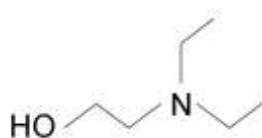


2-(Dietyloamino)etanol

- metoda oznaczania

mgr JOANNA KOWALSKA
Centralny Instytut Ochrony Pracy –
Państwowy Instytut Badawczy
00-701 Warszawa
ul. Czerniakowska 16



Numer CAS: 100-37-8

Słowa kluczowe: 2-(dietyloamino)etanol, metoda oznaczania, metoda chromatografii gazowej, powietrze na stanowiskach pracy.

Keywords: 2-diethylaminoethyl alcohol, determination method, workplace air, GC method.

Streszczenie

Metoda polega na adsorpcji par 2-(dietyloamino)etanolu na żywicy XAD-7, desorpcji acetone i analizie chromatograficznej (GC/FID) otrzymana-

nego roztworu.

Oznaczalność metody wynosi 1,3 mg/m³.

Summary

The determination method is based on the adsorption of 2-diethylaminoethyl alcohol vapours on XAD-7 sampling tubes (60/30 mg sections),

desorption with 1 ml of acetone and gas chromatographic (GC/FID) analysis of the resulting solution.

The determination limit of the method is 1.3 mg/m³.

UWAGI WSTĘPNE

2-(Dietyloamino)etanol (DEAE) jest bezbarwną, palną cieczą o charakterystycznym zapachu amin stosowaną jako surowiec do syntezy farmaceutyków i katalizator przy syntezie polimerów w przemyśle chemicznym, a także do produkcji: detergentów, farb, lakierów i klejów.

Zgodnie z rozporządzeniem Parlamentu Europejskiego i Rady (WE nr 1272/2008) 2-(dietyloamino)etanol zaklasyfikowano jako:

- H226 – łatwopalna ciecz i pary
- H302 + H312 + H332 – szkodliwa w przypadku połknięcia, w kontakcie ze skórą lub w przypadku wdychania

– H314 – powoduje poważne oparzenia skóry oraz uszkodzenia oczu.

Zamieszczone w załączniku nr 1 rozporządzenia ministra pracy i polityki społecznej z dnia 29 lipca 2010 r. (DzU nr 141, poz. 950)

wartości dopuszczalnych stężeń dla 2-(dietyloamino)etanolu wynoszą:

- najwyższe dopuszczalne stężenie (NDS) – 13 mg/m^3
- najwyższe dopuszczalne stężenie chwilowe (NDSCh) – 26 mg/m^3 .

PROCEDURA ANALITYCZNA

1. Zakres procedury

W niniejszej procedurze podano metodę oznaczania zawartości 2-(dietyloamino)etanolu w powietrzu na stanowiskach pracy z zastosowaniem chromatografii gazowej z detekcją płomieniowo-jonizacyjną.

Najmniejsze stężenie 2-(dietyloamino)etanolu, jakie można oznaczyć w warunkach pobierania próbek powietrza i wykonania oznaczania opisanych w procedurze, wynosi $1,3 \text{ mg/m}^3$.

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 2-(dietyloamino)etanolu na żywicy XAD-7, desorpcji acetonem, a następnie analizie chromatograficznej otrzymanego roztworu.

4. Wytyczne ogólne

4.1. Czystość odczynników

Podczas analizy, jeżeli nie zaznaczono inaczej, należy stosować 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. 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. 2-(Dietyloamino)etanol

Stosować wg punktu 4.1.

5.2. Aceton

Stosować wg punktu 4.1.

5.3. Roztwór wzorcowy podstawowy

Do zważonej kolby miarowej o pojemności 10 ml należy odważyć około 300 mg 2-(dietyloamino)etanolu wg punktu 5.1., kolbę zważyć, uzupełnić do kreski acetonem wg punktu 5.2. i dokładnie wymieszać. Stężenie 2-(dietyloamino)etanolu w tak przygotowanym roztworze wynosi około 30 mg/ml. Obliczyć dokładną zawartość tego związku w 1 ml roztworu.

5.4. Roztwór wzorcowy pośredni

Do kolby miarowej o pojemności 25 ml odmierzyć 3,9 ml roztworu wzorcowego podstawowego wg punktu 5.3., uzupełnić do kreski acetonem wg punktu 5.2. i wymieszać. Obliczyć zawartość 2-(dietyloamino)etanolu w 1 ml tak przygotowanego roztworu.

