

Itr i jego związki

Metoda oznaczania w powietrzu na stanowiskach pracy¹

Yttrium and its compounds

Determination in workplace air

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

Numer CAS 7440-65-5

Słowa kluczowe: itr, związki itru, absorpcyjna spektrometria atomowa, narażenie zawodowe.

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

Streszczenie

Itr jest miękkim i kowalnym metalem. Itr w przemyśle jest stosowany jako składnik stopów, w elektronice – do produkcji lamp i półprzewodników, w technologii nuklearnej – do konstrukcji reaktorów oraz do produkcji: materiałów ceramicznych, laserów i refraktorów.

Itr radioaktywny jest stosowany w medycynie.

Wartość najwyższego dopuszczalnego stężenia (NDS) dla itru i jego związków, w przeliczeniu na itr, została ustalona na poziomie 1 mg/m³.

Celem pracy było opracowanie metody oznaczania stężeń itru i jego związków 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 oznaczania polega na: pobraniu itru i jego związków zawartych w powietrzu na filtr membranowy, mineralizacji filtra z zastosowaniem stężonego kwasu azotowego(V) i kwasu chlorowego(VII) oraz oznaczaniu itru w roztworze przygotowanym do analizy metodą absorpcyjnej

spektrometrii atomowej z atomizacją w płomieniu podtlenek azotu-acetylen (F-AAS).

Metoda umożliwia oznaczenie itru w zakresie stężeń 5,00 ÷ 150,00 µg/ml. Uzyskana krzywa kalibracyjna itru charakteryzuje się wartością współczynnika korelacji $R^2 = 0,9999$. Granica wykrywalności itru (LOD) wynosi 0,08 µg/ml, natomiast granica oznaczalności (LOQ) wynosi 0,25 µg/ml. Wyznaczony współczynnik odzysku wynosi 1,00.

Metoda oznaczania itru i jego związków pozwala na oznaczenie tej substancji w powietrzu na stanowiskach pracy w zakresie stężeń 0,07 ÷ 2,08 mg/m³ (dla próbki powietrza o objętości 720 l), co odpowiada 0,07 ÷ 2,1 wartości NDS.

Opracowana metoda charakteryzuje się dobrą precyzją oraz dokładnością i spełnia wymagania zawarte w normie europejskiej PN-EN 482 dla procedur oznaczania czynników chemicznych.

Metoda oznaczania itru i jego związków nieorganicznych została zapisana w postaci procedury analitycznej, którą zamieszczono w załączniku.

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 zadań służb państwowych przez Ministerstwo Rodziny, Pracy i Polityki Społecznej.

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

Summary

Yttrium is a soft and a malleable metal. It is used in the metallurgical industry as a component of alloys, in electronics for manufacturing lamps and semiconductors, in the construction of reactors in nuclear technology and in the production of ceramic, laser and refractories. Radioactive yttrium is used in medicine.

Exposure limit values for yttrium and its compounds in the working environment, based on yttrium, are NDS – 1 mg/m³

The aim of the study was to amend the method for determining concentrations of yttrium and its compounds 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 involves collection of yttrium and its compounds contained in the air on a membrane filter, filter mineralization with concentrated nitric acid (V) and chloric acid (VII), and

the determination of yttrium in the solution prepared for analysis with atomic absorption spectrometry with flame atomization nitrous oxide-acetylene (F-AAS).

This method enables determination of yttrium in concentration range from 5.00 to 150.00 µg/ml. The obtained calibration curve yttrium has a correlation coefficient $R^2 = 0.9999$. The detection limit of yttrium (LOD) is 0.08 µg/ml, the limit of quantification (LOQ) is 0.25 µg/ml and a coefficient of recovery is 1.00.

The developed method enables determination of yttrium and its compounds in workplace air in the concentration range of 0.07 ÷ 2.08 mg/m³ (for a 720-L air sample), which represents 0.07 ÷ 2.1 of NDS. The method of determining yttrium and its inorganic compounds has been recorded as an analytical procedure (appendix).

WPROWADZENIE

Itr (CAS 7440-65-5) jest pierwiastkiem przejściowym należącym do grupy III B układu okresowego – skandowców. Należy do pierwiastków mało rozpowszechnionych w przyrodzie. Zawartość itru w skorupie ziemskiej ocenia się na $2,8 \cdot 10^{-3}$ % (Encyklopedia... 1993). Liczba atomowa itru wynosi 39, natomiast masa atomowa – 88,91. Naturalny pierwiastek zawiera tylko jeden izotop trwały ⁸⁹Y. Itr jest błyszczącym, srebrzystoszarym, miękkim i kowalnym metalem. Temperatura topnienia itru wynosi 1522 °C, a temperatura wrzenia 3345 °C. Gęstość tego pierwiastka wynosi 4,47 g/cm³ (HSDB 2017).

Itr w postaci proszku jest substancją łatwopalną, w postaci bardzo rozdrobnionej stwarza niebezpieczeństwo wybuchu (GESTIS 2017).

Itr tworzy związki na +III stopniu utlenienia. W powietrzu atmosferycznym po pewnym czasie matowieje i pokrywa się warstewką tlenków. Intensywne utlenianie itru zachodzi w temperaturze 760 °C. Reaguje także z fluorowcami, tworząc odpowiednie halogenki YX₃ (X – F, Cl, Br, J). Itr tworzy także trwałe, krystaliczne wodorki o różnym składzie, węgliki, fosforki, azotek YN₃ i inne związki. Sole itru są łatwo rozpuszczalne w wodzie (np: chlorek YCl₃, azotan Y(NO₃)₃, octan Y(CH₃COO)₃), natomiast związki itru są trudno rozpuszczalne (np.: tlenek Y₂O₃, siarczan

Y₂(SO₄)₃, fluorek YF₃, wodorotlenek Y(OH)₃, węglan Y₂(CO₃)₃). Roztwory soli itru łatwo hydroлизują z utworzeniem soli zasadowych np. zasadowego chlorku Y(OH)Cl₂. Pod wpływem zasad z roztworu soli wydziela się wodorotlenek Y(OH)₃, który na powietrzu przechodzi w węglan. Fluorek YF₃ pod wpływem działania metali alkalicznych tworzy kompleksy Me₃[YF₆].

