać przez 5 min roztwór w stanie lekkiego wrzenia. Tak przygotowany roztwór jest trwały przez 3 tygodnie.

5.5. Roztwór pochłaniający

Stosować 0,5-procentowy (m/V) roztwór jodku potasu w roztworze wody i etanolu 3:1 (V/V), przygotowany w następujący sposób: w zlewce rozpuścić 5 g jodku potasu wg punktu 5.3., w 50 ml mieszaniny 3:1 wody i etanolu wg punktu 5.1., przenieść ilościowo za pomocą tego roztworu do kolby pomiarowej o pojemności 1000 ml i uzupełnić tym roztworem, do kreski. Tak przygotowany roztwór należy przechowywać w szczelnie zamkniętej kolbie z ciemnego szkła, w chłodziarce. Trwałość roztworu wynosi 2 tygodnie.

5.6. Roztwór wzorcowy jodu

Do kolby pomiarowej o pojemności 100 ml odważyć 10 mg jodu, rozpuścić w małej ilości roztworu pochłaniającego wg punktu 5.5., następnie uzupełnić zawartość kolby do kreski tym samym roztworem i wymieszać. Otrzymany roztwór zawiera 0,1 mg jodu w 1 ml. Tak przygotowany roztwór należy przechowywać w szczelnie zamkniętej kolbie z ciemnego szkła, w chłodziarce. Trwałość roztworu wynosi 2 tygodnie.

6. Przyrządy pomiarowe i sprzęt pomocniczy

6.1. Płuczki

Stosować płuczki typu Poleżajewa wg normy PN-69/C-13046.

6.2. Pompa ssąca

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

6.2. 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 2 połączone szeregowo płuczki wg punktu 6.1., zawierające po 5 ml roztworu pochłaniającego wg punktu 5.5., przepuścić do 180 l powietrza, ze strumieniem objętości do 0,5 l/min. Płuczki na czas pobierania próbki po-

wietrza należy umieścić w pojemniku, np. ze styropianu, wypełnionym pokruszonym lodem. Pobrane próbki przechowywane w chłodziarce zachowują trwałość do 3 dni.

8. Przygotowanie skali wzorców i sporządzanie krzywej wzorcowej

Do sześciu kolb pomiarowych o pojemności 10 ml odmierzyć kolejno: 0,04; 0,08; 0,2; 0,4 i 0,8 ml roztworu wzorcowego jodu wg punktu 5.6., dodać po 0,5 ml roztworu skrobi wg punktu 5.4. i dopełnić do kreski roztworem pochłaniającym wg punktu 5.5. Zawartości jodu w tak przygotowanych roztworach wzorcowych (skala wzorców) wynoszą odpowiednio: 0,004; 0,008; 0,02; 0,04 i 0,08 ml. W szóstej kolbie przygotować jednocześnie roztwór ślepej próby: odmierzyć 0,5 ml roztworu skrobi wg punktu 5.4. i uzupełnić do kreski roztworem pochłaniającym wg punktu 5.5. Zawartość każdej kolby dokładnie wymieszać. Zmierzyć absorbancję kolejnych roztworów wzorcowych przy długości fali światła 590 nm, stosując jako odnośnik roztwór ślepej próby. Krzywą wzorcową sporządzić, odkładając na osi rzędnych zawartości jodu w poszczególnych roztworach wzorcowych, a na osi odciętych – odpowiadające im wartości absorbancji. Krzywą wzorcową należy sporządzać bezpośrednio przed wykonaniem oznaczania zawartości jodu w roztworach badanych próbek. Najlepiej jest sporządzać skalę wzorców i roztwór ślepej próby jednocześnie z roztworami badanych próbek i kolejno mierzyć ich absorbancję.

9. Wykonanie oznaczania

Roztwory z płuczek, do których pobrano próbkę powietrza, połączyć w zlewce. Do kolby pomiarowej o pojemności 10 ml odmierzyć 5 ml tego roztworu. Następnie do kolby dodać 0,5 ml roztworu skrobi wg punktu 5.4., wymieszać, uzupełnić do kreski roztworem pochłaniającym wg punktu 5.5. i ponownie wymieszać. Wykonać pomiar absorbancji badanego roztworu w takich samych warunkach jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej wg punktu 8. Jako odnośnik stosować jednocześnie z roztworem badanej próbki przygotowany wg punktu 9. roztwór ślepej próby. Z krzywej wzorcowej odczytać zawartość jodu w próbce. W przypadku uzyskania absorbancji przekraczającej zakres krzywej wzorcowej, należy oznaczenie wykonać ponownie, biorąc do analizy odpowiednio mniejszą objętość roztworu próbki.

10. Obliczanie wyniku oznaczania

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

$$X = \frac{2 \cdot m \cdot k}{V} \cdot 1000,$$

w którym:

- m – masa jodu w badanym roztworze, w miligramach
- V – objętość powietrza przepuszczonego przez filtr, w litrach
- k – krotność rozcieńczenia.

INFORMACJE DODATKOWE

Badania przeprowadzono z zastosowaniem spektrofotometru Helios β firmy Thermo Spectronic (Anglia), wyposażonego w kuwety o grubości warstwy absorbującej 10 mm.

Na podstawie wyników przeprowadzonych badań uzyskano następujące dane walidacyjne:

– zakres oznaczania jodu w roztworze	0,004 ÷ 0,080 mg
– granica oznaczania ilościowego	0,004 mg jodu w próbce 10 ml
– całkowita precyzja metody	6,79%
– niepewność całkowita metody	13,58%.

EWA GAWĘDA

Iodine – determination method

A b s t r a c t

The method is based on the stopping of iodine in a mixture of potassium iodine solution and ethanol, creation of a colour complex of iodine and starch, and determination with spectrophotometry in a visible region.

The determination limit of the method is 0.05 mg/m³.