5.5. Roztwory wzorcowe robocze

Do sześciu kolb miarowych o pojemności 10 ml odmierzyć kolejno: 0,05; 0,1; 0,15; 0,25; 0,5 i 1 ml roztworu wzorcowego pośredniego wg punktu 5.4., uzupełnić do kreski acetonem wg punktu 5.2. i wymieszać. Obliczyć zawartość 2-(dietyloamino)etanolu w 1 ml tak przygotowanych roztworów.

Roztwory przygotowane wg punktów: 5.3., 5.4. i 5.5. przechowywane w chłodziarce są trwałe przez czternaście dni.

5.6. Rurki pochłaniające

Stosować rurki szklane wypełnione dwiema warstwami (60 i 30 mg) żywicy XAD-7, rozdzielonymi i ograniczonymi włóknem szklanym. Rurki należy zbadać chromatograficznie oraz wyznaczyć współczynnik desorpcji 2-(dietyloamino)etanolu wg punktu 11.

6. Przyrządy pomiarowe i sprzęt pomocniczy

6.1. Chromatograf gazowy

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

6.2. Kolumna chromatograficzna

Stosować kolumnę chromatograficzną umożliwiającą rozdzielenie 2-(dietyloamino)etanolu od innych substancji występujących jednocześnie w badanym powietrzu, np.: kolumnę kapilarną DB-VRX z niepolarną fazą polisiloksanową o długości 30 m, średnicy wewnętrznej 0,25 mm i grubości filmu 1,4 μm .

6.3. Mikrostrzykawki

Stosować mikrostrzykawki do cieczy o pojemności 10 μl \div 5 ml.

6.4. Naczynka do desorpcji

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

6.5. Pompa ssąca

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

6.6. Kolby miarowe

Stosować kolby szklane o pojemności 10 i 25 ml.

6.7. Pipeta szklana

Stosować pipetę do cieczy o pojemności 5 ml.

6.8. Filtry strzykawkowe

Stosować filtry strzykawkowe z membraną teflonową o średnicy 25 mm i średnicy porów 0,45 μm .

7. Pobieranie próbek powietrza

Próbki powietrza należy pobierać zgodnie z zasadami podanymi w normie PN-Z-04008-7. W miejscu pobierania próbek przez rurkę pochłaniającą wg punktu 5.6. należy przepuścić 18 l badanego powietrza ze stałym strumieniem objętości, nie większym niż 300 ml/min. Zaleca się przechowywanie i przewożenie próbek w obniżonej temperaturze. Próbki przechowywane w chłodziarce są trwałe czternaście dni.

8. Warunki pracy chromatografu

Należy tak dobrać warunki pracy chromatografu, aby uzyskać rozdział 2-(dietyloamino)etanolu od substancji współwystępujących. W przypadku stosowania kolumny o parametrach wg punktu 6.2., oznaczanie można wykonać w następujących warunkach:

- temperatura kolumny programowana:
 - temperatura początkowa 90 °C (2 min)
 - przyrost temperatury 20 °C/min
 - temperatura końcowa 220 °C (1 min)
- temperatura dozownika 200 °C
- temperatura detektora 240 °C
- strumień objętości gazu nośnego (hel) 1,5 ml/min
- strumień objętości wodoru 45 ml/min
- strumień objętości powietrza 400 ml/min
- dzielnik próbki 5: 1
- objętość wstrzykiwanej próbki 2 μl .

9. Sporządzanie krzywej wzorcowej

Do chromatografu wg punktu 6.1. wprowadzić po 2 μl roztworów wzorcowych roboczych wg punktu 5.5. Z każdego roztworu wzorcowego należy wykonać pomiar dwukrotnie. Odczytać powierzchnie pików wg wskazań integratora i obliczyć średnią arytmetyczną. Różnica między wynikami nie powinna być większa niż $\pm 5\%$ tej wartości. Następnie wykreślić krzywą wzorcową, odkładając na osi odczytanych zawartość 2-(dietyloamino)etanolu w 1 ml roztworów wzor-

cowych w miligramach, 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 należy oddzielnie przesytać z rurki pochłaniającej wg punktu 5.6. do naczynek wg punktu 6.4. dłuższą warstwę żywicy XAD-7 i oddzielnie krótszą warstwę kontrolną. Następnie dodać po 1 ml acetonu wg punktu 5.2., naczynka szczelnie zamknąć i pozostawić na 60 min, wstrząsając energicznie ich zawartością co pewien czas. Roztwór znad żywicy XAD-7 przesączyć przez filtr wg punktu 6.8. Następnie wykonać oznaczenie chromatograficzne tak uzyskanego roztworu w warunkach określonych w punkcie 8. Pomiar z każdego roztworu należy wykonać dwukrotnie. Odczytać z uzyskanych chromatogramów powierzchnie pików 2-(dietyloamino)etanolu 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 oznaczenie 2-(dietyloamino)etanolu w roztworze znad krótszej warstwy żywicy. Ilość substancji oznaczonej w krótszej warstwie żywicy nie powinna przekraczać 10% ilości oznaczonej w dłuższej warstwie, gdyż w przeciwnym razie wynik należy traktować jako orientacyjny.