Najbardziej toksyczne są związki itru rozpuszczalne w wodzie (np.: chlorek, azotan i cytrynian). Na podstawie wyników badań toksyczności na zwierzętach doświadczalnych wykazano uszkodzenie: płuc, wątroby i nerek. W płucach stwierdzono zmiany charakterystyczne dla procesów zwłóknieniowych. Przewlekłe narażenie na te związki było przyczyną: zmniejszenia liczby erytrocytów i stężenia hemoglobiny we krwi, znacznej leukocytozy, zaburzeń funkcji wątroby, złuszczenia nabłonka pęcherzyków płucnych i powstania cech zwłóknienia mięszu płuc oraz guzków ziarniniakowych. W dostępnej literaturze jest mało informacji dotyczących działania biologicznego tych związków na ludzi. U pacjentów leczonych izotopem ⁹⁰Y obserwowano zwyrodnienie tłuszczowe i rozległą martwicę wątroby. Nie znaleziono informacji o rakotwórczym, mutagennym, embriotoksycznym i teratogennym działaniu itru i jego związków na ludzi oraz wpływie

na rozrodność (Dobecki, Kupczewska 1999, GESTIS 2017). Na podstawie najnowszych wyników badań dotyczących oceny toksyczności metali ziem rzadkich, na poziomie molekularnym i komórkowym, badań epidemiologicznych zwierząt i ludzi, również nie można wnioskować o rakotwórczym działaniu itru i jego związków (Rim i in. 2013).

Narażenie pracowników na itr i jego związki może występować podczas jego otrzymywania z rud, w procesach metalurgicznych itru, przy produkcji substancji chemicznych wykazujących zdolność luminescencji. Itr jest stosowany jako składnik stopowy w: chromie, molibdenie, cyrkonie i tytanie, do zwiększenia wytrzymałości stopów: aluminium, magnezu i stali oraz jako odtleniacz w procesie wytwarzania i wanadu i innych metali nieżelaznych. W przemyśle elektronicznym znajduje zastosowanie ferrimagnetyczny tlenek itrowo-żelazowy $3Y_2O_3 \cdot 5Fe_2O_3$ jako półprzewodnik w telefonach i radarach. Tlenki itru są używane w przemyśle szklarskim i ceramicznym. Itr jest stosowany także w technologii nuklearnej. Radioaktywny itr jest stosowany w leczeniu zapalenia stawów i ścięgien oraz nowotworów (Dobecki, Kupczewska 1999).

Itr ze względu na zagrożenie dla zdrowia ludzi, został sklasyfikowany jako substancja łatwopalna (kategoria zagrożenia 1.; H228). Natomiast tlenek itru i inne związki itru nie zostały sklasyfikowane zgodnie z kryteriami CLP (Rozporządzenie... 2008).

Wartość normatywu higienicznego (najwyższego dopuszczalnego stężenia, NDS) dla itru i jego związków, w przeliczeniu na itr, podana w obowiązującym obwieszczeniu ministra rodziny, pracy i polityki społecznej w sprawie najwyższych dopuszczalnych stężeń i natężeń czynników szkodliwych dla zdrowia w środowisku pracy, wynosi 1 mg/m^3 (Obwieszczenie... 2017).

Dotychczasowy sposób oznaczania itru i jego związków na stanowiskach pracy do celów oceny narażenia zawodowego był zawarty w znormalizowanej metodzie: PN-Z-04301:2002 – Ochrona czystości powietrza – Oznaczanie itru i jego związków na stanowiskach pracy metodą płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej. Metoda oznaczania itru i jego związków zawarta w tej normie pozwala na oznaczanie najniższych stężeń itru i jego związków w powietrzu na stanowiskach pracy na poziomie 1/4 wartości NDS, tj. $0,25 \text{ mg/m}^3$.

W dostępnej literaturze metody stosowane do oznaczania itru i jego związków na potrzeby analizy powietrza na stanowiskach pracy wykorzystują metodę absorpcyjnej spektrometrii atomowej z techniką płomieniową (AAS), (OSHA 2002). W przypadku metody OSHA (Occupational Safety and Health Administration) umożliwiającej oznaczanie wielu pierwiastków (36), w tym itru i jego związków, próbkę powietrza o objętości $480 \div 720 \text{ l}$ pobiera się na filtry membranowe (z estrów celulozy, o wielkości porów $0,8 \mu\text{m}$) z wykorzystaniem dozymetrii indywidualnej i rekomendowaną szybkością przepływu powietrza 2 l/min . Itr, po mineralizacji filtrów za pomocą kwasu azotowego(V), analizuje się w roztworze 4-procentowym kwasu azotowego z dodatkiem jonów potasu o stężeniu $1000 \mu\text{g/ml}$, przy długości fali $410,2 \text{ nm}$ z zastosowaniem do atomizacji bogatego płomienia podtlenek azotu-acetylen. W tych warunkach czułość metody oznaczania itru wynosi $1,8 \mu\text{g/ml}$, a granica oznaczania ilościowego itru w roztworze wynosi $0,7 \mu\text{g/ml}$, co oznacza granicę oznaczania ilościowego itru i jego związków w powietrzu na poziomie $0,04 \text{ mg/m}^3$.

