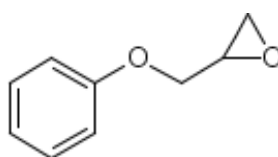


inż. AGNIESZKA WOŹNICA  
mgr inż. ANNA JEŻEWSKA  
Centralny Instytut Ochrony Pracy –  
Państwowy Instytut Badawczy  
00-701 Warszawa  
ul. Czerniakowska 16

# 1,2-Epoksy-3- -fenoksypropan

## – metoda oznaczania



Numer CAS: 122-60-1

---

**Słowa kluczowe:** 1,2-epoksy-3-fenoksypropan, metoda analityczna, metoda chromatografii gazowej, powietrze na stanowiskach pracy.

**Keywords:** 1,2-epoxy-3-phenoxypropane, a determination method, workplace air, gas chromatographic analysis.

Metoda polega na adsorpcji par 1,2-epoksy-3-fenoksypropanu na węglu aktywnym, desorpcji disiarczkiem węgla i analizie chromatograficznej (GC-FID) otrzymanego roztworu.

Oznaczalność metody wynosi 0,06 mg/m<sup>3</sup>.

### UWAGI WSTĘPNE

1,2-Epoksy-3-fenoksypropan jest bezbarwną, oleistą cieczą. Rozpuszcza się w większości rozpuszczalników organicznych. Jest substancją palną, toksyczną, a jej pary są cięższe od powietrza, gromadzą się przy powierzchni ziemi i w dolnych częściach pomieszczeń. W razie pożaru tworzą się niebezpieczne produkty rozkładu – tlenki węgla.

1,2-Epoksy-3-fenoksypropan jest powszechnie stosowanym preparatem dodawanym do żywic w celu zmniejszenia lepkości. Stosowany jest przy produkcji farb, lakierów, klejów i powłok. Dodawany jest również do cięższych frakcji ropy naftowej i asfaltu w celu ułatwienia ich transportu rurociągami.

1,2-Epoksy-3-fenoksypropan jest substancją rakotwórczą kategorii 2. o udowodnionym działaniu rakotwórczym na człowieka, jest substancją mutagenną kategorii 3. powodującą możliwe ryzyko powstawania nieodwracalnych zmian w stanie zdrowia, a także substancją szkodliwą – działa szkodliwie przez drogi oddechowe i substancją drażniącą – działa drażniąco na skórę oraz drogi oddechowe.

Wartość najwyższego dopuszczalnego stężenia (NDS) podana w rozporządzeniu ministra pracy i polityki społecznej z dnia 29 listopada 2002 r. (DzU nr 217, poz. 1833 ze zm.) dla 1,2-epoksy-3-fenoksypropanu wynosi  $0,6 \text{ mg/m}^3$ , a wartość najwyższego dopuszczalnego chwilowego stężenia (NDSCh) –  $3 \text{ mg/m}^3$

## **PROCEDURA ANALITYCZNA**

### **1. Zakres procedury**

W niniejszej procedurze podano metodę oznaczania zawartości 1,2-epoksy-3-fenoksypropanu w powietrzu na stanowiskach pracy z zastosowaniem chromatografii gazowej z detekcją płomieniowo-jonizacyjną. Metodę stosuje się podczas badania warunków sanitarnohigienicznych.

Najmniejsze stężenie 1,2-epoksy-3-fenoksypropanu, jakie można oznaczyć w warunkach pobierania próbek powietrza i wykonywania oznaczania opisanych w procedurze, wynosi  $0,06 \text{ mg/m}^3$ .

### **2. Powołania normatywne**

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 1,2-epoksy-3-fenoksypropanu na węglu aktywnym, desorpcji disiarczkiem węgla i analizie chromatograficznej otrzymanego roztworu.

### **4. Wytyczne ogólne**

#### **4.1. Czystość odczynników**

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

#### **4.2. Dokładność ważenia**

Substancje stosowane w analizie należy ważyć z dokładnością do  $0,0002 \text{ g}$ .

#### **4.3. Postępowanie z substancjami niebezpiecznymi**

Czynności związane z rozpuszczalnikami organicznymi należy wykonywać pod sprawnie działającym wyciągiem laboratoryjnym.