11. Wyznaczanie współczynnika desorpcji

Do pięciu naczynek wg punktu 6.4. dodać żywicę XAD-7 w ilości odpowiadającej dłuższej warstwie w rurce pochłaniającej wg punktu 5.6., tj. po 60 mg. Następnie dodać mikrostrzykawką wg punktu 6.3. po 5 μ l roztworu 2-(dietyloamino)etanolu wg punktu 5.3. W szóstym naczynku przygotować próbkę kontrolną zawierającą tylko żywicę. Naczynka szczelnie zamknąć i pozostawić w chłodziarce do następnego dnia. Następnie dodać po 1 ml acetonu wg punktu 5.2. Naczynka ponownie zamknąć i

przeprowadzić desorpcję w ciągu 60 min, wstrząsając ich zawartością co pewien czas. Roztwory znad żywicy XAD-7 przesączyć przez filtry wg punktu 6.8.

Jednocześnie wykonać oznaczenie badanej substancji co najmniej w trzech roztworach porównawczych, które przygotowuje się przez dodanie mikrostrzykawką wg punktu 6.3. do 1 ml acetonu wg punktu 5.2. po 5 μ l roztworu 2-(dietyloamino)etanolu wg punktu 5.1. Oznaczanie badanej substancji należy wykonać wg punktu 10.

Współczynnik desorpcji dla 2-(dietyloamino)etanolu (d) obliczyć na podstawie wzoru:

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

w którym:

P_d – średnia powierzchnia pików 2-(dietyloamino)etanolu na chromatogramach roztworów po desorpcji,

P_o – średnia powierzchnia pików o czasie retencji 2-(dietyloamino)etanolu na chromatogramach roztworu kontrolnego,

P_p – średnia powierzchnia pików 2-(dietyloamino)etanolu na chromatogramach roztworów porównawczych.

Następnie obliczyć średnią wartość współczynnika desorpcji dla 2-(dietyloamino)etanolu (\bar{d}) jako średnią arytmetyczną otrzymanych wartości (d). Współczynnik desorpcji należy zawsze oznaczać dla każdej nowej partii rurek pochłaniających.

12. Obliczanie wyniku oznaczania

Stężenia 2-(dietyloamino)etanolu (X) w badanym powietrzu obliczamy w miligramach na metr sześcienny na podstawie wzoru:

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

w którym:

m_1 – masa 2-(dietyloamino)etanolu w roztworze znad dłuższej warstwy żywicy XAD-7 odczytana z krzywej wzorcowej, w miligramach,

m_2 – masa 2-(dietyloamino)etanolu w roztworze znad krótszej warstwy żywicy XAD-7 odczytana z krzywej wzorcowej, w miligramach,
 V – objętość przepuszczonego powietrza przez

urękę pochłaniającą, w metrach sześciennych,
 \bar{d} – średnia wartość współczynnika desorpcji wyznaczana wg punktu 11.

INFORMACJE DODATKOWE

Badania wykonano, stosując chromatograf gazowy firmy Hewlett-Packard model HP 6890 z detektorem płomieniowo-jonizacyjnym oraz kolumną kapilarną DB-VRX z niepolarną fazą o opatentowanym składzie, o długości 30 m, średnicy wewnętrznej 0,25 mm i o grubości filmu 1,4 μm .

Na podstawie przeprowadzonych badań otrzymano następujące dane walidacyjne:

- zakres pomiarowy 0,024 ÷ 0,468 $\mu\text{g/ml}$
(1,3 ÷ 26 mg/m^3 dla próbki powietrza 18 l)
- granica wykrywalności, LOD 3 ng/ml
- granica oznaczalności, LOQ 8 ng/ml
- współczynnik korelacji, R 0,9999
- całkowita precyzja badania, V_c 5,14%
- względna niepewność
- całkowita 11,25%
- niepewność rozszerzona 22,50%.