Obecnie do oznaczania itru i jego związków w powietrzu na stanowiskach pracy często wykorzystuje się metodę spektrometrii emisyjnej ze wzbudzeniem w plazmie sprzężonej indukcyjnie (ICP-AES). Metoda ta, podobnie jak metoda AAS, zaleca oznaczanie itru w powietrzu na stanowiskach pracy po jego osadzeniu na filtrach membranowych (MCE oraz PVC). Mineralizację filtrów przeprowadza się z wykorzystaniem stężonego kwasu azotowego (V) i chlorowego(VII), (4:1) lub wody królewskiej na płycie grzejnej w temperaturze $150 \text{ }^\circ\text{C}$ (NIOSH 2003a; 2003b), na łaźni wodnej w roztworze stężonych kwasów, początkowo azotowego, a następnie chlorowodorowego w temperaturze $95 \text{ }^\circ\text{C}$ (NIOSH 2003c) oraz z wykorzystaniem mikrofal w rozcieńczonym kwasie azotowym (1: 1 lub 5: 1), (NIOSH 2014a; 2014b).). Jako linię analityczną stosuje się linię emisyjną $371,03 \text{ nm}$. Uzyskane granice wykrywalności zależą od sposobu mineralizacji próbki i zawarte są w przedziale od $0,5 \text{ ng/ml}$ do $0,001 \mu\text{g/ml}$. Metoda pozwala na oznaczanie itru i innych 31 pierwiastków w powietrzu stanowisk pracy w zakresie $0,005 \div 2,0 \text{ mg/m}^3$ (dla objętości próbki powietrza 500 l), (NIOSH 2003a; 2003b).

W artykule przedstawiono metodę oznaczania itru i jego związków z wykorzystaniem absorpcyj-

nej spektrometrii atomowej z atomizacją w płomieniu podtlenek azotu-acetylen (F-AAS, *Flame Atomic Absorption Spectrometry*). Zgodnie z opracowaną metodą powietrze stanowisk pracy zanieczyszczone itrem i jego związkami przepuszcza się przez filtr membranowy, a uzyskaną próbkę mineralizuje się z użyciem stężonego kwasu azotowego(V) i chlorowego(VII). W przygotowanej do analizy próbce, zawierającej dodatkowo bufory

spektralne – chlorek sodu i chlorek lantanu, itr oznacza się metodą AAS przy długości fali 410,2 nm, w bogatym płomieniu podtlenek azotu-acetylen.

Opracowana metoda zastąpi dotychczasową metodę oznaczania zawartą w normie PN-Z-04301: 2002 i pozwoli na oznaczenie itru i jego związków w powietrzu stanowisk pracy w zakresie $0,07 \div 2,08 \text{ mg/m}^3$.

CZĘŚĆ DOŚWIADCZALNA

Aparatura i sprzęt

W badaniach stosowano spektrofotometr absorpcji atomowej SOLAAR M (Thermo Electron Corporation, USA) wyposażony w lampę z katodą wewnęką do oznaczania itru.

W badaniach stosowano wodę demineralizowaną o oporności 18,2 M Ω (w temp. 25 °C) z systemu Milli-Q (Millipore, USA).

Do sporządzania roztworów używano pipet automatycznych (PZH TL 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 μm (SKC, USA) i 0,85 μm (Pragopor 4, Czechy).

Badane próbki mineralizowano w zlewkach o pojemności około 25 ml na płycie grzejnej (temperatura mineralizacji około 140 °C).

Odczynniki, roztwory

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

- kwas azotowy(V), stężony 65-procentowy ($\rho = 1,39 \text{ g/ml}$), (Merck, Niemcy)
- kwas azotowy, roztwór o stężeniu $c(\text{HNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$
- kwas chlorowy(VII), stężony 70-procentowy ($\rho = 1,68 \text{ g/ml}$), (Merck, Niemcy)
- kwas chlorowodorowy, stężony 30-procentowy ($\rho = 1,15 \text{ g/ml}$), (Merck, Niemcy)
- kwas chlorowodorowy, roztwór o stężeniu $c(\text{HCl}) = 0,6 \text{ mol/l}$
- itr, roztwór wzorcowy podstawowy do absorpcji atomowej o stężeniu 1 mg/ml (Roth, Niemcy)
- roztwory wzorcowe robocze itru o stężeniach: 5,00; 10,00; 25,00; 50,00; 100,0 i 150,0 $\mu\text{g/ml}$
- roztwór chlorku lantanu, roztwór o stężeniu 10-procentowym (m/m) w przeliczeniu na lantan 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 $c(\text{HNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$
- roztwór chlorku sodu, roztwór o stężeniu 1-procentowym (m/m) przygotowany w następujący sposób: 2,54 g NaCl rozpuścić w 97,5 ml w wodzie
- acetylen rozpuszczony klasy czystości A wg wymagań zawartych w normie PN-C-84905: 1998
- podtlenek azotu, o czystości: do celów medycznych.

WYNIKI BADAŃ I ICH OMÓWIENIE

Parametry oznaczania

W zastosowanej metodzie absorpcyjnej spektrometrii atomowej (F-AAS) atomizacja próbki zachodzi w płomieniu podtlenek azotu-acetylen (o długości palnika 5 cm), który znajduje się na drodze wiązki promieniowania charakterystycznego dla itru. Według przyjętej metody oznaczenie itru prowadzono przy długości fali 410,2 nm.

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

Najlepszą czułość i precyzję oznaczania itru w roztworach przygotowanych do analizy uzyskano po zastosowaniu poniżej podanych warunków pracy spektrofotometru:

- długość fali 410,2 nm
- lampa z katodą węgłową (HDL) do oznaczania itru:
 - natężenie prądu lampy 10 mA
 - szerokość szczeliny 0,2 nm
 - wysokość palnika 9,5 mm
- płomień acetylen-podtlenek azotu bogaty
- strumień objętości acetyleny 4,5 l/min
- ciśnienie wyjściowe podtlenku azotu 2,8 Ba.

Krzywa wzorcowa oraz precyzja oznaczeń

Bezpośrednio przed wykonaniem analizy wykonywano wzorcowanie aparatu z użyciem roztworów wzorcowych roboczych, o stężeniach itru: 5,00; 10,00; 25,00; 50,00; 100,0 i 150,0 µg/ml, zawierających ponadto sód (Na) o stężeniu 0,1-procentowym i lantan (La) o stężeniu 1-procentowym, które sporządzono w roztworze kwasu chlorowodorowego o stężeniu 0,6 mol/l, oraz próbki zerowej nie zawierającej itru, a sporządzonej w identyczny sposób jak wzorce.

