

Emilia IRZMAŃSKA¹, W. KAMIŃSKA¹, Katarzyna DYŃSKA-KUKULSKA²,
Elżbieta GRZEGORCZYK¹

¹ CENTRANY INSTYTUT OCHRONY PRACY – PAŃSTWOWY INSTYTUT BADAWCZY, ZAKŁAD OCHRONY OSOBISTYCH,
PRACOWNIA OCHRONY RĄK I NÓG, ul. Wierzbowa 48, Łódź

² UNIWERSYTET ŁÓDZKI, WYDZIAŁ CHEMII, KATEDRA CHEMII NIEORGANICZNEJ I ANALITYCZNEJ,
ZAKŁAD ANALIZY INSTRUMENTALNEJ, ul. Pomorska 163, Łódź

Aspekty metrologiczne doboru materiałów sorpcyjnych przy oznaczaniu olejów przenikających przez rękawice ochronne metodą spektrofotometrii absorpcyjnej w nadfiolecie

Dr inż. Emilia IRZMAŃSKA

Adiunkt w Pracowni Ochrony Rąk i Nóg w Zakładzie Ochrony Osobistych w Łodzi, Centralnego Instytutu Ochrony Pracy - Państwowego Instytutu Badawczego w Warszawie. Specjalizuje się w zagadnieniach dotyczących opracowywania metod i stanowisk do badań rękawic i obuwia ochronnego, zgodnych z wymaganiami norm europejskich oraz Dyrektywą 89/686/EWG, przeznaczonych do stosowania w warunkach występowania czynników szkodliwych i niebezpiecznych.

e-mail: emirz@ciop.lodz.pl



Dr inż. Wiesława KAMIŃSKA

Emerytowany pracownik naukowy Pracowni Ochrony Rąk i Nóg w Zakładzie Ochrony Osobistych w Łodzi, Centralnego Instytutu Ochrony Pracy - Państwowego Instytutu Badawczego w Warszawie.



Mgr Katarzyna DYŃSKA – KUKULSKA

Doktorant na Wydziale Chemii Uniwersytetu Łódzkiego. Członek Polskiego Towarzystwa Chemicznego. Realizowana tematyka badawcza: chemia analityczna, w tym: chromatografia cienkowarstwowa i cieczowa.

e-mail: kasiadyńska@gmail.com



Elżbieta GRZEGORCZYK

Technik w Pracowni Ochrony Rąk i Nóg w Zakładzie Ochrony Osobistych w Łodzi, Centralnego Instytutu Ochrony Pracy - Państwowego Instytutu Badawczego w Warszawie. Specjalizuje się w wykonywaniu badań laboratoryjnych dotyczących oceny właściwości ochronnych rękawic i obuwia zgodnych z wymaganiami norm europejskich oraz Dyrektywą 89/686/EWG.

e-mail: elgrz@ciop.lodz.pl



Streszczenie

Przedstawiono metodę oznaczania olejów za pomocą spektrofotometrii absorpcyjnej w nadfiolecie. Przeprowadzono badania mające na celu dobranie stałego środka sorpcyjnego charakteryzującego się wysokim współczynnikiem odzysku tych substancji. W tym celu zastosowano obliczenia statystyczne stosowane w metrologii chemicznej pozwalające na stwierdzenie, że opracowana metoda badawcza charakteryzuje się dobrą precyzją. Procedura analityczna charakteryzuje się również odpowiednią dokładnością, o czym świadczą małe wartości względnego błędów przypadkowego wartości średniej U_A . Wyznaczone wartości współczynników odzysku są bliskie wartości 100%, a wartości odchylenia standardowego i współczynników zmienności świadczą o precyzji metody. Względne błędy przypadkowe wartości średniej U_A współczynników odzysku są mniejsze, niż 10%, co świadczy o przydatności metody do tego typu oznaczeń.

Słowa kluczowe: właściwości ochronne, rękawice ochronne, oleje mineralne, przenikanie, medium stałe, ocena statystyczna.

