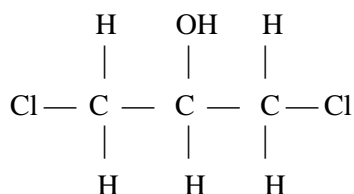


mgr BARBARA ROMANOWICZ
dr JAN GROMIEC
Instytut Medycyny Pracy
im. prof. dr. med. Jerzego Nofera
91-348 Łódź
ul. św. Teresy od Dzieciątka Jezus 8

1,3-Dichloropropan-2-ol

– metody oznaczania

Numer CAS: 96-23-1



Słowa kluczowe: 1,3-dichloropropan-2-ol, substancje rakotwórcze, analiza powietrza, stanowisko pracy, chromatografia gazowa.

Keywords: 1,3-dichloropropanol-2, cancerogenic substances, air analysis, workplace, gas chromatography.

Metodę przygotowano w dwóch wersjach.

Wersja I metody polega na adsorpcji par 1,3-dichloropropan-2-olu na Tenaxie, desorpcji związku acetonem i analizie chromatograficznej otrzymanego roztworu z detekcją płomieniowo-jonizacyjną.

Oznaczalność metody wynosi 0,5 mg/m³ (dla próbki o objętości 10 l).

Wersja II metody polega na adsorpcji par 1,3-dichloropropan-2-olu na Tenaxie, desorpcji związku acetonem i analizie chromatograficznej otrzymanego roztworu z detekcją wychwytu elektronów.

Oznaczalność metody wynosi 0,005 mg/m³.

UWAGI WSTĘPNE

1,3-Dichloropropan-2-ol (1,3-dichloropropan-2-ol, 1,3-dichloro-2-hydroksypropan, 1,3-dichloroizopropylowy alkohol, DCP) jest otrzymywany w wyniku reakcji glicerolu z kwasem octowym i gazowym chlorowodorem. Chemicznie czysty 1,3-dichloropropan-2-ol jest cieczą o lekko żółtym zabarwieniu i eterycznym zapachu. Związek słabo rozpuszcza się w wodzie (10 mg/l w temp. 25 °C), natomiast dobrze rozpuszcza się w alkoholach, eterach oraz w większości rozpuszczalników organicznych.

Najważniejsze właściwości fizykochemiczne 1,3-dichloropropan-2-olu:

– masa cząsteczkowa 128,99

– temperatura wrzenia	174,3 °C
– temperatura topnienia	- 4 °C
– temperatura zapłonu	77 °C (metoda tygła otwartego)
– temperatura zapłonu	85 °C (metoda tygła zamkniętego)
– gęstość względna	1,3506 (w temp. 20 °C, woda = 1)
– gęstość względna par	4,41 (powietrze = 1)
– prężność par	0,75 mmHg (w temp. 25 °C) kPa (w temp. 20 °C)
– współczynnik podziału oktanol-woda	54,6
– pKa (stała dysocjacji)	12,87±0,2 (w temp. 20 °C).

Zgodnie z rozporządzeniem ministra zdrowia z dnia 28 września 2005 r. w sprawie wykazu substancji niebezpiecznych wraz z ich klasyfikacją i oznakowaniem (DzU nr 201, poz. 1674) wdrażającym dyrektywę 67/548/EWG z późn. zmianami. 1,3-dichloropropan-2-ol znajduje się w wykazie niebezpiecznych substancji chemicznych (numer indeksowy związku: 602-064-00-0) i został sklasyfikowany jako:

- substancja rakotwórcza kat. 2. (substancja, która powinna być rozpatrywana jako rakotwórcza dla człowieka) z przypisanym zwrotem określającym zagrożenie „może powodować raka” (R45)
- substancja toksyczna (T) z przypisanym zwrotem określającym zagrożenie „działa toksycznie po połknięciu” (R25)
- substancja szkodliwa (Xn) z przypisanym zwrotem określającym zagrożenie „działa szkodliwie w kontakcie ze skórą” (R21).