Zużyte roztwory i odczynniki należy gromadzić w przeznaczonych do tego celu pojemnikach i przekazywać do zakładów zajmujących się ich unieszkodliwianiem.

## 5. Odczynniki, roztwory i materiały

### 5.1. 1,2-Epoksy-3-fenoksypropan

Stosować 1,2-epoksy-3-fenoksypropan wg punktu 4.1.

### 5.2. Disiarczek węgla

Stosować disiarczek węgla wg punktu 4.1.

### 5.3. Roztwór wzorcowy podstawowy 1,2-epoksy-3-fenoksypropanu

Do zważonej kolby pomiarowej o pojemności 25 ml odmierzyć 7  $\mu$ l (około 7,5 mg) 1,2-epoksy-3-fenoksypropanu wg punktu 5.1., kolbę zważyć, uzupełnić do kreski disiarczkiem węgla wg punktu 5.2. i dokładnie wymieszać. Stężenie związku w tak przygotowanym roztworze wynosi 0,3 mg/ml. Obliczyć dokładną zawartość 1,2-epoksy-3-fenoksypropanu w 1 ml roztworu.

Roztwór przechowywany w chłodziarce jest trwały przez co najmniej 5 dni.

### 5.4. Roztwory wzorcowe robocze 1,2-epoksy-3-fenoksypropanu

Do sześciu kolb pomiarowych o pojemności 10 ml odmierzyć kolejno: 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 1 i 2 ml roztworu wzorcowego podstawowego wg punktu 5.3., uzupełnić do kreski disiarczkiem węgla wg punktu 5.2. i wymieszać. Zawartość 1,2-epoksy-3-fenoksypropanu w mikrogramach w 1 ml tak przygotowanych roztworów wynosi odpowiednio: 3; 6; 12; 18; 30 i 60  $\mu$ g.

Roztwory przechowywane w chłodziarce są trwałe przez co najmniej 5 dni.

### 5.5. Roztwór do wyznaczenia współczynnika desorpcji

Do zważonej kolby pomiarowej o pojemności 10 ml odmierzyć 50  $\mu$ l (około 60 mg) 1,2-epoksy-3-fenoksypropanu wg punktu 5.1., następnie kolbę zważyć, uzupełnić do kreski disiarczkiem węgla wg punktu 5.2. i dokładnie wymieszać. Obliczyć stężenie roztworu. Stężenie związku w tak przygotowanym roztworze wynosi 6 mg/ml. Obliczyć dokładną zawartość 1,2-epoksy-3-fenoksypropanu w 1 ml roztworu.

Roztwór przechowywany w chłodziarce jest trwały przez co najmniej 5 dni.

### 5.6. Gazy sprężone do chromatografu

Stosować hel jako gaz nośny, wodór i powietrze do detektora o czystości wg instrukcji do chromatografu.

## 6. Przyrządy pomiarowe i sprzęt pomocniczy

### 6.1. Chromatograf gazowy

Stosować chromatograf gazowy z detektorem płomieniowo-jonizacyjnym i elektronicznym integratorem.

### 6.2. Kolumna chromatograficzna

Stosować kolumnę chromatograficzną umożliwiającą rozdział 1,2-epoksy-3-fenoksypropanu od disiarczku węgla i innych substancji występujących jednocześnie w badanym powietrzu, np.: kolumnę kapilarną z 2-nitrotereftalanem glikolu polietylenowego o długości 50 m, średnicy wewnętrznej 0,32 mm i grubości filmu 0,5  $\mu$ m.

### 6.3. Strzykawki do cieczy

Stosować strzykawki do cieczy o pojemności 5 ÷ 1000  $\mu$ l.

### 6.4. Naczynka do desorpcji

Stosować naczynka szklane do desorpcji o pojemności około 3 ml z nakrętkami wyposażonymi w zawory i uszczelki silikonowe, co umożliwia pobieranie roztworu bez otwierania naczynek.

### 6.5. Pompa ssąca

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

### 6.6. Rurki pochłaniające

Stosować dostępne w handlu gotowe rurki szklane wypełnione dwiema warstwami węgla aktywnego (100 i 50 mg) rozdzielonymi i ograniczonymi włóknem szklanym. Każdą używaną partię rurek zawierających węgiel aktywny należy zbadać zgodnie z punktem 11., ustalając współczynnik desorpcji dla 1,2-epoksy-3-fenoksypropanu.