Analizy były wykonywane w wymienionych wcześniej warunkach pracy spektrofotometru. Dla każdego roztworu wzorcowego wykonywano trzy

pomiary absorbancji. Do zerowania spektrofotometru używano roztworu kwasu azotowego o stężeniu 0,1 mol/l. Uzyskana krzywa wzorcowa opisana funkcją: $y = -4E - 0,6x^2 + 0,0027x + 0,0048$, charakteryzuje się współczynnikiem korelacji $R^2 = 0,9999$. Stężenie charakterystyczne oznaczania itru wynosiło 1,63 µg/ml. Krzywą wzorcową przedstawiono na rysunku 1.

W celu oceny powtarzalności wyników wzorcowania przygotowano po siedem próbek o tym samym stężeniu itru, dla sześciu poziomów stężeń itru z krzywej wzorcowej: 5,00; 10,00; 25,00; 50,00; 100,0 i 150,0 µg/ml. Po wzorcowaniu oznaczano itr w serii przygotowanych roztworów. Uzyskane wyniki dla poszczególnych poziomów stężeń wykazywały dobrą powtarzalność oznaczeń. Współczynniki zmienności CV dla oznaczanych stężeń wynosiły odpowiednio: 2,59; 2,24; 1,43; 2,42; 1,02 i 1,18%.

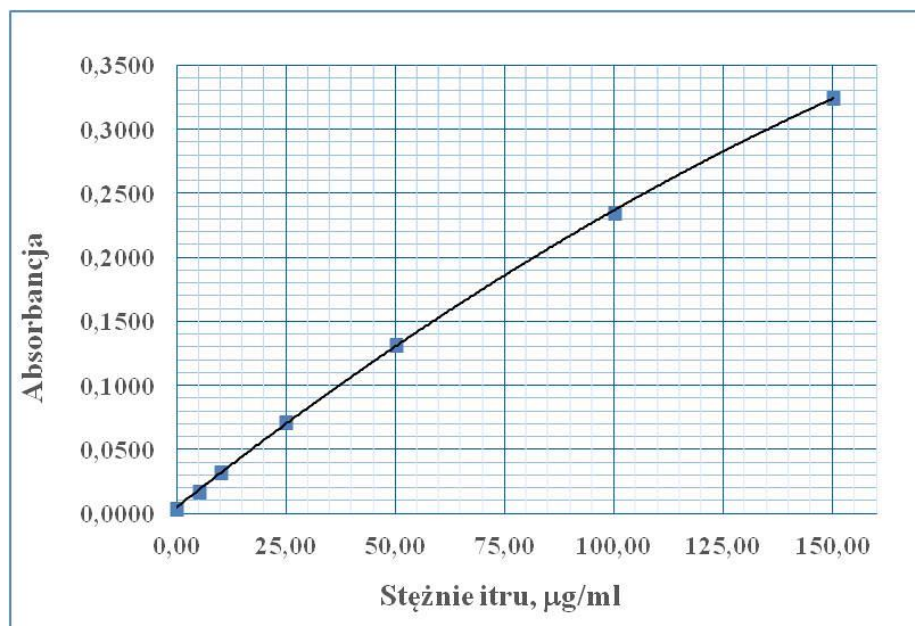
W celu oceny dokładności metody i powtarzalności wyników, wykonano oznaczenia itru w roztworach modelowych. Przygotowano po siedem próbek o tym samym stężeniu itru, dla pięciu poziomów stężeń itru z zakresu krzywej wzorcowej: 15,00; 20,00; 40,00; 80,00 i 140,0 µg/ml, zawierających podobnie jak wzorce – sód i lantan. Po każdorazowym wzorcowaniu oznaczano serię stężeń z zakresu krzywej wzorcowej. Współczynniki zmienności CV dla poszczególnych poziomów stężeń wynosiły odpowiednio: 2,50; 2,29; 1,60; 1,48 i 1,53%. Średni błąd względny dla każdego poziomu stężeń wynosił odpowiednio: 2,03; 1,87; 1,38; 1,13 i 1,15%.

Zakres pomiarowy oznaczania itru (metodą F-AAS) w roztworze 5,00 ÷ 150,0 µg/ml odpowiada zakresowi stężeń itru i jego związków w powietrzu 0,07 ÷ 2,08 mg/m³ (dla objętości analizowanego roztworu po mineralizacji – 10 ml i objętości próbki powietrza – 720 l).

W odniesieniu do wartości NDS opracowana metoda pozwala na oznaczanie itru i jego związków w zakresie 0,07 ÷ 2,1 tej wartości. Zakres pomiarowy metody pozwala na wykonywanie pomiarów z wykorzystaniem dozymetrii indywidualnej (PN-Z-04008-7/Az1:2004). Zmianę zakresu oznaczania itru i jego związków w powietrzu umożliwia zastosowanie rozcieńczania roztworu badanej próbki. Roztwory rozcieńczone należy sporządzić w roztworze kwasu

chlorowodorowego o stężeniu 0,6 mol/l, stosując odpowiedni do rozcieńczenia dodatek sodu i lantanu, a współczynnik rozcieńczenia

należy uwzględnić przy obliczaniu wyniku oznaczania.