PROCEDURA ANALITYCZNA I

Adsorpcja par 1,3-dichloropropan-2-olu na Tenaxie i analiza z detektorem FID

1. Zakres metody

Metodę stosuje się do oznaczania zawartości par 1,3-dichloropropan-2-olu w powietrzu na stanowiskach pracy.

Najmniejsze stężenie 1,3-dichloropropan-2-olu, jakie można oznaczyć w warunkach pobierania próbek powietrza i wykonania oznaczania opisanych w metodzie, wynosi 0,5 mg/m³ dla próbki powietrza o objętości 10 l.

2. Norma powołana

Do stosowania niniejszej metody niezbędna jest norma PN-Z-04008-7 „Ochrona czystości powietrza – Pobieranie próbek – Zasady pobierania próbek powietrza w środowisku pracy i interpretacji wyników”. W przypadku powołań datowanych ma zastosowanie wyłącznie wydanie cytowane. W przypadku powołań niedatowanych stosuje się ostatnie wydanie dokumentu powołanego (łącznie ze zmianami). Powołanie na normę PN ustanowioną przed 1994 r. oznacza odniesienie do jej treści aktualnej na koniec 1993 r.

3. Zasada metody

Metoda polega na adsorpcji par 1,3-dichloropropan-2-olu na Tenaxie desorpcji związku acetonem i analizie chromatograficznej, z detekcją płomieniowo-jonizacyjną, otrzymanego roztworu.

4. Wytyczne ogólne

4.1. Czystość odczynników

Do analizy należy stosować odczynniki i substancje wzorcowe o stopniu czystości co najmniej cz.d.a., o ile nie zaznaczono inaczej.

4.2. Dokładność ważenia

Substancje stosowane w analizie należy ważyć z dokładnością do 0,0002 g.

4.3. Postępowanie z substancjami toksycznymi

Wszystkie czynności, podczas których używa się substancji wzorcowych, należy wykonywać pod sprawnie działającym wyciągiem laboratoryjnym.

Zużyte roztwory i odczynniki należy gromadzić w przeznaczonych do tego celu pojemnikach i przekazywać do utylizacji uprawnionym instytucjom.

5. Odczynniki, roztwory i materiały

5.1. 1,3-Dichloropropan-2-ol ≥ 97 -procentowy (GC)

Stosować według punktu 4.

5.2. Aceton

Stosować według punktu 4.

5.3. Roztwór wzorcowy podstawowy 1,3-dichloropropan-2-olu

Kolbę pomiarową o pojemności 10 ml według punktu 6.4. zważyć, dodać 37 μ l (około 50 mg) 1,3-dichloropropan-2-olu i ponownie zważyć w celu określenia rzeczywistej ilości wzorca. Kolbę dopełnić do kreski acetonem i wymieszać. Obliczyć zawartość 1,3-dichloropropan-2-olu w 1 ml roztworu.

Roztwór wzorcowy podstawowy przechowywany w chłodziarce i szczelnie zamknięty zachowuje trwałość przez 7 dni.

5.4. Roztwory wzorcowe robocze 1,3-dichloropropan-2-olu

Do siedmiu naczynek według punktu 6.5. odmierzyć: 1; 3; 5; 7; 10; 15 i 20 μ l roztworu wzorcowego podstawowego według punktu 5.3., dopełnić acetonem do 1 ml i wymieszać. Zawartość 1,3-dichloropropan-2-olu w mikrogramach w 1 ml tak przygotowanych roztworów wynosi odpowiednio: 5; 15; 25; 35; 50; 75 i 100 μ g, co odpowiada stężeniom związku w zakresie: $0,5 \div 10$ mg w 1 m³ powietrza przy pobieraniu próbek powietrza według punktu 7. i wykonaniu oznaczania według punktu 10.

Roztwory wzorcowe przygotowane według punktu 5.4. są nietrwałe i należy przygotowywać je w dniu wykonywania oznaczania.