## 7. Pobieranie próbek powietrza

Próbki powietrza należy pobierać zgodnie z zapisem w normie PN-Z-04008-7. W miejscu pobierania próbek przez rurkę pochłaniającą wg punktu 6.6. przepuścić do 50 l badanego powietrza ze stałym strumieniem objętości nie większym niż 10 l/h. Pobrane próbki przechowywane w zamrażalniku chłodziarki zachowują trwałość przez 6 dni.

## 8. Warunki pracy chromatografu

Warunki pracy chromatografu należy tak dobrać, aby uzyskać rozdział 1,2-epoksy-3-fenoksypropanu od disiarczku węgla oraz innych substancji jednocześnie występujących w badanym powietrzu.

W przypadku stosowania kolumny chromatograficznej o parametrach wg punktu 6.2. przykładowe warunki wykonania oznaczania są następujące:

- |   |            |
|---|------------|
| – temperatura kolumny                   | 200 °C     |
| – temperatura dozownika                 | 260 °C     |
| – temperatura detektora                 | 260 °C     |
| – strumień objętości helu przez kolumnę | 1 ml/min   |
| – strumień objętości wodoru             | 40 ml/min  |
| – strumień objętości powietrza          | 400 ml/min |
| – dzielnik próbki                       | 10: 1.     |

## 9. Sporządzanie krzywej wzorcowej

Do chromatografu wstrzyknąć strzykawką wg punktu 6.3. po 2 µl roztworów wzorcowych roboczych wg punktu 5.4. Przed pobraniem próbki do wstrzyknięcia strzykawkę należy wielokrotnie przepłukać odmierzonym roztworem. Wykonać dwukrotny pomiar z każdego roztworu wzorcowego. Odczytać powierzchnię pików według wskazań integratora i obliczyć średnią arytmetyczną. Różnica między wynikami oznaczeń a wartością średnią nie powinna być większa niż 5% wartości średniej. Następnie wykreślić krzywą wzorcową, odkładając na osi odciętych zawartość 1,2-epoksy-3-fenoksypropanu w 1 ml roztworów wzorcowych w mikrogramach, a na osi rzędnych – odpowiadające im średnie powierzchnie pików.

Dopuszcza się automatyczne integrowanie danych i sporządzanie krzywej wzorcowej

## 10. Wykonanie oznaczania

Po pobraniu próbki powietrza przesypać oddzielnie każdą warstwę węgla z rurki pochłaniającej do naczynek wg punktu 6.4. Następnie dodać strzykawką wg punktu 6.3. po 1 ml desorbentu wg punktu 5.2., naczynka szczelnie zamknąć i pozostawić na 30 min, wstrząsając co pewien czas ich zawartością. Następnie pobrać po 2  $\mu$ l roztworu z nadłuższej warstwy sorbentu i badać chromatograficznie w warunkach określonych w punkcie 8. Z każdego roztworu należy wykonać dwukrotny pomiar. Odczytać z uzyskanych chromatogramów powierzchnie pików 1,2-epoksy-3-fenoksypropanu wg wskazań integratora i obliczyć średnią arytmetyczną. Różnica między wynikami nie powinna być większa niż  $\pm 5\%$  tej wartości. Z krzywych wzorcowych odczytać zawartość oznaczanej substancji w 1 ml badanego roztworu.

W taki sam sposób wykonać oznaczanie 1,2-epoksy-3-fenoksypropanu w roztworze z nadkrótszej warstwy sorbentu. Ilość substancji oznaczonej w krótszej warstwie sorbentu nie powinna przekraczać 10% ilości oznaczonej w dłuższej warstwie, w przeciwnym razie wynik należy traktować jako orientacyjny.

