

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

# Wodorotlenek potasu

## – metoda oznaczania

Numer CAS: 1310-58-3

---

**Słowa kluczowe:** wodorotlenek potasu, związki potasu, alkalia, metoda analityczna, narażenie zawodowe.

**Keywords:** potassium hydroxide, potassium compounds, alkalies, analytical method, occupational exposure.

Metoda polega na pobraniu związku na filtr membranowy, mineralizacji filtra i oznaczeniu potasu zawartego w związku metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej w płomieniu powietrze-acetylen.

Oznaczalność metody wynosi 0,04 mg/m<sup>3</sup>.

### UWAGI WSTĘPNE

Wodorotlenek potasu jest stosowany w wielu gałęziach przemysłu. W przemyśle mydlarskim do wytwarzania mydeł miękkich, w przemyśle włókienniczym przy produkcji włókien bawełnianych i sztucznych. Stosowany jest również w przemyśle poligraficznym, papierniczym, tworzyw sztucznych, rafineryjnym i meblarskim, a także w syntezie organicznej, np. do otrzymywania soli potasowych, wytwarzania katalizatorów, a w procesach elektrolitycznych do odłuszczenia detali i otrzymywania wodoru.

Wodorotlenek potasu jest szkodliwy dla zdrowia, wykazuje właściwości żrące i drażniące. Powoduje uszkodzenie i stany zapalne błon śluzowych dróg oddechowych oraz owrzodzenia skóry, a szczególnie jest niebezpieczny dla oczu. W Polsce wartość NDS dla wodorotlenku potasu wynosi 0,5 mg/m<sup>3</sup>, a wartość NDSCh – 1 mg/m<sup>3</sup>.

Opracowana metoda oznaczania wodorotlenku potasu z wykorzystaniem absorpcyjnej spektrometrii atomowej spełnia wymagania zawarte w normie europejskiej EN 482 „Powietrze na sta-

nowiskach pracy. Ogólne wymagania dotyczące procedur chemicznych”. Czulość dotychczas stosowanej metody oznaczania wodorotlenku potasu z wykorzystaniem metody płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej zawartej w normie PN-88/Z04005.05 wynosi 1/5 wartości NDS.

W opracowanej metodzie do wyodrębniania wodorotlenku potasu z powietrza na stanowiskach zastosowano filtr nitrocelulozowy, zamiast płuczki ze szkłem spiekany zawierającej wodę. Pozwoliło to na zwiększenie objętości pobieranego powietrza, przez co zwiększyła się oznaczalność metody do ponad 1/10 wartości NDS. Ten sposób pobierania próbki powietrza umożliwi zastosowanie dozymetrii indywidualnej do oceny narażenia na wodorotlenek potasu.

## **PROCEDURA ANALITYCZNA**

### **1. Zakres metody**

Metodę podaną w niniejszej procedurze stosuje się do oznaczania wodorotlenku potasu w powietrzu na stanowiskach pracy z zastosowaniem absorpcyjnej spektrometrii atomowej, podczas przeprowadzania kontroli warunków sanitarnohigienicznych.

Najmniejsze stężenie wodorotlenku potasu, jakie można oznaczyć w warunkach pobierania próbek powietrza i wykonania oznaczania opisanych w niniejszej procedurze, wynosi 0,04 mg/m<sup>3</sup> (dla objętości pobranego powietrza 360 l).

### **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. Wodorotlenek potasu oznacza się w tym roztworze jako potas 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 części 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 wypłukać wodą.

#### 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 utylizacji uprawnionym instytucjom.

## 5. Odczynniki, roztwory i materiały

### 5.1. Acetylen rozpuszczony

Zgodnie z wymaganiami zawartymi w normie PN-C-84905:1998 należy stosować acetylen klasy czystości A.

### 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. Roztwór chlorku cezu

Stosować roztwór chlorku cezu przygotowany w następujący sposób: 1,28 g CsCl rozpuścić w 100 ml wody. Roztwór zawiera cez o stężeniu około 1%.

### 5.5. Roztwór wzorcowy podstawowy potasu

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

### 5.6. Roztwór wzorcowy pośredni potasu

Do kolby pomiarowej o pojemności 100 ml odmierzyć 5 ml roztworu wzorcowego podstawowego według punktu 5.5., uzupełnić do kreski wodą i dokładnie wymieszać. Stężenie potasu w tak przygotowanym roztworze wynosi 50  $\mu\text{g/ml}$ .

Trwałość roztworu wynosi 14 dni.

### 5.7. Roztwory wzorcowe robocze potasu

Stosować roztwory potasu o stężeniach: 0,2; 0,5; 1; 2 i 3  $\mu\text{g/ml}$ . Do pięciu kolb pomiarowych o pojemności 50 ml odmierzyć w mililitrach następujące objętości roztworu wzorcowego pośredniego według punktu 5.6.: 0,2; 0,5; 1; 2 i 3 ml, następnie dodać po 5 ml roztworu chlorku cezu według punktu 5.4. i 4 ml kwasu azotowego według punktu 5.3. Zawartość każdej kolby uzupełnić do kreski wodą i wymieszać. W szóstej kolbie o pojemności 50 ml przygotować roztwór próbki zerowej przez odmierzenie 5 ml roztworu chlorku cezu według punktu 5.4., 4 ml kwasu azotowego według punktu 5.3. i uzupełnienie zawartości kolby wodą do kreski.