5.5. Gazy sprężone do chromatografu

Stosować: hel lub argon jako gaz nośny, wodór i powietrze do detektora, o czystości zgodnej z instrukcją aparatu.

6. Przyrządy pomiarowe i sprzęt pomocniczy

6.1. Chromatograf gazowy

Stosować chromatograf gazowy z detektorem płomieniowo-jonizacyjnym (FID) wyposażony w integrator elektroniczny lub komputer z programem sterowania i zbierania danych.

6.2. Kolumna chromatograficzna

Stosować kolumnę zapewniającą rozdział 1,3-dichloropropan-2-olu od innych substancji występujących jednocześnie w badanym powietrzu, np. kolumnę kapilarną wypełnioną niepolarną fazą stacjonarną ((5%-Phenyl)-methylsilicone) o długości 30 m, średnicy wewnętrznej 0,53 mm i grubości filmu 1,8 μm .

6.3. Mikrostrzykawki

Stosować mikrostrzykawki szklane z igłami do cieczy o pojemności 10 i 1000 μl .

6.4. Kolba pomiarowa ze szkła ciemnego

Stosować kolbę pomiarową ze szkła ciemnego o pojemności 10 ml.

6.5. Naczynka

Stosować naczynka ze szkła ciemnego, kapslowane lub zakręcane, z uszczelkami z gumy silikonowej pokrytej folią teflonową, umożliwiające pobieranie zawartości mikrostrzykawką bez otwierania naczynka i mieszczące po 2 ml roztworu.

6.6. Pompa

Stosować pompę ssącą, umożliwiającą pobranie powietrza w strefie oddychania pracownika, ze stałym strumieniem objętości według punktu 7.

6.7. Rurki pochłaniające

Stosować rurki wypełnione Tenaxem, firmy SKC Cat. No 226-35-03.

7. Pobieranie próbek powietrza

Należy stosować się do wymagań zawartych w normie PN-Z-04008-7 podczas pobierania próbek powietrza.

W miejscu pobierania próbek zdjąć kapturki z rurki pochłaniającej, umocować rurkę w pozycji pionowej i połączyć z urządzeniem zasysającym od strony krótszej warstwy sorbentu. Przez rurkę pochłaniającą przepuścić 10 l badanego powietrza ze stałym strumieniem objętości, nie większym niż 10 l/h.

Rurki z pobranymi próbkami zabezpieczone kapturkami i przechowywane w chłodziarce są trwałe przez 7 dni.

8. Warunki pracy chromatografu

Należy dobrać takie warunki pracy chromatografu, aby uzyskać rozdział 1,3-dichloropropan-2-olu od acetonu i substancji współwystępujących. W przypadku stosowania kolumny kapilarnej według punktu 6.2., oznaczanie można wykonać w następujących warunkach:

– temperatura kolumny programowana:

45 °C (0,2 min) → przyrost 40 °C /min → 190 °C (5 min)

– temperatura dozownika

220 °C

– temperatura detektora

250 °C

– strumień objętości gazu nośnego przez kolumnę 5 ml/min

– strumień objętości gazu uzupełniającego	25 ml/min
– strumień objętości wodoru	30 ml/min
– strumień objętości powietrza	300 ml/min.

Nową kolumnę należy kondycjonować w strumieniu gazu nośnego w temperaturze 250 °C do otrzymania prawidłowej linii zerowej.

9. Sporządzanie krzywej wzorcowej

Do chromatografu wprowadzić za pomocą mikrostrzykawki według punktu 6.3. po 1 µl roztworów roboczych według punktu 5.4. i analizować chromatograficznie w warunkach podanych w punkcie 8.

