

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

Tlenek magnezu

– metoda oznaczania

Słowa kluczowe: tlenek magnezu, metoda oznaczania, absorpcyjna spektrofotometria atomowa, powietrze na stanowiskach pracy.

Keywords: magnesium oxide, determination method, atomic absorption spectrometry, workplace air.

Metodę stosuje się do oznaczania tlenku magnezu, jak również magnezu metalicznego oraz innych związków magnezu w przeliczeniu na tlenek magnezu (MgO) w powietrzu na stanowiskach pracy.

Metoda polega na przepuszczeniu badanego powietrza przez filtr membranowy, mineralizacji próbki na gorąco z zastosowaniem stężonego kwasu azotowego i sporządzeniu roztworu do analizy w rozcieńczonym kwasie azotowym. Tlenek magnezu oznacza się w tym roztworze metodą płomieniową absorpcyjnej spektrometrii atomowej jako magnez.

Oznaczalność metody wynosi 0,46 mg/m³ (dla objętości powietrza 360 l i krotności rozcieńczenia 40).

UWAGI WSTĘPNE

Tlenek magnezu (MgO, magnezja palona) jest niepalną, białą, krystaliczną substancją stałą otrzymywaną przez spalanie magnezu lub prażenie magnezytu (węglan magnezu) albo dolomitu. Tlenek magnezu jest stosowany do wyrobu: cementów, odlewów, naczyń ognioodpornych i tygli, a w medycynie jest stosowany jako lek na nadkwasotę i zatrucia, natomiast w fotografii służy do zobojętniania emulsji fotograficznej. Proszek błyskowy, w którego skład wchodzi, potocznie jest nazywany magnezją.

Tlenek magnezu wykazuje słabe działanie drażniące. Dymy substancji powstające w procesie termicznym po paru godzinach narażenia mogą wywołać: zaczerwienienie spojówek, katar, kaszel, gorączkę, zlewne poty, dreszcze i duszność. Objawy te ustępują samoistnie w ciągu 1–2 dni. Skażenie oczu pyłem może wywołać łzawienie oczu i zaczerwienienie spojówek. Powtarzające się

narażenie na pyły o stężeniach znacznie przekraczających wartości dopuszczalne może wywołać przewlekłe zapalenie spojówek i katar nosa.

Obowiązująca w Polsce wartość NDS dymów tlenku magnezu wynosi 5 mg/m^3 , a pyłów substancji – 10 mg/m^3 .

Przedstawiona metoda oznaczania tlenku magnezu stanowi nowelizację metody podanej w normie PN-89/Z-04206/02.

PROCEDURA ANALITYCZNA

1. Zakres metody

Metodę podaną w niniejszej procedurze stosuje się do oznaczania tlenku magnezu (MgO), jak również magnezu metalicznego i innych związków magnezu w przeliczeniu na tlenek magnezu, w powietrzu na stanowiskach pracy z zastosowaniem absorpcyjnej spektrometrii atomowej, podczas przeprowadzania kontroli warunków sanitarnohigienicznych.

Najmniejsze stężenie tlenku magnezu, jakie można oznaczyć w warunkach pobierania próbek powietrza i wykonania oznaczania opisanych w niniejszej procedurze, wynosi $0,46 \text{ mg/m}^3$ (dla objętości powietrza 720 l i krotności rozcieńczenia 40).

2. Normy powołane

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 w rozcieńczonym kwasie azotowym. Tlenek magnezu oznacza się w tym roztworze jako magnez 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 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 wodą dwukrotnie destylowaną.

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 sprawnie działającym wyciągiem laboratoryjnym.

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

5. Odczynniki, roztwory i materiały

5.1. Acetylen rozpuszczony

Acetylen klasy czystości A zgodnie z wymaganiami zawartymi w normie PN-C-84905:1998.

5.2. Kwas azotowy

Stosować kwas azotowy stężony 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. Kwas azotowy, roztwór II

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

5.5. Roztwór chlorku lantanu

Stosować roztwór chlorku lantanu przygotowany w następujący sposób: 10,7 g $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ rozpuścić w 90 ml wody. Roztwór zawiera lantan o stężeniu około 4%. Roztwór jest trwały 6 miesięcy.

5.6. Roztwór wzorcowy podstawowy magnezu

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

5.7. Roztwór wzorcowy pośredni magnezu

Do kolby pomiarowej o pojemności 100 ml odmierzyć 1 ml roztworu wzorcowego podstawowego według punktu 5.6., uzupełnić do kreski roztworem kwasu azotowego według punktu 5.4. i dokładnie wymieszać. Stężenie magnezu w tak przygotowanym roztworze wynosi 10 $\mu\text{g/ml}$.

Trwałość roztworu wynosi 30 dni.

5.8. Roztwory wzorcowe robocze magnezu

Stosować roztwory magnezu o stężeniach: 0,1; 0,2; 0,5; 1 i 1,5 $\mu\text{g/ml}$. Do pięciu kolb pomiarowych o pojemności 50 ml odmierzyć w mililitrach następujące objętości roztworu wzorcowego pośredniego według punktu 5.6. : 0,5; 1; 5; 10 i 15 ml. Dodać po 5 ml roztworu chlorku lantanu według punktu 5.5., uzupełnić do kreski roztworem kwasu azotowego według punktu 5.4. i wymieszać. Roztwory wzorcowe robocze należy przygotowywać w dniu wykonywania analizy.

