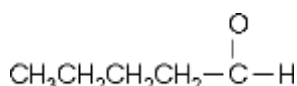


dr SŁAWOMIR BRZEŹNICKI  
Instytut Medycyny Pracy  
im. prof. dr. med. Jerzego Nofera  
91-348 Łódź  
ul. św. Teresy od Dzieciątka Jezus 8

# n-Pentanal

## – metoda oznaczania

Numer CAS: 110-62-3



**Słowa kluczowe:** n-pentanal, analiza powietrza, stanowisko pracy, chromatografia cieczowa.

**Key words:** n-pentanal, air analysis, workplace, high performance liquid chromatography (HPLC).

Metodę stosuje się do oznaczania stężeń n-pentanal w powietrzu na stanowiskach pracy podczas przeprowadzania kontroli warunków sanitarnohigienicznych.

Metoda polega na ekstrakcji acetonitrylem, powstałej w wyniku reakcji n-pentanal z osadzoną na żelu krzemionkowym dinitrofenylohydrazyną, barwnej pochodnej i jej ilościowym oznaczeniu za pomocą wysokosprawnej chromatografii cieczowej.

Oznaczalność metody wynosi 2 mg/m<sup>3</sup>.

### UWAGI WSTĘPNE

Najważniejsze właściwości fizykochemiczne n-pentanal (aldehyd walerianowy, amyl aldehyde, butyl formal i valeraldehyde):

– wzór sumaryczny	C <sub>5</sub> H <sub>10</sub> O
– ciężar molowy	86,13
– temperatura topnienia	-91,5 °C
– temperatura wrzenia	103 °C
– gęstość względna par (powietrze = 1)	3,0
– gęstość względna	0,8095 (w temp. 20 °C / 4 °C)
– prężność par	3,466 kPa (w temp. 20 °C)
– współczynnik załamania światła	1,3944 (w temp. 20 °C)
– lepkość	0,54 mPa (w temp. 20 °C).

n-Pentanal występuje w postaci bezbarwnej cieczy o ostrym, cierpkim zapachu. Związek ten powstaje w wyniku odwodornienia n-pentanolu w obecności miedzi jako katalizatora. Innym sposobem otrzymywania n-pentanal jest destylacja walerianianu wapnia i walerianianu mrówkowego, utlenianie alkoholu amylowego lub redukcja kwasu waleriano-

wego. n-Pentanal słabo rozpuszcza się w wodzie, natomiast jest dobrze rozpuszczalny w: etanolu, eterze, glikolu propylenowym i olejach.

n-Pentanal jest produktem naturalnie występującym w środowisku. Jego źródłem mogą być: rośliny, mikroorganizmy, wydaliny zwierząt oraz pożary lasów. n-Pentanal do atmosfery może dostawać się także podczas produkcji, transportowania i składowania lub podczas procesów produkcyjnych, w których jest stosowany jako produkt przejściowy. Obecność n-pentanal w spalinach silnikowych oraz w takich niektórych elementach wyposażenia budynków, jak sklejka powlekana poliuretanem czy wykładziny dywanowe.

n-Pentanal jest stosowany jako dodatek smakowy do żywności i napojów, monomer przy produkcji żywic acetalowych lub przyspieszacz w przemyśle gumowym. Głównymi drogami narażenia na n-pentanal są: drogi oddechowe, skóra i przewód pokarmowy. n-Pentanal jest substancją o działaniu drażniącym. Wdychanie par tego związku może powodować: podrażnienia dróg oddechowych, śluzówek oczu, skóry oraz wymioty.

W Polsce nie ustalono wartości najwyższego dopuszczalnego stężenia dla n-pentanal. Z tego względu zakres roboczy opracowywanej metody analitycznej określono, przyjmując za podstawę wartość TLV zalecaną przez ACGIH i wynoszącą 50 ppm (175 mg/m<sup>3</sup>). W przygotowanej dokumentacji n-pentanal proponuje się przyjęcie stężenia 118 mg/m<sup>3</sup> za wartości NDS związku, a stężenia 300 mg/m<sup>3</sup> za jego wartość NDSCh.

## **PROCEDURA ANALITYCZNA**

### **1. Zakres metody**

Metodę stosuje się do oznaczania n-pentanal w powietrzu na stanowiskach pracy podczas przeprowadzania kontroli warunków sanitarnohigienicznych.

Najmniejsze stężenie n-pentanal, jakie można oznaczyć w warunkach pobierania próbek powietrza i wykonywania oznaczania opisanych w metodzie, wynosi 2 mg/m<sup>3</sup> powietrza.

### **2. Norma powołana**

PN-Z-04008-7:2002/Az1:2004 Ochrona czystości powietrza – Pobieranie próbek – Zasady pobierania próbek powietrza w środowisku pracy i interpretacji wyników.

### **3. Zasada metody**

Metoda polega na ekstrakcji acetonitrylem, powstałej w wyniku reakcji n-pentanal z osadzoną na żelu krzemionkowym dinitrofenylohydrazyną, barwnej pochodnej i jej ilościowe oznaczanie za pomocą wysokosprawnej chromatografii cieczowej.