Przed pobraniem kolejnych roztworów strzykawkę należy kilkakrotnie przepłukać analizowanym roztworem. Dla każdego roztworu wykonać co najmniej dwa oznaczenia, odczytać powierzchnie pików według wskazań integratora i obliczyć średnią arytmetyczną dla każdego roztworu. Różnica między wynikami pomiarów a wartością średnią nie powinna być większa niż 5% tej wartości. Następnie sporządzić krzywą wzorcową, odkładając na osi odciętych zawartości 1,3-dichloropropan-2-olu w mikrogramach w 1 ml roztworów wzorcowych, a na osi rzędnych – odpowiadające im średnie powierzchnie pików. Dopuszcza się korzystanie z automatycznego wzorcowania i generacji raportów integratorów lub komputerowych stacji akwizycji danych zgodnie z ich instrukcjami obsługi.

10. Wykonanie oznaczania

Po pobraniu próbki powietrza w warunkach podanych w punkcie 7. należy przesypać oddzielnie każdą warstwę sorbentu z rurki pochłaniającej do naczynek według punktu 6.5. Następnie dodać po 1 ml acetonu, naczynka szczelnie zamknąć i pozostawić na 60 min, wstrząsając ich zawartość co pewien czas. Po tym czasie należy pobrać 1 µl roztworu z nad dłuższej warstwy Tenaxu i analizować chromatograficznie w warunkach podanych w punkcie 8. Oznaczenie z każdego roztworu wykonać co najmniej dwukrotnie. Odczytać powierzchnie pików według wskazań integratora i obliczyć wartość średnią. Różnica między wynikami pomiarów a wartością średnią nie powinna być większa niż 5% tej wartości. Zawartość 1,3-dichloropropan-2-olu w próbce odczytać z wykresu krzywej wzorcowej lub wyliczyć. W taki sam sposób analizować roztwory z nad krótszej warstwy Tenaxu. Masa substancji oznaczona w krótszej warstwie Tenaxu nie powinna przekraczać 10% ilości oznaczonej w dłuższej warstwie, w przeciwnym razie wynik należy traktować jako orientacyjny.

11. Wyznaczanie współczynnika desorpcji

Do pięciu naczynek według punktu 6.5. wsypać Tenax z rurek według punktu 6.7. w ilości odpowiadającej dłuższej warstwie w rurce pochłaniającej i dodać mikrostrzykawką po 10 µl roztworu wzorcowego podstawowego 1,3-dichloropropan-2-olu według punktu 5.3. Naczynka szczelnie zamknąć i pozostawić do następnego dnia. Następnie do naczynek dodać po 1 ml acetonu i dalej tak postępować jak z próbkami badanymi w warunkach podanych w punkcie 10. Jednocześnie wykonać oznaczenie co najmniej dwóch roztworów porównawczych, przygotowanych przez

wprowadzenie 10 µl roztworu wzorcowego podstawowego według punktu 5.3. do 1 ml acetonu oraz próbki kontrolnej zawierającej 100 mg stosowanego adsorbentu i 1 ml acetonu.

Współczynnik desorpcji dla 1,3-dichloropropan-2-olu (d) obliczyć na podstawie wzoru:

$$d = \frac{P_d - P_o}{P_p},$$

w którym:

- P_d – średnia powierzchnia pików 1,3-dichloropropan-2-olu z chromatogramów roztworów po desorpcji,
- P_o – średnia powierzchnia pików 1,3-dichloropropan-2-olu z chromatogramów roztworów kontrolnych,
- P_p – średnia powierzchnia pików 1,3-dichloropropan-2-olu z chromatogramów roztworu porównawczego.

Następnie obliczyć średnią arytmetyczną wartość współczynnika desorpcji dla oznaczanej substancji (\bar{d}) jako średnią arytmetyczną otrzymanych wartości d . Współczynnik desorpcji należy zawsze oznaczać dla nowej partii stosowanego sorbentu.