Rys. 1. Krzywa wzorcową oznaczania itru i jego związków metodą F-AAS, z atomizacją w bogatym płomieniu podtlenek azotu-acetylen uzyskana przy długości fali 410,2 nm

Badanie skuteczności mineralizacji

Badania skuteczności mineralizacji i wyznaczenia współczynnika odzysku itru i jego związków, przeprowadzono w następujący sposób: na przygotowane filtry membranowe umieszczone w zlewkach o pojemności 25 ml (po sześć próbek dla każdego poziomu stężenia) nanoszono po: 200; 600 i 1200 µl roztworu wzorcowego podstawowego itru o stężeniu 1 mg/ml, które pozostawiano do wyschnięcia. Do każdej zlewki dodawano po 3 ml stężonego kwasu azotowego(V) i ogrzewano na płycie grzejnej o temperaturze około 140 °C w celu odparowania kwasu prawie do sucha. Następnie do każdej zlewki dodawano po 2 ml stężonego kwasu chlorowego(VII) oraz 1 ml stężonego kwasu azotowego i ogrzewano ponownie na płycie grzejnej, aż do uzyskania suchej pozostałości. Po ostudzeniu do zlewki dodawano po 2 ml kwasu chlorowodorowego o stężeniu 0,6 mol/l i pozostawiano na około 30 min. Zawartość zlewki przenoszono ilościowo 5. ÷ 6. porcjami kwasu chlorowodorowego do kolb miarowych o pojemności 10 ml o stężeniu 0,6 mol/l, dodawano po 1 ml chlorku sodu i 1 ml chlorku lantanu, uzupełniając następnie zawartość kolb

do kreski kwasem chlorowodorowym o stężeniu 0,6 mol/l. Uzyskano roztwory itru o stężeniach z zakresu krzywej wzorcowej: 20,00; 60,00; 120,0 µg/ml, które analizowano metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej z atomizacją w płomieniu podtlenek azotu-acetylen, w ustalonych wcześniej warunkach pracy aparatu.

Mierzono stężenie itru 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 itru, jakie nanoszono na filtry. Następnie próbki przygotowano w identyczny sposób jak roztwory do badania skuteczności mineralizacji (w roztworze kwasu chlorowodorowego o stężeniu 0,6 mol/l, z dodatkiem 1 ml chlorku sodu i 1 ml chlorku lantanu). Dla każdego stężenia przygotowano po trzy roztwory porównawcze.

Wyniki badania skuteczności mineralizacji nieorganicznych związków itru naniesionych na filtry zamieszczono w tabeli 1.

Tabela 1.
Badania skuteczności mineralizacji

Numer próbki	Oznaczone stężenie		Średnie stężenie <i>c</i> , μg/ml	Współczynnik wydajności mineralizacji	Numer próbki	Oznaczone stężenie		Średnie stężenie <i>c</i> , μg/ml	Współczynnik wydajności mineralizacji	Numer próbki	Oznaczone stężenie		Średnie stężenie <i>c</i> , μg/ml	Współczynnik wydajności mineralizacji
	<i>c</i> , μg/ml	<i>CV</i> , %				<i>c</i> , μg/ml	<i>CV</i> , %				<i>c</i> , μg/ml	<i>CV</i> , %		
1A	20,21	0,9	20,04	1,00	2A	60,23	0,7	59,97	0,99	3A	118,70	2,1	119,69	0,97
1B	20,05	0,9			2B	59,04	0,8			3B	116,31	0,5		
1C	19,86	1,5			2C	60,64	0,3			3C	124,06	2,7		
1a	20,04	1,3			2a	69,20	0,4			3a	116,04	3,6		
1b	20,23	0,2			2b	59,91	0,7			3b	118,58	0,5		0,99
1c	20,50	1,9			2c	61,40	0,3			3c	119,02	3,4		0,99
1d	19,93	2,4			2d	59,97	1,5			3d	124,35	2,0		1,04
1e	19,79	1,1			2e	60,95	0,9			3e	123,76	1,5		1,03
1f	20,33	0,9			2f	60,97	1,3				119,38	1,7		1,00
Średnia wartość współczynnika odzysku				1,00	Średnia wartość współczynnika odzysku				1,01	Średnia wartość współczynnika odzysku				1,00
Odchylenie standardowe, <i>SD</i>				0,01	Odchylenie standardowe, <i>SD</i>				0,01	Odchylenie standardowe, <i>SD</i>				0,03
Współczynnik zmienności współczynnika odzysku, <i>CV</i> , %				1,31	Współczynnik zmienności współczynnika odzysku, <i>CV</i> , %				1,38	Współczynnik zmienności współczynnika odzysku, <i>CV</i> , %				2,68

Metoda oznaczania w powietrzu na stanowiskach pracy
Iw i jego związki.

Przy zastosowaniu podanego sposobu mineralizacji uzyskano bardzo dobre wartości współczynników odzysku badanego związku. Dla stężeń itru: 20,00; 60,00; i 120,00 $\mu\text{g/ml}$ stopień odzysku wynosił odpowiednio: 1,00; 1,01 i 1,00, a wskaźniki zmienności *CV* wynosiły odpowiednio: 1,31; 1,38 i 2,68%. Średni współczynnik odzysku wynosił 1,00.

Wyznaczanie granicy oznaczalności

W celu wyznaczenia granicy oznaczania ilościowego przygotowano próbki o stężeniach itru: 0,00; 0,5; 1,0; 2,0 i 3,0 $\mu\text{g/ml}$. Dla każdego poziomu stężeń wykonano dziesięciokrotny pomiar absorbancji. Wyznaczony współczynnik zmienności *CV* dla każdego poziomu stężeń wynosił odpowiednio: 5,49; 4,67; 3,40; 2,13 i 1,40 %.

Na podstawie zależności *CV* od absorbancji wyznaczono (na poziomie *CV* 5%) stężenie itru 0,25 $\mu\text{g/ml}$ jako granicę oznaczania ilościowego (LOQ) w opracowanej metodzie. Granica wykrywalności itru (LOD) wyniosła 0,08 $\mu\text{g/ml}$.

Wpływ substancji towarzyszących

Badania mające na celu sprawdzenie wpływu substancji współwystępujących na wynik oznaczania itru przeprowadzono dla tych czynników, które mogą występować wraz z itrem w różnych procesach technologicznych. W tym celu przygotowano roztwory próbek zawierające, oprócz itru,

także inne pierwiastki w nadmiarze w stosunku do itru oraz buforę spektralne (sód o stężeniu 0,1% i lantan o stężeniu 1% w badanej próbce).