### **4. Wytyczne ogólne**

#### **4.1. Czystość odczynników**

Do analizy należy stosować odczynniki i substancje wzorcowe o stopniu czystości co najmniej cz.d.a.

#### **4.2. Dokładność ważenia**

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

#### 4.3. Postępowanie z substancjami toksycznymi

Czynności, podczas których używa się rozpuszczalników organicznych, należy wykonywać pod sprawnie działającym wyciągiem. Zużyte roztwory i odczynniki należy gromadzić w przeznaczonych do tego celu pojemnikach i przekazywać do zakładów zajmujących się utylizacją.

### 5. Odczynniki, roztwory i materiały

#### 5.1. Acetonitryl do HPLC

Stosować według punktu 4.

#### 5.2. Azot sprężony

Stosować wg punktu 4.

#### 5.3. Dinitrofenylohydrazyna

Stosować wg punktu 4.

#### 5.4. Dinitrofenylohydrazon n-pentanal

Stosować wg punktu 4.

#### 5.5. Kwas fosforowy 85-procentowy

Stosować wg punktu 4.

#### 5.6. Roztwór pokrywający dinitrofenylohydrazyny

Odważyć 40 mg dinitrofenylohydrazyny i przenieść do kolby pomiarowej o pojemności 10 ml i rozpuścić w acetonitrylu, następnie dodać 0,05 ml kwasu fosforowego wg punktu 5.5. Stężenie dinitrofenylohydrazyny w tak przygotowanym roztworze wynosi 4 mg/ml.

#### 5.7. Roztwór podstawowy dinitrofenylohydrazonu n-pentanal

Odważyć dokładnie 1,545 g dinitrofenylohydrazonu n-pentanal i przenieść do kolby pomiarowej o pojemności 25 ml i następnie rozpuścić w acetonitrylu. Stężenie tego związku w tak przygotowanym roztworze wynosi 61,8 mg/ml, co odpowiada stężeniu 20 mg/ml n-pentanal. Tak przygotowany roztwór przechowywany w lodówce jest trwały przez okres minimum 60 dni.

#### 5.8. Roztwory wzorcowe robocze dinitrofenylohydrazonu n-pentanal

Do dziewięciu kolb pomiarowych o pojemności 10 ml odmierzyć odpowiednio, w mililitrach: 0,00; 0,05; 0,1; 0,25; 0,5; 1; 2,5; 5 i 10 roztworu podstawowego dinitrofenylohydrazonu n-pentanal i uzupełnić acetonitrylem do kreski. Stężenia n-pentanal w tak przygotowanych roztworach wynoszą odpowiednio: 0,1; 0,2; 0,5; 1; 2; 5; 10 i 20 mg/ml.

#### 5.9. Tetrahydrofuran do HPLC

Stosować wg punktu 4.

#### 5.10. Woda do HPLC

Stosować wg punktu 4.

### 6. Przyrządy pomiarowe i sprzęt pomocniczy

#### 6.1. Chromatograf ciekłowy

Stosować chromatograf ciekłowy z detektorem spektrofotometrycznym umożliwiającym wykonanie oznaczeń przy długości fali 360 nm.

#### 6.2. Kolumna chromatograficzna

Stosować kolumnę chromatograficzną stalową o długości 250 mm i średnicy wewnętrznej 3 mm wypełnioną żelem krzemionkowym o średnicy ziaren 5 µm.

### 6.3. Mikrostrzykawki

Stosować mikrostrzykawki o pojemności 100 µl.

### 6.4. Naczynka

Stosować naczynka (wialki) o pojemności około 2 ml.

### 6.5. Pompa

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

### 6.6. Rurki sorpcyjne

Na rurkę polipropylenową wypełnioną 1 g żelu krzemionkowego nanieść 1 ml roztworu pokrywającego dinitrofenylohydrazyny wg punktu 5.6. Rurki wysuszyć w strumieniu azotu, a po wysuszeniu końce rurek zabezpieczyć zatyczkami. Dopuszcza się stosowanie gotowych rurek wypełnionych żelem krzemionkowym pokrytym dinitrofenylohydrazyną.

## 7. Pobieranie próbek powietrza

Podczas pobierania próbek powietrza należy stosować się do wymagań zawartych w normie PN-Z-04008-7:2002 /Az1:2004. Za pomocą indywidualnego aspiratora niskoprzepływowego przepuścić przez rurki sorpcyjne wg punktu 6.6. około 5 l powietrza ze strumieniem objętości do 1,25 l/h. Rurki z pobranymi próbkami powietrza zabezpieczyć zatyczkami i przechowywać w lodówce do czasu analizy. Pobrane w ten sposób próbki powietrza przechowywane w szczelnie zamkniętych pojemnikach są trwałe przez co najmniej 1 miesiąc.