12. Obliczanie wyniku oznaczania

Stężenie 1,3-dichloropropan-2-olu (X) w badanym powietrzu obliczyć w miligramach na metr sześcienny na podstawie wzoru:

$$X = \frac{(m_1 + m_2)}{V \cdot \bar{d}},$$

w którym:

- m_1 – masa 1,3-dichloropropan-2-olu w roztworze znad dłuższej warstwy sorbentu odczytana z krzywej wzorcowej, w mikrogramach,
- m_2 – masa badanego 1,3-dichloropropan-2-olu w roztworze znad krótszej warstwy sorbentu odczytana z krzywej wzorcowej, w mikrogramach,
- V – objętość powietrza przepuszczonego przez rurkę pochłaniającą, w litrach,
- \bar{d} – średnia wartość współczynnika desorpcji badanego 1,3-dichloropropan-2-olu, oznaczona według punktu 11.

INFORMACJE DODATKOWE

Badania wykonano, stosując chromatograf gazowy Hewlett-Packard HP 5890 seria II, wyposażony w detektor płomieniowo-jonizacyjny (FID) i kolumnę kapilarną (HP-5, 30 m × 0,53 mm) wypełnioną niepolarną fazą stacjonarną (5%-Phenyl)-methylsilicone (grubość filmu 1,8 µm).

Na podstawie przeprowadzonych badań uzyskano dla 1,3-dichloropropan-2-olu następujące dane walidacyjne:

- | | |
|---|---------------|
| – zakres pomiarowy | 5 ÷ 100 µg/ml |
| – granica wykrywalności, x_{gw} | 0,0779 µg/ml |
| – granica oznaczania ilościowego, x_{ozn} | 0,2596 µg/ml |

- współczynnik korelacji charakteryzujący liniowość krzywej wzorcowej, r 0,9998
- całkowita precyzja badania, V_c 5,23%
- całkowita niepewność metody 10,85%.

BARBARA ROMANOWICZ, JAN GROMIEC

1,3-Dichloropropanol-2 - determination method I

A b s t r a c t

The method is based on the adsorption of 1,3-dichloropropanol-2 vapours on Tenax. Samples are desorbed with acetone and analyzed by gas chromatography with a flame ionization detector (GC-FID).

The determination limit of the method is 0.5 mg/m³ for 10 l air sample.

PROCEDURA ANALITYCZNA II

Adsorpcja par 1,3-dichloropropan-2-olu na sorbencie Tenax i analiza z detektorem ECD

1. Zakres metody

Metodę stosuje się do oznaczania zawartości par 1,3-dichloropropan-2-olu w powietrzu na stanowiskach pracy.

Najmniejsze stężenie 1,3-dichloropropan-2-olu, jakie można oznaczyć w warunkach pobierania próbek powietrza i wykonania oznaczania opisanych w metodzie, wynosi 0,005 mg/m³.

2. Norma powołana

PN-Z-04008-7 „Ochrona czystości powietrza – Pobieranie próbek – Zasady pobierania próbek powietrza w środowisku pracy i interpretacji wyników”.

3. Zasada metody

Metoda polega na adsorpcji par 1,3-dichloropropan-2-olu na Tenaxie, desorpcji związku acetonem i analizie chromatograficznej otrzymanego roztworu z detekcją wychwytu elektronów.

4. Wytyczne ogólne

4.1. Czystość odczynników

Do analizy należy stosować odczynniki i substancje wzorcowe o stopniu czystości co najmniej cz.d.a., o ile nie zaznaczono inaczej.

4.2. Dokładność ważenia

Substancje stosowane w analizie należy ważyć z dokładnością do 0,0002 g.

4.3. Postępowanie z substancjami toksycznymi

Wszystkie czynności, podczas których używa się substancji wzorcowych, należy wykonywać pod sprawnie działającym wyciągiem laboratoryjnym.

Zużyte roztwory i odczynniki należy gromadzić w przeznaczonych do tego celu pojemnikach i przekazywać do utylizacji uprawnionym instytucjom.

5. Odczynniki, roztwory i materiały

5.1. 1,3-dichloropropan-2-ol \geq 97-procentowy (GC)

Stosować według punktu 4.

5.2. Aceton

Stosować według punktu 4.