## 11. Wyznaczanie współczynnika desorpcji

Do pięciu naczynek wg punktu 6.4. przesypać dłuższą (100 mg) warstwę węgla aktywnego z rurki pochłaniającej wg punktu 6.6. Następnie dodać po 5  $\mu$ l roztworu do desorpcji wg punktu 5.5. W szóstym naczynku przygotować próbkę kontrolną zawierającą tylko węgiel. Naczynka szczelnie zamknąć i pozostawić do następnego dnia. Następnie dodać strzykawką wg punktu 6.3. po 1 ml desorbentu wg punktu 5.2. Naczynka ponownie zamknąć i przeprowadzić desorpcję w ciągu 30 min, wstrząsając co pewien czas ich zawartością. Jednocześnie wykonać oznaczanie badanej substancji w co najmniej trzech roztworach porównawczych, przygotowanych przez dodanie do 1 ml desorbentu wg punktu 5.2. po 5  $\mu$ l roztworu do desorpcji wg punktu 5.5. Oznaczanie badanej substancji wykonać według punktu 10.

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

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

w którym:

$P_d$  – średnia powierzchnia pików 1,2-epoksy-3-fenoksypropanu na chromatogramach roztworów po desorpcji,

$P_o$  – średnia powierzchnia pików o czasie retencji 1,2-epoksy-3-fenoksypropanu na chromatogramach roztworu kontrolnego,

$P_p$  – średnia powierzchnia pików 1,2-epoksy-3-fenoksypropanu na chromatogramach roztworów porównawczych.

Następnie obliczyć średnią wartość współczynników desorpcji dla 1,2-epoksy-3-fenoksypropanu ( $\bar{d}$ ) jako średnią arytmetyczną otrzymanych wartości ( $d$ ).

Współczynnik desorpcji należy zawsze oznaczać dla każdej nowej partii rurek pochłaniających.

## 12. Obliczanie wyniku oznaczenia

Stężenie 1,2-epoksy-3-fenoksypropanu ( $X$ ) 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 1,2-epoksy-3-fenoksypropanu w roztworze znad dłuższej warstwy sorbentu odczytana z krzywej wzorcowej, w mikrogramach,

$m_2$  – masa 1,2-epoksy-3-fenoksypropanu w roztworze znad krótszej warstwy sorbentu odczytana z krzywej wzorcowej, w mikrogramach,

$V$  – objętość przepuszczonego powietrza przez rurkę pochłaniającą, w litrach,

$\bar{d}$  – średnia wartość współczynnika desorpcji wyznaczonego zgodnie z punktem 11.

## INFORMACJE DODATKOWE

Badania wykonano, stosując chromatograf gazowy Hewlett–Packard model HP 6890 z systemem komputerowym Hewlett–Packard i programem ChemiStation, detektorem płomieniowo-jonizacyjnym oraz kolumną kapilarną HP-FFAP o długości 50 m i średnicy wewnętrznej 0,32 mm z 2-nitrotrefalanem glikolu polietylenowego, o grubości filmu 0,5  $\mu\text{m}$ .

Na podstawie wyników przeprowadzonych badań uzyskano następujące dane walidacyjne:

- |  |   |
|--|---|
| – zakres pomiarowy                                 | 3 ÷ 60 $\mu\text{g/ml}$ (0,06 ÷ 1,2 $\text{mg/m}^3$<br>dla próbki powietrza 50 l) |
| – granica wykrywalności, $x_{\text{gw}}$           | 0,195 $\text{ng/ml}$  |
| – granica oznaczania ilościowego, $x_{\text{ozn}}$ | 0,59 $\text{ng/ml}$   |
| – współczynnik korelacji, $R$                      | 0,9997  |
| – całkowita precyzja badania, $V_c$                | 5,57%   |
| – względna niepewność całkowita                    | 12,04%.   |

---

AGNIESZKA WOŹNICA, ANNA JEŻEWSKA

### 1,2-Epoxy-3-phenoxypropane – a determination method

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

A worker's exposure to airborne 1,2-epoxy-3-phenoxypropane is determined with an active charcoal tube (100/50 mg sections). Samples are collected at a maximum flow rate of 10 L/h until a maximum collection volume of 50 L is reached. After sampling the active charcoal tube is desorbed with carbon disulfide. The analysis is conducted with gas chromatography with a flame ionisation detector (GC-FID).

The working range is 0.06 to 1.2  $\text{mg/m}^3$  for a 50 l air sample.