## 8. Warunki pracy chromatografu

Należy tak dobrać skład fazy ruchomej, aby zapewnić rozdział n-pentanal od substancji współwystępujących i jego selektywne oznaczanie. W przypadku stosowania kolumny chromatograficznej według punktu 6.2., oznaczanie można wykonać przy zastosowaniu warunków podanych w tabeli 1.

**Tabela 1.**

**Dobór warunków pracy chromatografu**

Kolumna	Supelcosil LC-18 250 · 3 mm ziarno 5 µm
Faza ruchoma	A – acetonitryl: tetrahydrofuran: woda 6: 1: 3 B – acetonitryl: woda 6: 4
Program gradientu	0 ÷ 2 min 100% A 12 min 0% A 35 min 0% A 36 min 100% A 46 min 100% A
Prędkość przepływu	0,4 ml/min
Objętość próbki	10 µl
Temperatura kolumny	25 °C
Długość fali analitycznej	λ – 360 nm

## 9. Sporządzanie krzywej wzorcowej

Na dziewięć rurek sorpcyjnych według punktu 6.6. nanieść za pomocą mikrostrzykawki po 100 µl roztworów wzorcowych roboczych dinitrofenylohydrazonu n-pentanal w punkcie 5.8. Rozpuszczalnik odparować delikatnym strumieniem azotu. Wysuszone rurki sorpcyjne eluować za pomocą 10 ml acetonitrylu do kolb pomiarowych o pojemności 10 ml. Kolby uzupełnić do kreski acetonitrylem. Z każdej kolby przenieść po 1 ml roztworu do kolb pomiarowych o pojemności 10 ml i uzupełnić acetonitrylem. Stężenia n-pentanal w tak przygotowanych roztworach wynoszą odpowiednio: 0,0; 0,1; 0,2; 0,5; 1; 2; 5; 10 i 20 µg/ml. Do naczynek wg punktu 6.4. przenieść po około 2 ml otrzymanych roztworów wzorcowych. Roztwory poddać analizie chromatograficznej. Sporządzić krzywą wzorcową, odkładając na osi odciętych zawartość n-pentanal w 1 ml roztworu, a na osi rzędnych – wartość pola powierzchni (wysokości) pików tego związku.

## 10. Wykonanie oznaczania

Rurki sorpcyjne z pobranymi próbkami powietrza ekstrahować za pomocą 10 ml acetonitrylu do kolb pomiarowych o pojemności 10 ml. Roztwory w kolbach uzupełnić do kreski acetonitrylem. Otrzymane roztwory rozcieńczyć w stosunku 1: 9 acetonitrylem, wymieszać i poddać analizie chromatograficznej. Próbki, których wartości pola powierzchni (wysokości) pików przekraczają wartości pola powierzchni (wysokości) pików wzorca o największym stężeniu, należy rozcieńczyć acetonitrylem. Dodatkowe rozcieńczenie należy uwzględnić w obliczeniach.

## 11. Obliczanie wyniku oznaczania

Stężenie n-pentanal ( $X$ ) w badanym powietrzu obliczyć, w miligramach na metr sześcienny, na podstawie wzoru:

$$X = \frac{c}{V} \cdot 100,$$

w którym:

- $c$  – zawartość n-pentanal odczytana z krzywej wzorcowej, w mikrogramach
- $V$  – objętość przepuszczonego powietrza, w litrach
- 100 – przelicznik, wynikający z ekstrakcji próbki za pomocą 10 ml acetonitrylu i 10-krotnego rozcieńczenia roztworu po ekstrakcji.

## INFORMACJE DODATKOWE

Badania wykonano, stosując chromatograf cieczowy firmy Waters model Breez wyposażony w automatyczny dozownik próbek, detektor spektrofotometryczny i kolumnę analityczną.

Na podstawie przeprowadzonych badań otrzymano następujące dane walidacyjne:

- granica wykrywalności: 0,0007 µg/ml
- zakres pomiarowy: 0,1 ÷ 20 µg/ml; 2 ÷ 400 mg/m<sup>3</sup> (dla próbki powietrza 5 l)
- granica oznaczania ilościowego,  $X_{ozn}$ : 0,002 µg/ml
- współczynnik korelacji charakteryzujący

- liniowość krzywej wzorcowej,  $r$ : 0,999  
– całkowita precyzja badania,  $V_c$ : 6,6  
– niepewność całkowita metody: 16.

*SŁAWOMIR BRZEŹNICKI*

**n-Pentanal – determination method**

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

Air samples are collected by drawing a known volume of air through sorbent tubes filled with silica gel coated with dinitrophenylhydrazine. The resulting derivatives of n-pentanal are eluted with 10 ml of acetonitrile to volumetric flasks.

The obtained solutions are diluted with acetonitrile and analyzed by high performance liquid chromatography using ultraviolet detection ( $\lambda = 360$  nm). The working range of the analytical method is from 0.1 to 20  $\mu\text{g/ml}$  ( $2 \div 400$   $\text{mg/m}^3$  for a 5 l air sample).