5.3. Roztwór wzorcowy podstawowy 1,3-dichloropropan-2-olu

Do kolby pomiarowej o pojemności 100 ml według punktu 6.4. wlać 100 ml acetonu według punktu 5.2., zważyć i dodać 3,7 μ l (około 5 mg) 1,3-dichloropropan-2-olu i ponownie zważyć w

celu określenia rzeczywistej ilości wzorca. Obliczyć zawartość 1,3-dichloropropan-2-olu w 1 ml roztworu.

Roztwór wzorcowy podstawowy przechowywany w chłodziarce i szczelnie zamknięty zachowuje trwałość przez 2 dni.

5.4. Roztwory wzorcowe robocze 1,3-dichloropropan-2-olu

Do pięciu naczynek według punktu 6.5. odmierzyć: 1; 2; 4; 7 i 10 μl roztworu wzorcowego podstawowego według punktu 5.3., dopełnić acetonem do 1 ml i wymieszać. Zawartość 1,3-dichloropropan-2-olu w nanogramach w 1 ml tak przygotowanych roztworów wynosi odpowiednio: 50; 100; 200; 350 i 500 ng, co odpowiada stężeniom związku w zakresie $0,005 \div 0,05 \text{ mg w } 1 \text{ m}^3$ powietrza przy pobieraniu próbek powietrza według punktu 7. i wykonaniu oznaczania według punktu 10.

Roztwory wzorcowe przygotowane według punktu 5.4. są nietrwałe i należy przygotowywać je w dniu wykonywania oznaczania.

5.5. Gazy sprężone do chromatografu

Stosować: hel lub argon jako gaz nośny, wodór i powietrze do detektora, o czystości zgodnej z instrukcją aparatu.

6. Przyrządy pomiarowe i sprzęt pomocniczy

6.1. Chromatograf gazowy

Stosować chromatograf gazowy z detektorem wychwyty elektronów (ECD) wyposażony w integrator elektroniczny lub komputer z programem sterowania i zbierania danych.

6.2. Kolumna chromatograficzna

Stosować kolumnę zapewniającą rozdział 1,3-dichloropropan-2-olu od innych związków chlorowcoorganicznych występujących jednocześnie w badanym powietrzu, np. kolumnę kapilarną wypełnioną niepolarną fazą stacjonarną ((5%-Phenyl)-methylsilicone) o długości 30 m, średnicy wewnętrznej 0,53 mm i grubości filmu 1,8 μm .

6.3. Mikrostrzykawki

Stosować mikrostrzykawki szklane z igłami do cieczy o pojemności 10 i 1000 μl .

6.4. Kolba pomiarowa ze szkła ciemnego

Stosować kolbę pomiarową ze szkła ciemnego o pojemności 100 ml.

6.5. Naczynka

Stosować naczynka ze szkła ciemnego, kapslowane lub zakręcane, z uszczelkami z gumy silikonowej pokrytej folią teflonową, umożliwiające pobieranie zawartości mikrostrzykawką bez otwierania naczynka i mieszczące po 2 ml roztworu.

6.6. Pompa

Stosować pompę ssącą umożliwiającą pobranie powietrza w strefie oddychania pracownika, ze stałym strumieniem objętości według punktu 7.

6.7. Rurki pochłaniające

Stosować rurki wypełnione Tenaxem, firmy SKC Cat. No 226-35-03.

7. Pobieranie próbek powietrza

Należy stosować się do wymagań zawartych w normie PN-Z-04008-7 podczas pobierania próbek powietrza.

W miejscu pobierania próbek zdjęć kapturki z rurki pochłaniającej, umocować rurkę w pozycji pionowej i połączyć z urządzeniem zasysającym od strony krótszej warstwy sorbentu. Przez rurkę pochłaniającą przepuścić 10 l badanego powietrza ze stałym strumieniem objętości, nie większym niż 10 l/h.