Metrological aspects of the sorptive material selection used to trace reference oils permeating thorough protective gloves by means of UV absorption spectrophotometry method

Abstract

At present, there are no testing methods in the country which would permit to evaluate protective gloves, regarding their resistance to glue/adhesive permeability. At present, the efficacy of gloves' protection levels against chemical substances is assessed experimentally, in accordance with a normalized procedure, described in PN-EN 374-3:2005 standard. Taking into consideration the fact that hydrocarbons are the main oil components, neither gas nor water-based collecting medium can be used in a permeability chamber. In this situation, a selection of an appropriate solid medium would seem an optimal solution. However, neither accurate testing procedures nor result calculation methods have been designed and adapted for this

particular purpose. The goal of the study was an evaluation of the analytical parameters of the designed test procedure and the definition of the attributes of the obtained statistical results. The scope of the study included a selection of solid collecting media and of reference oils; an optimization of reference oil sorption process on the selected solid medium, sample extraction methods and a quantitative estimation of the relation expressed by the recovery index. The results indicate that the designed method is appropriately precise and accurate, which is evidenced by the small values of the relative chance error of the U_A mean value. The determined values of recovery indices are close to 100%, while SD and variation index values are indicative of the method's precision. Relative random errors of the U_A mean value of recovery indices are $< 10\%$, which is the best evidence for the usefulness of the method for such measurements.

Keywords: protective properties, protective gloves, mineral oils, permeability, solid medium, statistical evaluation.

1. Wprowadzenie

Ochrona zdrowia pracowników na stanowiskach pracy, na których występuje zagrożenie kontaktem z olejami i smarami, wymaga stosowania, obok ochrony zbiorowej i rozwiązań organizacyjnych, środków ochrony indywidualnej o potwierdzonych badaniami laboratoryjnymi parametrach ochronnych i użytkowych. Do podstawowych działań profilaktycznych należy zabezpieczenie skóry człowieka m.in. odpowiednimi rękawicami stanowiącymi skuteczną barierę przed szerokim spektrum związków chemicznych wchodzących w skład olejów mineralnych i smarów. Warunkiem projektowania coraz to skuteczniejszych i bardziej funkcjonalnych wzorów i rękawic jest dysponowanie odpowiednimi metodami oceny ich właściwości ochronnych i użytkowych [1]. W chwili obecnej nie ma w kraju możliwości badawczych pozwalających na ocenę rękawic ochronnych w zakresie odporności na przenikanie olejów. Ochrony te były dotychczas oceniane jedynie pod względem odporności na degradację samego tworzywa polimerowego w kontakcie z substancjami olejowymi. Obecnie sku-

teczność rękawic chroniących przed chemikaliami ocenia się na podstawie tzw. czasu przebicia danej substancji przez materiał, wyznaczonego doświadczalnie według znormalizowanej metody opisanej w normie PN-EN 374-3:2005 (Rękawice chroniące przed substancjami chemicznymi i mikroorganizmami. Część 3: Wyznaczanie odporności na przenikanie substancji chemicznych). W skład aparatury badawczej wchodzi dwukomorowa celka przenikania, w której jedną komorę od drugiej oddziela badana próbka materiału ułożona w pozycji pionowej. Z uwagi na fakt, iż głównymi składnikami olejów są węglowodory, które ze względu na swoje właściwości wykluczają możliwość użycia gazowego lub wodnego medium zbierającego w celce przenikania, konieczny jest dobór odpowiedniego medium stałego w celu gromadzenia przenikających składników olejów, a następnie ich późniejszego odzyskiwania celem wykonania oznaczeń ilościowych. Nie zostały jednak jeszcze opracowane i zaadaptowane dla tego przypadku dokładne procedury badania i sposób obliczania wyników opisujących sposób gromadzenia przenikających przez materiały polimerowe rękawic ochronnych składników olejów i ich odzyskiwania w celu przeprowadzenia analizy ilościowej [2].

Cel i zakres pracy

Celem pracy było ocena parametrów analitycznych opracowanej procedury pomiarowej i określenie cech uzyskanych wyników statystycznych dla przygotowywanego stanowiska do wyznaczania odporności rękawic ochronnych na przenikanie olejów w oparciu o wymagania normy PN-EN 374-3:2005.

Zakres pracy obejmował: wybór stałych mediów zbierających oraz olejów wzorcowych, optymalizację sposobu ekstrakcji próbki, wyznaczania współczynnika pochłaniania dla wybranego medium stałego względem trzech olejów oraz ilościowego oznaczenia związku w ekstrakcie wyrażonego poprzez wyznaczenie współczynnika odzysku.