Na podstawie wyników przeprowadzonych badań stwierdzono, że kilkakrotny nadmiar badanych pierwiastków: Fe, Ni, Pb, Cd, Cr i Al w badanej próbce, nie wpływa na wynik oznaczania zastosowaną metodą. Z kwasów mineralnych: H_3PO_4 , HCl, HNO_3 , H_2SO_4 w istotny sposób absorbancję itru zmniejsza jedynie kwas ortofosforowy(V). Oddziaływanie to koryguje lantan obecny w badanej próbce.

Walidacja

Walidację metody przeprowadzono zgodnie z wymaganiami zawartymi w normie europejskiej PN-EN 482. Badania przeprowadzono z zastosowaniem spektrofotometru absorpcji atomowej SOLAARM firmy Thermo Electron Corporation przystosowanego do pracy z płomieniem podtlenek azotu-acetylen i wyposażonego w lampę z katodą wnątkową do oznaczania itru.

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

- granica oznaczalności, LOQ 0,25 $\mu\text{g/ml}$
- granica wykrywalności, LOD 0,08 $\mu\text{g/ml}$
- współczynnik korelacji, R^2 0,9999
- precyzja całkowita metody 5,69%
- niepewność całkowita metody 12,88%
- niepewność rozszerzona metody 25,76%.

PODSUMOWANIE

Opracowano metodę oznaczania itru i jego związków nieorganicznych zawartych w powietrzu na stanowiskach pracy. W celu uzyskania wymaganej granicy oznaczalności na poziomie 1/10 wartości NDS do oznaczania itru zastosowano metodę absorpcyjnej spektrometrii atomowej z atomizacją w płomieniu podtlenek azotu-acetylen. Opracowano sposób przygotowania roztworu do analizy, zoptymalizowano parametry analityczne i wykonano walidację opracowanej metody.

Przedstawiona metoda polega na zatrzymaniu na filtrze membranowym itru i jego związków obecnych w badanym powietrzu na stanowi-

skach pracy. Filtry mineralizuje się na gorąco w stężonym kwasie azotowym(V) oraz chlorowym(VII) i sporządza roztwór do analizy w rozcieńczonym kwasie chlorowodorowym. Roztwór ten zawiera dodatkowo buforę spektralne – chlorek sodu i chlorek lantanu. Itr i jego związki zawarte w powietrzu na stanowiskach pracy oznaczają się metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej z atomizacją w bogatym płomieniu powietrze-acetylen, przy długości fali 410,2 nm.

Przyjęto zakres pomiarowy dla stężenia itru w roztworze 5,00 ÷ 150,0 $\mu\text{g/ml}$. Wyznaczony zakres pomiarowy odpowiada zakresowi stężeń

itru i jego związków w powietrzu $0,07 \div 2,06 \text{ mg/m}^3$ (dla objętości powietrza – 720 l), co stanowi $0,07 \div 2,1$ wartości NDS.

W wyznaczonym zakresie pomiarowym opracowaną metodę poddano walidacji i uzyskano dobre parametry: precyzję całkowitą wynoszącą 5,69% i niepewność całkowitą wynoszącą 12,88%.

Metoda jest dostosowana do wykonywania pomiarów stężeń itru i jego związków na stanowiskach pracy zgodnie z zasadami dozimetrii indywidualnej, co umożliwia przeprowadzenie obiektywnej oceny narażenia zawodowego.

Opracowaną metodę oznaczania itru i jego związków nieorganicznych zapisano w postaci procedury analitycznej, którą zamieszczono w załączniku.

PIŚMIENNICTWO

- Dobecki M., Kupczewska M.* (1999). Itr i jego związki. Dokumentacja proponowanych wartości dopuszczalnych poziomów narażenia zawodowego. Podstawy i Metody Oceny Środowiska Pracy 20, s. 51–65.
- Encyklopedia Techniki. Chemia (1993). Warszawa, Wydawnictwa Naukowo-Techniczne.
- GESTIS (2017). Substance Database. Yttrium, Powder. Sankt Augustin. BG Institute for Occupational Safety Health [Germany].
- HSDB (2017). Hazardous Substances Data Bank. Yttrium, elemental. U.S. National Library of Medicine (NLM) Toxicology Data Network (TOXNET) [USA].
- NIOSH (2003a). Manual of analytical methods (NMAM). Elements by ICP (Nitric/Perchloric Acid Ashing). Method 7300. Salt Lake City.
- NIOSH (2003b). Manual of analytical methods (NMAM). Elements by ICP (Aqua Regia Ashing). Method 7301. Salt Lake City.
- NIOSH (2003c). Manual of analytical methods (NMAM). Elements by ICP (Hot Block/HCl/HNO₃ Digestion). Method 7303 Salt Lake City.
- NIOSH (2014a). Manual of analytical methods (NMAM). Elements by ICP (Microwave Digestion). Method 7302. Salt Lake City.
- NIOSH (2014b). Manual of analytical methods (NMAM). Elements by ICP (Microwave Digestion). Method 7304. Salt Lake City.
- Obwieszczenie ministra rodziny, pracy i polityki społecznej z dnia 7.06.2017 r. w sprawie ogłoszenia jednolitego tekstu rozporządzenia ministra pracy i polityki społecznej w sprawie najwyższych dopuszczalnych stężeń i natężeń czynników szkodliwych dla zdrowia w środowisku pracy (DZU 2017, poz. 1348).
- OSHA (2002). Analytical chemical method. Metal and metalloid particulates in workplace atmospheres (atomic absorption). Method ID121. Division of Physical Measurements and Inorganic Analyses OSHA Technical Center. Salt Lake City. Utah.
- PN-C-84905: 1998 Gazy techniczne – Acetylen rozpuszczony.
- PN-EN 482+A1:2016-01 Narażenie na stanowiskach pracy – Wymagania ogólne dotyczące charakterystyki procedur pomiarów czynników chemicznych.
- PN-Z-04008-7:2002/Az1: 2004 Ochrona czystości powietrza – Pobieranie próbek – Zasady pobierania próbek powietrza na stanowiskach pracy i interpretacji wyników.
- PN-Z-04301:2002 Ochrona czystości powietrza – Oznaczanie itru i jego związków na stanowiskach pracy metodą płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej.
- Rim K.T., Koo K.H., Park J. S.* (2013). Toxicological evaluations of rare earths and their health impacts to workers. A Literature Review. Safety Health at Work 4(1), 12–26.
- Rozporządzenie Parlamentu Europejskiego i Rady (WE) nr 1272/2008 z dnia 16.12.2008 r. w sprawie klasyfikacji, oznakowania i pakowania substancji i mieszanin, zmieniającego i uchylającego dyrektywę 67/548/EWG i 1999/45/WE oraz zmieniającego rozporządzenie (WE) nr 1907/2006.