Rurki z pobranymi próbkami zabezpieczone kapturkami i przechowywane w chłodziarce są trwałe przez 7 dni.

8. Warunki pracy chromatografu

Należy dobrać takie warunki pracy chromatografu, aby uzyskać rozdział 1,3-dichloropropan-2-olu od substancji współwystępujących. W przypadku stosowania kolumny kapilarnej według punktu 6.2. oznaczanie można wykonać w następujących warunkach:

- temperatura dozownika 250 °C
- praca komory nastrzykowej bez dzielenia próbki (*splitless*)
- temperatura kolumny programowana
100 °C (0,8 min) → przyrost 50 °C /min → 200 °C (2,5 min)
- gaz nośny hel
- gaz pomocniczy azot
- temperatura detektora 270 °C
- strumień objętości gazu nośnego przez kolumnę 5 ml/min
- strumień objętości gazu uzupełniającego 60 ml/min.

Nową kolumnę należy kondycjonować w strumieniu gazu nośnego w temperaturze 250 °C do otrzymania prawidłowej linii zerowej.

9. Sporządzanie krzywej wzorcowej

Do chromatografu wprowadzić za pomocą mikrostrzykawki według punktu 6.3. po 2 µl roztworów roboczych według punktu 5.4. i analizować chromatograficznie w warunkach podanych w punkcie 8.

Przed pobraniem kolejnych roztworów strzykawkę należy kilkakrotnie przepłukać analizowanym roztworem. Dla każdego roztworu wykonać co najmniej dwa oznaczenia, odczytać powierzchnie pików według wskazań integratora i obliczyć średnią arytmetyczną dla każdego roztworu. Różnica między wynikami pomiarów a wartością średnią nie powinna być większa niż 5% tej wartości. Następnie sporządzić krzywą wzorcową, odkładając na osi odciętych logarytmy naturalne liczbowej zawartości 1,3-dichloropropan-2-olu w 1 ml roztworów wzorcowych roboczych, a na osi rzędnych – odpowiadające im logarytmy naturalne średnich powierzchni pików. Dopuszcza się korzystanie z automatycznego wzorcowania i komputerowej stacji akwizycji danych do otrzymania krzywej wzorcowej zależności liniowej zgodnej z równaniem kwadratowym.

10. Wykonanie oznaczania

Po pobraniu próbki powietrza w warunkach podanych w punkcie 7. należy przesypać oddzielnie każdą warstwę sorbentu z rurki pochłaniającej do naczynek według punktu 6.5. Następnie dodać po 1 ml acetonu, naczynka szczelnie zamknąć i pozostawić na 60 min, wstrząsając ich zawartość

co pewien czas. Po tym czasie należy pobrać 2 µl roztworu z nad dłuższej warstwy sorbentu i analizować chromatograficznie w warunkach podanych w punkcie 8. Oznaczanie z każdego roztworu wykonać co najmniej dwukrotnie. Odczytać powierzchnie pików według wskazań integratora i obliczyć wartość średnią. Różnica między wynikami pomiarów a wartością średnią nie powinna być większa niż 5% tej wartości. Zlogarytmowaną zawartość 1,3-dichloropropan-2-olu w próbce odczytać z wykresu krzywej wzorcowej i wyliczyć stężenie przez odlogarytmowanie logarytmu. W taki sam sposób analizować roztwory z nad krótszej warstwy sorbentu.

Masa substancji oznaczona w krótszej warstwie Tenaxu nie powinna przekraczać 10% ilości oznaczonej w dłuższej warstwie, w przeciwnym razie wynik należy traktować jako orientacyjny.