Do ilościowego oznaczania olejów posłużono się metodą spektrofotometrii absorpcyjnej w nadfiolecie w oparciu o wymagania normy PN-Z-04108-6:2006 (Ochrona czystości powietrza – Badania zawartości olejów – Część 6: Oznaczanie oleju mineralnego (faza ciekła aerozolu) na stanowiskach metodą spektrofotometrii absorpcyjnej w nadfiolecie).

2. Metodyka badań

Aparatura

Stosowano spektrofotometr UV/VIS Carry 5000 firmy Varian. Analizy spektrofotometryczne danych olejów prowadzono w standardowych warunkach ciśnienia i temperatury, pracowano na kuwecie o drodze optycznej 1 cm. W oparciu o widma oznaczanych cieczy wzorcowych dla każdej z nich dobrano odpowiednie analityczne długości fal. Aby określić długość fali analitycznej oleju zgodnie z normą PN-Z-04108-6:2006, zbadano absorbancję roztworu wzorcowego podstawowego w zakresie od 200 nm do 300 nm i wybrano tę długość, przy której wystąpiło maksimum absorbancji danego oleju. Szczegółowe wartości tego parametru dla poszczególnych olejów wynosiły dla oleju nr 1 - 227 nm, dla oleju nr 2 - 280 nm i dla oleju nr 3 - 262 nm.

Odczynniki i wzorce

Wybór reprezentatywnych olejów oparto na normie PN-ISO 1817:2001 (Guma. Oznaczanie odporności na działanie cieczy). Podczas badań wykorzystano następujące oleje wzorcowe firmy Sunoco INC. (R&M) [3]:

- * olej nr 1 (olej ASTM Nr 1); olej wywołujący mały przyrost objętości, składający się z mieszaniny odpowiednio dobranych olejów mineralnych, o punkcie anilinowym 123,8°C; masa molowa 609 g/mol; klasa palności wg NFPA IIIB;
- * olej nr 2 (olej IRM 902 wg ASTM D 471); olej wywołujący średni przyrost objętości, składający się z mieszaniny specjalnie

dobranych olejów mineralnych z rop naftalenowych, o punkcie anilinowym 92,3°C; klasa palności wg NFPA IIIB;

- * olej nr 3 (Olej IRM 903 wg ASTM D 471); olej wywołujący duży przyrost objętości, składający się z mieszaniny frakcji specjalnie obrabianych olejów mineralnych z rop naftalenowych, o punkcie anilinowym 70,6°C; masa molowa 319 g/mol; klasa palności wg NFPA IIIB.

Do sporządzania roztworów wzorcowych wykorzystano jako rozpuszczalnik cykloheksan (spekt. czysty) firmy POCh. W procesie ekstrakcji i przygotowania medium stałego do analizy wykorzystano ponadto: metanol (cz. d. a) firmy POCh oraz wodę destylowaną. Roztwory podstawowe wzorcowe sporządzono, zgodnie z normą PN-Z-04108-6:2006, poprzez odważenie określonej masy czystego wzorca i jego rozpuszczenie w cykloheksanie. Następnie odmierzano określone objętości do kolbek o objętości 10 ml, uzupełniano rozpuszczalnikiem do kreski i mieszano. Otrzymano w ten sposób roztwory robocze wzorcowe wykorzystywane w procesie kalibracji spektrofotometru. Zawartość olejów w tak przygotowanych roztworach wynosiła odpowiednio, w miligramach: 0,3; 0,4; 0,8; 1,0; 1,6 i 2,0.

Materiał badawczy

Do badań współczynnika odzysku olejów wzorcowych zastosowano pięć różnych mediów stałych zbierających - dostępnych komercyjnie. Średnica wszystkich badanych próbek, w postaci krążków, wynosiła 42 mm. Do badań współczynnika odzysku olejów wzorcowych zastosowano następujące media stałe:

- * filtry z włókna szklanego Whatman GF/A,
- * filtry z włókna szklanego Whatman GF/C,
- * krążki Empore C18 2315 Disk firmy 3M Dyneon LLC,
- * krążki Empore C18 2370 Oil & Grease Disk firmy 3M Dyneon LLC,
- * włókninę polipropylenową typu melt-blown [86 g/m²].