5.9. Filtry membranowe

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

6. Przyrządy pomiarowe i sprzęt pomocniczy

6.1. Pompa ssąca

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

6.2. Spektrofotometr

Stosować spektrofotometr do absorpcji atomowej przystosowany do pracy z płomieniem powietrze-acetylen i wyposażony w lampę z katodą wnątkową do oznaczania magnezu.

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

- długość fali 285,2 nm
- płomień powietrze-acetylen redukujący.

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

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

W miejscu pobierania próbki przez filtr, według punktu 5.9. umieszczony w oprawce, należy przepuścić do 720 l powietrza ze strumieniem objętości do 2 l/min (dozymetria indywidualna) lub do 20 l/min (pomiar stacjonarny).

Filtry z pobranymi próbkami można przechowywać w chłodziarce przez 2 tygodnie.

8. Sporządzanie krzywej wzorcowej

Wykonać trzykrotny pomiar absorbancji roztworów wzorcowych roboczych magnezu według punktu 5.8., przyjmując ustalone według punktu 6.2. warunki pracy spektrofotometru. Do zerowania spektrofotometru używać roztworu kwasu azotowego według punktu 5.4.

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

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

9. Wykonanie oznaczania

Filtr, na który pobrano próbkę powietrza, należy umieścić w zlewce o pojemności 50 ml, dodać 3 ml kwasu azotowego według punktu 5.2. i ogrzewać na płycie grzejnej w temperaturze około 140 °C do rozpuszczenia filtra i dalej ogrzewać do odparowania kwasu prawie do sucha. Dodać do zlewki 2 ml kwasu azotowego według punktu 5.2. i ogrzewać do odparowania kwasu. Następnie dodać do zlewki 4 ml kwasu azotowego według punktu 5.3. i pozostawić na około 30 min. Zawartość zlewki przenieść ilościowo 2 ÷ 3 porcjami kwasu azotowego według punktu 5.4. do kolby o pojemności 50 ml i uzupełnić do kreski kwasem azotowym według punktu 5.4. Aby uzyskać roztwór do badania, należy odmierzyć 1,25 ml tego roztworu do kolby pomiarowej o pojemności 50 ml, następnie dodać 5 ml roztworu chlorku lantanu według punktu 5.5., uzupełnić do kreski roztworem kwasu azotowego według punktu 5.4. i wymieszać. Krotność rozcieńczenia wynosi w takim przypadku 40.

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

U w a g a:

Jeżeli zachodzi potrzeba oznaczania tlenu magnezu obecnego w badanym powietrzu o większych stężeniach należy zwiększyć krotność rozcieńczania.

Wykonać pomiar absorbancji roztworu do badania i roztworu kontrolnego, zachowując takie same warunki pomiarowe jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej. Do zerowania spektrofotometru używać roztworu kwasu azotowego według punktu 5.4. Stężenie magnezu w roztworze do badania i roztworze do ślepej próby odczytać z krzywej wzorcowej według punktu 8.

Dopuszcza się, zgodnie z instrukcją do aparatu, korzystanie z automatycznego wzorcowania spektrofotometru. Bezpośrednio przed przeprowadzeniem oznaczania magnezu w roztworze do badania i roztworze do ślepej próby dokonać wzorcowania spektrofotometru, używając pięciu roztworów wzorcowych o stężeniach pierwiastka według punktu 5.8., stosując trzykrotny pomiar absorbancji. Do zerowania spektrofotometru używać roztworu kwasu azotowego według punktu 5.4. Stężenie magnezu w roztworze badanej próbki i roztworze do ślepej próby jest podawane automatycznie.

10. Obliczanie wyniku oznaczania

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

$$X = \frac{(c - c_0) \cdot V_1 \cdot k}{V} \cdot 1,658,$$

w którym:

- c – stężenie magnezu w roztworze do badania, w mikrogramach na mililitr,
- c_0 – stężenie magnezu 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,
- 1,658 – współczynnik przeliczeniowy z magnezu na tlenek magnezu,
- 40 – krotność rozcieńczenia roztworu po mineralizacji.

INFORMACJE DODATKOWE

Badania przeprowadzono, stosując spektrofotometr AA firmy Thermo Electron Corporation SOLAAR M przystosowany do pracy z płomieniem powietrze-acetylen i wyposażony w lampę z katodą wnątkową do oznaczania magnezu.

Na podstawie wyników przeprowadzonych badań uzyskano następujące dane walidacyjne:

- granica oznaczanie ilościowego 0,06 µg/ml

– współczynnik korelacji	1,0000
– precyzja całkowita metody	6,6%
– niepewność całkowita metody	16,5%.

EWA GAWĘDA

Magnesium oxide - determination method

A b s t r a c t

This method is based on stopping magnesium oxide on a membrane filter, mineralizing the sample with concentrated nitric acid and preparing the solution for analysis. Magnesium oxide in the solution is determined with flame atomic absorption spectrophotometry, as magnesium.

The determination limit of this method is 0.46 mg/m³.