11. Wyznaczanie współczynnika desorpcji

Do pięciu naczynek przygotowanych według punktu 6.5. wysypać Tenax z rurek według punktu 6.7. w ilości odpowiadającej dłuższej warstwie w rurce pochłaniającej i dodać mikrostrzykawką po 10 µl roztworu wzorcowego podstawowego 1,3-dichloropropan-2-olu według punktu 5.3. Naczynka szczelnie zamknąć i pozostawić do następnego dnia. Następnie do naczynek dodać po 1 ml acetonu i dalej tak postępować jak z próbkami badanymi w warunkach podanych w punkcie 10. Jednocześnie wykonać oznaczanie co najmniej dwóch roztworów porównawczych, przygotowanych przez wprowadzenie 10 µl roztworu wzorcowego podstawowego według punktu 5.3. do 1 ml acetonu oraz próbki kontrolnej zawierającej 100 mg stosowanego sorbentu i 1 ml acetonu.

Współczynnik desorpcji dla 1,3-dichloropropanolu-2 (d) obliczyć na podstawie wzoru:

$$d = \frac{P_d - P_o}{P_p},$$

w którym:

P_d – średnia powierzchnia pików 1,3-dichloropropan-2-olu z chromatogramów roztworów po desorpcji,

P_o – średnia powierzchnia pików 1,3-dichloropropan-2-olu z chromatogramów roztworów kontrolnych,

P_p – średnia powierzchnia pików 1,3-dichloropropan-2-olu z chromatogramów roztworu porównawczego.

Następnie obliczyć średnią arytmetyczną wartość współczynnika desorpcji dla oznaczanej substancji (\bar{d}) jako średnią arytmetyczną otrzymanych wartości d . Współczynnik desorpcji należy zawsze oznaczać dla nowej partii stosowanego sorbentu.

12. Obliczanie wyniku oznaczania

Stężenie 1,3-dichloropropan-2-olu (X) w badanym powietrzu obliczyć w miligramach na metr sześcienny na podstawie wzoru:

$$X = \frac{(m_1 + m_2)}{V \cdot \bar{d}},$$

w którym:

- m_1 – masa 1,3-dichloropropan-2-olu w roztworze znad dłuższej warstwy sorbentu wyznaczona po przekształceniu logarytmu naturalnego tej wartości odczytanego z krzywej wzorcowej, w miligramach,
- m_2 – masa 1,3-dichloropropan-2-olu w roztworze znad krótszej warstwy sorbentu wyznaczona po przekształceniu logarytmu naturalnego tej wartości odczytanego z krzywej wzorcowej, w miligramach,
- V – objętość powietrza przepuszczonego przez rurkę pochłaniającą, w litrach,
- \bar{d} – średnia wartość współczynnika desorpcji 1,3-dichloropropan-2-olu oznaczona według punktu 11.

INFORMACJE DODATKOWE

Badania wykonano, stosując chromatograf gazowy Hewlett-Packard HP 5890 seria II, wyposażony w detektor wychwytu elektronów (ECD) i kolumnę kapilarną (HP-5, 30 m × 0,53 mm) wypełnioną niepolarną fazą stacjonarną (5%-Phenyl)-methylsilicone (grubość filmu 1,8 μm).

Na podstawie przeprowadzonych badań uzyskano dla 1,3-dichloropropan-2-olu następujące dane walidacyjne:

– zakres pomiarowy	0,05 ÷ 0,5 μg/ml (0,001 ÷ 0,02 mg/m ³ dla próbki powietrza objętości 10 l
– granica wykrywalności, x_{gw}	0,0011 μg/ml
– granica oznaczania ilościowego, x_{ozn}	0,0015 μg/ml
– współczynnik korelacji charakteryzujący liniowość krzywej wzorcowej, uzyskany po przekształceniu regresji nieliniowej, r	0,9991
– całkowita precyzja badania, V_c	5,38%
– całkowita niepewność metody	11,16%.

BARBARA ROMANOWICZ, JAN GROMIEC

1,3-Dichloropropanol-2 – determination method II

A b s t r a c t

The method is based on the adsorption of 1,3-dichloropropanol-2 vapours on Tenax. Samples are desorbed with acetone and analyzed by gas chromatography with an electron capture detector (GC-ECD).

The determination limit of the method is 0.005 mg/m³.