Wzorcowanie wyposażenia pomiarowego

Wzorcowanie wyposażenia pomiarowego polegało na sprawdzeniu liniowości wskazań spektrofotometru. W tym celu wykreślono krzywe wzorcowe badanych olejów, po uprzednim wyznaczeniu analitycznej długości fali. Następnie zmierzono absorbancję roztworów wzorcowych roboczych przy wybranej długości fali analitycznej, stosując jako roztwór odniesienia cykloheksan. Pomiar absorbancji wykonano dwukrotnie, przygotowując za każdym razem nową skalę wzorców. Obliczono średnią wartość absorbancji dla poszczególnych roztworów wzorcowych. Krzywą wzorcową sporządzono, odkładając na osi odciętych zawartość oleju, w miligramach, w poszczególnych roztworach wzorcowych, a na osi rzędnych – absorbancję. Uzyskane wartości aproksymowano do linii prostej metodą najmniejszych kwadratów. Liczba punktów pomiarowych wynosiła 7. Uzyskane krzywe kalibracyjne scharakteryzowano za pomocą następujących równań (gdzie x jest wyrażone w miligramach): dla oleju nr 1 - $y = 0,458x$; dla oleju nr 2 - $y = 0,305x$; dla oleju nr 3 - $y = 0,249x$. Współczynniki korelacji R^2 dla wszystkich prostych wyniosły 0,999.

Precyzja metody

Szczególną uwagę przy określaniu precyzji metody skoncentrowano na sprawdzeniu powtarzalności wyników otrzymanych w trakcie analizy spektrofotometrycznej. W tym celu przygotowano po cztery roztwory danej substancji o jednakowym stężeniu. Następnie sprawdzono rozbieżności pomiędzy wartościami absorbancji dla poszczególnych roztworów. Wartości błędów przypadkowych wyliczono ze wzorów podanych poniżej [4]:

Bezwzględny błąd przypadkowy wartości średniej:

$$U_A = \pm \frac{t \cdot SD}{\sqrt{n}} \quad (1)$$

Względny błąd przypadkowy wartości średniej:

$$U'_A = \pm \frac{U_A}{A} \cdot 100\% \quad (2)$$

gdzie: t – wartość odczytana z tablic dla poziomu ufności $P=0,95$ i liczby stopni swobody $k=n-1$, SD – odchylenie standardowe, n – liczba próbek, A – średnia arytmetyczna mierzonej wielkości.

Zależnie od względnego błędu przypadkowego wartości średniej (przy $P=0,95$) dokładność pomiarów określa się jako [4]:

- * bardzo dobrą, jeśli – $U'_A \leq 2\%$,
- * dobrą, jeżeli – $2\% < U'_A \leq 10\%$,
- * złą, jeśli – $U'_A > 10\%$.

Powyższą regułę zastosowano do analizy wszystkich danych badawczych. Zbiorcze zestawienie wartości absorbancji otrzymane dla równoległych roztworów olejów oraz ich opracowanie statystyczne zaprezentowano w tabeli 1.

Tab. 1. Wartości błędów przypadkowych pomiarów spektrofotometrycznych oraz dokładność metody

Tab. 1. Random error values in spectrophotometric measurements and the method accuracy

Próbka	Ilość, mg	Wartość SD	Współczynnik zmienności CV, %	Wartość U_A	Wartość U'_A	Dokładność metody
olej 1	0,30	0,0003	0,18	0,0005	0,3	bardzo dobra
	1,60	0,0028	0,39	0,0047	0,6	bardzo dobra
olej 2	0,30	0,0011	1,20	0,0018	2,1	dobra
	1,60	0,0063	1,30	0,0105	2,2	dobra
olej 3	0,30	0,0008	1,09	0,0013	1,7	bardzo dobra
	1,60	0,0009	0,23	0,0015	0,4	bardzo dobra

3. Wyniki badań i ich omówienie

Granice detekcji

Granice detekcji dla badanych olejów w podanych warunkach wynosiły dla wszystkich badanych substancji 3 $\mu\text{g/ml}$, zaś granice oznaczalności 10 $\mu\text{g/ml}$, 11 $\mu\text{g/ml}$ oraz 9 $\mu\text{g/ml}$ odpowiednio dla oleju 1, 2 oraz 3.