Roztwory wzorcowe robocze należy przygotowywać w dniu wykonywania analizy.

### 5.8. Filtry membranowe

Stosować filtry membranowe z estrów celulozy o średnicy porów 0,85  $\mu\text{m}$  i średnicy około 3,5 mm. Filtry przygotowuje się w następujący sposób: w zlewce ze szkła borowo-krzemowego lub w naczyniu z polietylenu o pojemności 100 ml wlewa się do naczynia 80 ml wody i pozostawia pod przykryciem na 24 h, a następnie zlewa się wodę, a filtr pozostawia do wyschnięcia. Tak przygotowa-

ny filtr stosuje się do pobierania próbki powietrza. Wszelkie czynności przy filtrach należy wykonywać wyłącznie szczypcami z tworzywa sztucznego.

## **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 potasu.

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

- |                              |                   |
|------------------------------|-------------------|
| – długość fali               | 766,5 nm          |
| – płomień powietrze-acetylen | stechiometryczny. |

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 umieszczony w oprawce filtr według punktu 5.8. należy przepuścić do 720 l powietrza ze strumieniem objętości do 2 l/min (dozymetria indywidualna) lub do 20 l/min (pomiar stacjonarny).

Filtr z pobraną próbką powietrza może być przechowywany do dwóch tygodni w chłodziarce w zamkniętym pojemniku z tworzywa sztucznego.

## **8. Sporządzanie krzywej wzorcowej**

Wykonać trzykrotny pomiar absorbancji roztworów wzorcowych roboczych potasu według punktu 5.7., przyjmując ustalone według punktu 6.2. warunki pracy spektrofotometru. Do zerowania spektrofotometru należy używać roztworu próbki zerowej.

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

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

## **9. Wykonanie oznaczania**

Filtr, na który pobrano próbkę powietrza, należy umieścić w zlewce o pojemności 50 ml, dodać 2 ml kwasu azotowego według punktu 5.2. i ogrzewać na płycie grzejnej w temperaturze około 140 °C do odparowania tlenków azotu i uzyskania suchej pozostałości. Następnie dodać do zlewki 4 ml kwa-

su azotowego według punktu 5.3. i pozostawić na około 30 min. Zawartość zlewki przenieść ilościowo  $5 \div 6$  porcjami wody do kolby o pojemności 50 ml, dodać 5 ml roztworu chlorku cezu według punktu 5.4., następnie uzupełnić do kreski wodą i wymieszać.

Jednocześnie z mineralizacją filtra, na który pobrano próbkę powietrza, przeprowadzić w identyczny sposób mineralizację czystego, nieużywanego filtra według punktu 5.8. i przygotować roztwór do ślepej próby do oznaczanego pierwiastka, jak podano wcześniej.

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

W przypadku gdy spektrofotometr jest wyposażony w komputer, należy bezpośrednio przed przeprowadzeniem oznaczania potasu w roztworze do badania i roztworze do ślepej próby dokonać jego wzorcowania, używając pięciu roztworów wzorcowych o stężeniach pierwiastka według punktu 5.7. Do zerowania spektrofotometru należy używać roztworu próbki zerowej. Stężenie potasu w badanej próbce i roztworze do ślepej próby program obsługujący spektrofotometr oblicza automatycznie.

## 10. Obliczanie wyniku oznaczania

Stężenie wodorotlenku potasu ( $X$ ) w badanym powietrzu obliczyć w miligramach na metr sześcienny na podstawie wzoru:

$$X = \frac{(c - c_0) \cdot V_1 \cdot 1,43}{V},$$

w którym:

- $c$  – stężenie potasu w roztworze do badania, w mikrogramach na mililitr,
- $c_0$  – stężenie potasu 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,
- 1,43 – współczynnik przeliczeniowy potasu na wodorotlenek potasu.

## INFORMACJE DODATKOWE

Badania przeprowadzono z zastosowaniem spektrofotometru AA firmy Thermo Electron Corporation SOLAAR M przystosowanego do pracy z płomieniem powietrze-acetylen i wyposażonego w lampę z katodą wnątkową do oznaczania potasu.

Na podstawie wyników przeprowadzonych badań uzyskano następujące dane walidacyjne:

- granica oznaczania ilościowego            0,05  $\mu\text{g/ml}$
- współczynnik korelacji                        1,0000
- precyzja całkowita metody                 5,5%
- niepewność całkowita metody              11,7%.

## PIŚMIENICTWO

OSHA, Analytical Chemical Method, Method No. ID121, Metal and Metalloid Particulates in Workplace Atmospheres (Atomic Absorption), Pocket Guide to Chemical Hazards (CD), Department of Health and Human Services, DHHS (NIOSH) Publication No. 2005-151, September 2005.

---

*JOLANTA SURGIEWICZ*

### **Potassium hydroxide - determination method**

#### **A b s t r a c t**

This method is based on stopping selected potassium hydroxide on a membrane filter, mineralizing the sample with concentration nitric acid and preparing the solution for analysis in diluted nitric acid and caesium chloride. Potassium hydroxide in the solution is determined as potassium with flame atomic absorption spectrometry.

The detection limit of determined potassium hydroxide for this method is 0.04 mg/m<sup>3</sup>.