PROCEDURA ANALITYCZNA OZNACZANIA ITRU I JEGO ZWIĄZKÓW W POWIETRZU NA STANOWISKACH PRACY

1. Zakres stosowania metody

Metodę podaną w niniejszej procedurze stosuje się do oznaczania itru i jego związków w powietrzu na stanowiskach pracy, podczas przeprowadzania kontroli warunków sanitarnohigienicznych.

Najmniejsze stężenie itru i jego związków w przeliczeniu na itr, jakie można oznaczyć w warunkach pobierania próbek powietrza i wykonania oznaczania opisanych w niniejszej procedurze, wynosi $0,07 \text{ mg/m}^3$ (dla objętości powietrza 720 l).

2. Powołania normatywne

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 znanej objętości badanego powietrza przez filtr membranowy w celu osadzenia na nim itru i jego związków zawartych w powietrzu. Filtr mineralizuje się na gorąco w stężonym kwasie azotowym(V) oraz chlorowym(VII) i sporządza roztwór do analizy w rozcieńczonym kwasie chlorowodorowym. Itr i jego związki zawarte w powietrzu na stanowiskach pracy oznacza się metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej z atomizacją w płomieniu powietrze-acetylen.

4. Wytyczne ogólne

4.1. Czystość odczynników

Do 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 z zastosowaniem środków ochrony indywidualnej 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 zawartymi w normie PN-C-84905: 1998.

5.2. Kwas azotowy(V)

Stosować kwas azotowy stężony, 65-procentowy (m/m) o $\rho = 1,39 \text{ g/ml}$.

5.3. Kwas azotowy(V)

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

5.4. Kwas chlorowy(VII)

Stosować roztwór kwasu chlorowego(VII) stężony, 70-procentowy (m/m) o $\rho = 1,68 \text{ g/ml}$.

5.5. Kwas chlorowodorowy

Stosować kwas chlorowodorowy stężony, 30-procentowy (m/m) o $\rho = 1,15 \text{ g/ml}$.

5.6. Kwas chlorowodorowy, roztwór o stężeniu $c(\text{HCl}) = 0,6 \text{ mol/l}$

5.7. Podtlenek azotu

Stosować podtlenek azotu do celów medycznych.

5.8. 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%.

5.9. Roztwór chlorku sodu

Stosować roztwór chlorku sodu przygotowany w następujący sposób: 2,54 g NaCl rozpuścić w 97,46 ml roztworu wody. W tak przygotowanym roztworze stężenie sodu wyrażone ułamkiem masowym wynosi 1%.

5.10. Roztwór wzorcowy itru

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

5.11. Roztwory wzorcowe robocze itru

Stosować roztwory itru o stężeniach w mikrogramach na mililitr: 5,00; 10,00; 25,00; 50,00; 100,0; i 150,0 $\mu\text{g/ml}$. Do sześciu kolb pomiarowych o pojemności 10 ml odmierzyć następujące objętości roztworu wzorcowego itru wg punktu 5.10. w mililitrach: 0,05; 0,10; 0,25; 0,50; 1,00 i 1,50, następnie dodać po 1 ml roztworu chlorku sodu wg punktu 5.9. i po 1 ml chlorku lantanu wg punktu 5.8. Uzupełnić do kreski zawartość kolb roztworem kwasu chlorowodorowego wg punktu 5.6. i wymieszać. W siódmej kolbie o pojemności 10 ml przygotować roztwór próbki zerowej przez dodanie: 1 ml chlorku sodu wg punktu 5.9. oraz 1 ml chlorku lantanu wg punktu 5.8. i uzupełnienie do kreski zawartości kolby roztworem kwasu chlorowodorowego wg punktu 5.6. Roztwory wzorcowe robocze należy przygotowywać w dniu wykonywania oznaczenia.

5.12. 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 itru i jego związków.

6.3. Kalibrator przepływu

Do wyodrębniania z powietrza itru i jego związków 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 węgłową (HDL) do oznaczania itru.

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

- długość fali 410,2 nm
- płomień podtlenek azotu-acetylen bogaty.

Pozostałe parametry pracy spektrofotometru: natężenie prądu lampy, szerokość szczeliny i obszar pomiarowy (wysokość nad palnikiem), 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 5.12, umieszczony w próbniku, przepuścić do 960 l powietrza ze strumieniem objętości zalecanym przez producenta próbownika (najczęściej 2 l/min.).

8. Sporządzanie krzywej wzorcowej

Wykonać trzykrotny pomiar absorbancji roztworów wzorcowych roboczych itru wg punktu 5.11. i próbki zerowej, przyjmując ustalone wg punktu 6.4. warunki pracy spektrofotometru. Do zerowania spektrofotometru należy używać roztworu kwasu azotowego wg punktu 5.3.

Krzywą wzorcową sporządzić, korzystając z funkcji wzorcowania spektrometru i komputerowego zbierania danych analitycznych, zgodnie z instrukcją użytkownika.

Krzywą wzorcową należy sporządzać bezpośrednio przed wykonaniem oznaczania.