Badania współczynników odzysku

Badania miały na celu wytypowanie odpowiedniego stałego medium zbierającego oraz ustalenie zależności pomiędzy ilością substancji pochłanianą przez medium stałe w trakcie badania, a ilością substancji, którą udaje się wyekstrahować z medium zbierającego. Przy wyborze środka sorpcyjnego kierowano się średnią wartością współczynników odzysku. Badania współczynnika odzysku prowadzono oddzielnie dla każdej badanej substancji. Współczynnik odzysku oleju (n) [4] obliczano ze wzoru:

$$n = \frac{A_d - A_o}{A_p} \cdot 100\% \quad (3)$$

gdzie: A_d – absorbancja roztworu po ekstrakcji; A_o – absorbancja roztworu kontrolnego (tzw. ślepa próba); A_p – absorbancja roztworu porównawczego.

Ekstrakcje przeprowadzono zgodnie z polską normą PN-Z 04108-6:2006, używając cykloheksanu jako rozpuszczalnika. Z tego też względu opracowano procedurę aktywacji powierzchni medium stałego zbierającego. Dlatego też, przeprowadzono rów-

nolegle dwie ekstrakcje z zastosowaniem dwóch procedur przedstawionych w tabeli 2:

- * I procedura – dla medium stałego aktywowanego zgodnie z zaleceniami producenta,
- * II procedura – z autorską, zmodyfikowaną metodą aktywacji.

Tab. 2. Konkurencyjne procedury aktywacji medium stałego zbierającego
Tab. 2. Competitive procedures of solid collecting medium activation

I procedura	II procedura
1. Przemycano medium stałe 10 ml metanolu przez 60 s	1. Przemycano medium stałe 10 ml metanolu przez 60 s
2. Przemycano medium stałe 30 ml wody	2. Przemycano medium stałe 30 ml cykloheksanu
3. Przemycano medium stałe 10 ml metanolu	3. Odsączono rozpuszczalnik pod próżnią
4. Odsączono rozpuszczalnik pod próżnią	4. Medium stałe przeniesiono do zlewki i naniesiono badany roztwór oleju
5. Medium stałe przeniesiono do zlewki i naniesiono badany roztwór oleju	5. Po 30 minutach wykonano ekstrakcję za pomocą cykloheksanu zgodnie z normą PN-Z-04108-6:2006
6. Po 30 minutach wykonano ekstrakcję za pomocą cykloheksanu zgodnie z normą PN-Z-04108-6:2006	

W wyniku zastosowania procedury I otrzymano roztwór niejednorodny, co uniemożliwiało dalsze oznaczenie wyekstrahowanego oleju za pomocą spektrofotometrii w nadfiolecie. Zastosowanie procedury II pozwalało uzyskać roztwór jednorodny, a więc odpowiedni do tego typu oznaczeń. Dlatego też w dalszych badaniach do aktywacji medium stałego stosowano procedurę II.

Na sączki z badanych materiałów umieszczone w zlewkach o odpowiednich średnicach nanoszono po 0,2 ml roztworu wzorcowego podstawowego. Zastosowano dwuetapową ekstrakcję dwiema porcjami cykloheksanu 5 ml + 4 ml, czas trwania jednego etapu ekstrakcji to 15 minut. Uzyskane wyniki przedstawiono w tabeli 3.

Tab. 3. Średnie wartości współczynników odzysku badanych mediów stałych oraz ich ocena statystyczna

Tab. 3. Mean recovery index values of studied solid media and their statistical evaluation

Medium state	Próbka	Średnia wartość współczynnika odzysku, %	Wartość SD, %	Współczynnik zmienności CV, %	Wartość U_A	Wartość U'_A [%]
Sączki GF/A	olej nr 1	73,5	6,7	9,1	11,2	15,3
	olej nr 2	99,0	11,7	11,5	19,7	19,3
	olej nr 3	72,6	4,4	6,0	7,4	10,1
Sączki GF/C	olej nr 1	84,9	1,2	1,4	2,1	2,4
	olej nr 2	81,5	6,7	8,2	11,3	13,9
	olej nr 3	82,1	3,0	3,6	5,0	6,1
Włókna	olej nr 1	68,5	10,3	15,0	17,3	25,3
	olej nr 2	88,9	3,3	3,7	5,5	6,2
	olej nr 3	79,6	0,1	0,0	0,1	0,1
Empore C18	olej nr 1	99,9	4,0	3,9	6,7	6,5
	olej nr 2	99,0	10,4	9,9	17,6	16,7
	olej nr 3	88,8	5,2	5,8	8,7	9,8
Empore 2370	olej nr 1	88,5	14,0	15,9	23,6	26,7
	olej nr 2	94,8	4,9	5,2	8,3	8,8
	olej nr 3	37,1	10,2	27,4	17,2	46,2

Przeprowadzone badania oraz ich analiza statystyczna pozwoliła wytypować do dalszych badań następujące media stałe:

- * dla oleju nr 1: krążki ekstrakcyjne Empore C18 Disk oraz filtry z włókna szklanego Whatman GF/C;
- * dla oleju nr 2: krążki ekstrakcyjne Empore C18 Disk oraz filtry z włókna szklanego Whatman GF/A;
- * dla oleju nr 3: krążki ekstrakcyjne Empore C18 Disk oraz filtry z włókna szklanego Whatman GF/C.

Dalsza optymalizacja procedury ekstrakcji polegała na użyciu sonifikacji podczas procesu ekstrakcji, co miało za zadanie zwiększyć wartość średniego współczynnika odzysku, zmniejszyć rozrzut wyników oraz zwiększyć dokładność i precyzję metody. Jednak w przypadku sączków Empore C18 Disk roztwór otrzymany po ekstrakcji nie był klarowny, co dyskwalifikowało te sączki jako media sorbujące. W przypadku sączków z włókna szklanego GF/A i GF/C włączenie etapu sonifikacji znacząco wpłynęło na wzrost wartości współczynnika odzysku, zmniejszenie rozrzutu danych i zwiększenie dokładności metody, co przedstawiono w tabeli 4.

Tab. 4. Średnie wartości współczynników odzysku oraz ich ocena statystyczna dla optymalnie dobranej procedury ekstrakcji

Tab. 4. Mean values of recovery indices and their statistical evaluation for optimally selected extraction procedure

Medium stałe	Próbka	Średnia wartość n , %	Wartość SD , %	Wartość CV , %	Wartość U_A	Wartość U_A , %	Dokładność pomiaru
Sączki GF/A	olej nr 2	99,0	4,2	3,7	7,1	6,3	dobra
Sączki GF/C	olej nr 1	96,7	2,8	2,9	4,7	4,9	dobra
	olej nr 3	90,8	3,6	3,9	6,0	6,6	dobra

Badania współczynników pochłaniania olejów wzorcowych dla wybranego medium stałego

Ostatni etap optymalizacji metody dotyczył wyznaczania współczynnika pochłaniania medium stałego względem badanych olejów poprzez wykonanie prób kontrolnych. Aby sprawdzić możliwości sorpcyjne medium stałego oparto się na fakcie, iż włókna szklane tworzące filtry GF/C nie są higroskopijne, dzięki czemu doskonale nadają się do wszelkich analiz wagowych. Dlatego też zaproponowane metody wyznaczania współczynnika pochłaniania opierały się na analizie wagowej. Próby kontrolne przeprowadzono w warunkach, w jakich będą wykonywane badania przenikania na celce pomiarowej w oparciu o wymagania normy PN-EN 374-3:2005. Zaproponowana autorska metoda opierała się na analizie wagowej. Wyznaczono masę zaadsorbowanego oleju zgodnie ze wzorem:

$$M = S_{m2} - S_{m1} \quad (4)$$

gdzie: S_{m2} - masa sączka z naniesionym olejem, S_{m1} - masa samego sączka, M - masa zaadsorbowanego oleju.