9. Wykonanie oznaczania

Filtr (wg punktu 5.12.), na który pobrano próbkę powietrza, należy: umieścić w zlewce o pojemności 25 ml, dodać 3 ml kwasu azotowego(V) wg punktu 5.2. i ogrzewać na płycie grzejnej o temperaturze około 140 °C w celu odparowania tlenków azotu, prawie do sucha. Następnie do zlewki dodać 2 ml kwasu chlorowego(VII) wg punktu 5.4. oraz 1 ml kwasu azotowego(V) wg punktu 5.2. i ogrzewać na płycie grzejnej o temperaturze około 140 °C aż do uzyskania suchej pozostałości. Po ostudzeniu, dodać 2 ml kwasu chlorowodorowego wg punktu 5.6. i pozostawić na około 30 min. Następnie zawartość przenieść ilościowo 5. ÷ 6. porcjami kwasu chlorowodorowego wg punktu 5.6. do kolby o pojemności 10 ml, dodać 1 ml chlorku sodu wg punktu 5.9. i 1 ml chlorku lantanu wg punktu 5.8., uzupełnić do kreski roztworem kwasu chlorowodorowego wg punktu 5.6., uzyskując roztwór do badania.

Jednocześnie z mineralizacją filtrów, na które pobrano próbki powietrza, przeprowadzić w identyczny sposób mineralizację czystego filtra wg punktu 5.12. i przygotować roztwór do ślepej próby.

Wykonać trzykrotny pomiar absorbancji roztworu do badania i roztworu do ślepej próby, zachowując warunki pomiarowe jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej wg punktu 8.

Do zerowania spektrometru stosować roztwór kwasu azotowego(V) wg punktu 5.3. Stężenie itru w roztworach do badania odczytane z krzywej wzorcowej podawane jest przez aparat automatycznie.

Jeżeli oznaczone stężenie itru w roztworze badanej próbki przekroczy zakres krzywej wzorcowej, roztwór należy odpowiednio rozcieńczyć. Roztwory rozcieńczone należy sporządzić w roztworze kwasu chlorowodorowego o stężeniu 0,6 mol/l, stosując odpowiedni do rozcień-

czenia dodatek sodu i lantanu, a krotność rozcieńczenia (k) uwzględnić w obliczaniu wyniku oznaczania.

10. Sprawdzenie wydajności mineralizacji

Na sześć filtrów wg punktu 5.1.2 umieszczonych w zlewkach o pojemności 25 ml nanieść po 600 μ l roztworu wzorcowego podstawowego itru wg punktu 5.10. i pozostawić do następnego dnia, do wyschnięcia. Następnie sporządzić roztwory do badania wydajności mineralizacji, tj. do każdej zlewki dodać 3 ml kwasu azotowego(V) wg punktu 5.2. i ogrzewać na płycie grzejnej o temperaturze około 140 °C aż do uzyskania suchej pozostałości. Następnie do zlewki dodać po 2 ml kwasu chlorowego(VII) wg punktu 5.4. oraz 1 ml kwasu azotowego(V) wg punktu 5.2. i ogrzewać na płycie grzejnej o temperaturze około 140 °C aż do uzyskania suchej pozostałości. Po wystudzeniu zlewki dodać 2 ml kwasu chlorowodorowego wg punktu 5.6. i pozostawić przez około 30 min. Zawartość zlewki przenieść ilościowo 5. ÷ 6. porcjami kwasu chlorowodorowego wg punktu 5.6. do kolby o pojemności 10 ml, dodać 1 ml chlorku sodu wg punktu 5.9. oraz 1 ml chlorku lantanu wg punktu 5.8. i uzupełnić do kreski kwasem chlorowodorowym wg punktu 5.6.

Jednocześnie należy przygotować roztwór kontrolny z czystego filtra oraz trzy roztwory porównawcze, przez odmierzenie bezpośrednio do kolb o pojemności 10 ml po 600 μ l roztworu wzorcowego podstawowego itru wg punktu 5.10. Podczas sporządzania roztworów należy tak postępować, jak przy sporządzaniu roztworów do badania wydajności mineralizacji.

Następnie wykonać trzykrotny pomiar absorbancji: roztworów próbek do badania wydajności mineralizacji, roztworu kontrolnego oraz roztworów porównawczych, przyjmując ustalone wg punktu 6.4. warunki pracy spektrometru. Do zerowania spektrometru należy używać roztworu kwasu azotowego(V) wg punktu 5.3. Współczynnik wydajności mineralizacji dla itru (w_m) obliczyć na podstawie wzoru:

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

w którym:

- C_d – stężenie itru w roztworze do badania wydajności mineralizacji, w mikrogramach na mililitr,
- C_o – stężenie itru w roztworze kontrolnym, w mikrogramach na mililitr,
- C_p – stężenie itru w roztworze porównawczym, w mikrogramach na mililitr.

Następnie obliczyć średnią wartość współczynnika wydajności mineralizacji \bar{w}_m dla itru i jego związków jako średnią arytmetyczną otrzymanych wartości w_m . Współczynnik ten powinien wynosić $1,00 \pm 0,05$.

11. Obliczanie wyniku oznaczenia

Stężenie itru i jego związków (X) w przeliczeniu na itr, w badanym powietrzu na stanowisku

pracy obliczyć, w miligramach na metr sześcienny, na podstawie wzoru:

$$X = \frac{(C - C_o) \cdot V_1}{V \cdot \bar{w}_m} \cdot k,$$

w którym:

- c – stężenie itru w roztworze badanej próbki, w mikrogramach na mililitr,
- c_o – stężenie itru w roztworze do ślepej próby, w mikrogramach na mililitr,
- V_1 – objętość roztworu po mineralizacji, w mililitrach ($V_1 = 10$ ml),
- V – objętość powietrza przepuszczonego przez filtr, w litrach,
- \bar{w}_m – średnia wartość współczynnika wydajności mineralizacji,
- K – krotność rozcieńczenia.