Tab. 5. Współczynniki pochłaniania poszczególnych sączków oraz ich ocena statystyczna dla wybranych olejów

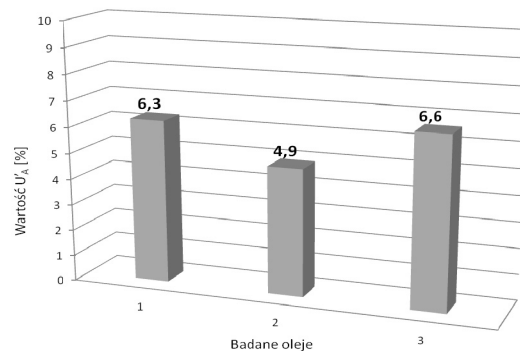
Tab. 5. Absorption coefficients of particular filter papers and their statistical evaluation for selected oils

Olej	Medium stałe	Średnia wartość współczynnika pochłaniania, %	SD , %	Wartość CV , %	Wartość U_A	Wartość U_A	Dokładność metody
1	GF/C	101,5	0,5	0,5	0,8	0,8	bardzo dobra
2	GF/A	100,1	0,6	0,6	1,0	1,0	bardzo dobra
3	GF/C	99,9	0,7	0,7	1,2	1,2	bardzo dobra

4. Podsumowanie oraz wnioski końcowe

Badania wykazały, że filtry z włókna szklanego GF/A dla oleju nr 1 i GF/C dla olejów nr 2 i 3 charakteryzują się wysokimi wartościami współczynników odzysku, a także małym rozrzutem i dużą dokładnością pomiaru.

Zastosowanie dwuetapowej ekstrakcji wspomaganą sonifikacją znacząco wpłynęło na wartości współczynników pochłaniania olejów zwiększając je, a także zmniejszyło rozrzut wyników oraz zwiększyło dokładność metody badawczej. Dokładność metody charakteryzowaną przez względny błąd przypadkowy wartości średniej U_A zaprezentowano na rysunku 1.



Rys. 1. Dokładność metody scharakteryzowana przez względny błąd przypadkowy wartości średniej badanych olejów

Fig. 1. Method accuracy expressed by relative random error of the median value of tested oils

Na podstawie przeprowadzonych badań oraz przedstawionego powyżej podsumowania wysnuło następujące wnioski końcowe:

- * Analiza spektrofotometryczna w nadfiolecie jest wystarczająco precyzyjną, dokładną oraz czułą metodą do ilościowego oznaczania olejów wzorcowych.
- * Do oznaczania każdego z olejów wzorcowych wytypowano następujące media stałe dla oleju nr 1 i 3 - sączki z włókna szklanego GF/C, dla oleju nr 2 - sączki z włókna szklanego GF/A.
- * Dwuetapowa ekstrakcja wraz z sonifikacją wpływa znacząco na średnią wartość współczynnika odzysku.
- * Wartości współczynników odzysku dla optymalnie wybranych mediów stałych przy zoptymalizowanej procedurze wynoszą dla: oleju nr 1 - 96,7%, oleju nr 2 - 99,0%, oleju nr 3 - 90,8% oraz mieszczą się w przyjętym zakresie współczynnika odzysku dla oznaczeń śladowych 80 - 120%.
- * Zaproponowana i zoptymalizowana metoda wyznaczania współczynnika pochłaniania medium stałego względem olejów wzorcowych, charakteryzuje się również dobrą precyzją oraz odpowiednią dokładnością.

Publikacja przygotowana na podstawie wyników uzyskanych w ramach I etapu programu wieloletniego pn. „Poprawa bezpieczeństwa i warunków pracy” dofinansowanego w latach 2008-2010 w zakresie zadań służb państwowych przez Ministerstwo Pracy i Polityki Społecznej. Główny koordynator: Centralny Instytut Ochrony Pracy - Państwowy Instytut Badawczy.

5. Literatura

- [1] Kamińska W.: Opracowanie metody i modyfikacja stanowiska do wyznaczania odporności rękawic ochronnych na przenikanie olejów i smarów. Realizacja I Etapu Programu Wieloletniego pn. „Poprawa bezpieczeństwa i warunków pracy” (2008-2010). Praca z I etapu zadania pt.: „Opracowanie metodyki badania odporności rękawic ochronnych na przenikanie olejów i smarów” (2008).
- [2] Irzmańska E., Kamińska W., Grzegorzczak E.: Some aspects of the preparation position to determine the resistance of protective gloves to permeation of oils using UV Spectrophotometry Method. Polish Journal of Applied Chemistry (in press).
- [3] Certyfikaty analizy cieczy wzorcowych firmy Sunoco INC. (R&M) (2009).
- [4] Krzemińska S., Nazimek T.: Selection of sorption material for tests of pesticide permeation through of pesticide clothing fabrics, International Journal of JOSE, Vol. 10, (2004), n.4, 387-397.