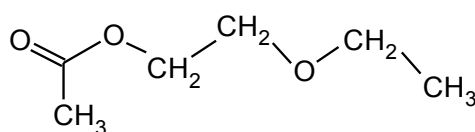


dr WIKTOR WESOŁOWSKI  
mgr inż. MAŁGORZATA  
KUCHARSKA  
dr JAN GROMIEC  
Instytut Medycyny Pracy  
im. prof. dr. med. Jerzego Nofera  
91-348 Łódź  
ul. św. Teresy od Dzieciątka Jezus 8

# Octan 2-etoksyetylu

## – metoda oznaczania

Numer CAS: 111-15-9



**Słowa kluczowe:** octan 2-etoksyetylu, analiza powietrza, stanowisko pracy, chromatografia gazowa.

**Keywords:** 2-ethoxyethyl acetate, air analysis, workplace, gas chromatography.

Metodę stosuje się do oznaczania stężeń octanu 2-etoksyetylu w powietrzu na stanowiskach pracy.

Metoda polega na adsorpcji par octanu 2-etoksyetylu na węglu aktywnym, desorpcji dichlorometanem i analizie chromatograficznej otrzymanego roztworu.

Oznaczalność metody wynosi 0,1 mg/m<sup>3</sup> (dla próbki o objętości 10 l).

### UWAGI WSTĘPNE

Octan 2-etoksyetylu (O2EE) jest bezbarwną cieczą o temperaturze wrzenia 156,4 °C. Stosowany jest w różnych gałęziach przemysłu (chemicznego, elektronicznego i meblowego). Jest składnikiem wielu takich produktów powszechnego użytku, jak: atrament, kosmetyki czy środki czyszczące.

Najważniejsze właściwości fizykochemiczne octanu 2-etoksyetylu:

– masa cząsteczkowa	132,16
– temperatura wrzenia	156,4 °C
– temperatura topnienia	-61,7 °C
– temperatura zapłonu	49 ÷ 52 °C
– gęstość względna	0,975
– gęstość względna par	4,6 (powietrze = 1)

– prężność par	3,73 hPa w temp. 25 °C
– rozpuszczalność	w wodzie 230 g/l w temp. 20 °C, w rozpuszczalnikach organicznych w każdym stosunku.

Octan 2-etoksyetylu działa hematotoksycznie i wpływa na rozrodczość. Związek ten wykazywał także działanie embriotoksyczne, fetotoksyczne i teratogenne u zwierząt doświadczalnych. Nie stwierdzono jego działania mutagennego i rakotwórczego.

Klasyfikacja substancji, według rozporządzenia Parlamentu Europejskiego i Rady (UE) nr 1272/2008 z dnia 16 grudnia 2008 r. w sprawie klasyfikacji, oznakowania i pakowania substancji i mieszanin, zmieniającego rozporządzenie UE nr 1907/2006 (tabela 3.2, załącznik VI) – Dziennik Urzędowy UE L 353 z dnia 31.12.2008 r., jest następująca:

- Repro. Kat. 2 – substancja rozpatrywana jako działająca szkodliwie na funkcje rozrodcze u człowieka
- R 60-61 – może upośledzać płodność i działać szkodliwie na dziecko w łonie matki
- R20/21/22 – działa szkodliwie przez drogi oddechowe, w kontakcie ze skórą i po połknięciu
- Xn – substancja i preparat szkodliwy
- Sk – substancja wchłania się przez skórę
- Ft – substancja działająca toksycznie na płód.

Proponowana w Polsce wartość najwyższego dopuszczalnego stężenia (NDS) octanu 2-etoksyetylu w powietrzu środowiska pracy wynosi 11 mg/m<sup>3</sup>, a wartości najwyższego dopuszczalnego stężenia chwilowego (NDSCh) nie ustalono.

## PROCEDURA ANALITYCZNA

### 1. Zakres metody

W niniejszej procedurze podano metodę oznaczania zawartości par octanu 2-etoksyetylu w powietrzu na stanowiskach pracy z zastosowaniem chromatografii gazowej z detekcją mas. Metodę stosuje się podczas badania warunków sanitarnohigienicznych do oznaczania zawartości par octanu 2-etoksyetylu w powietrzu na stanowiskach pracy.

Najmniejsze stężenie octanu 2-etoksyetylu, jakie można oznaczyć w warunkach pobierania próbek powietrza i wykonania oznaczania opisanych w metodzie, wynosi 0,1 mg/m<sup>3</sup>.

### 2. Norma powołania

Do stosowania niniejszej metody jest niezbędna 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 octanu 2-etoksyetylu na węglu aktywnym, desorpcji dichlorometanem i analizie chromatograficznej 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 w rękawicach gumowych i w odzieży ochronnej, 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. Octan 2-etoksyetylu

Stosować octan 2-etoksyetylu według punktu 4.1.

#### 5.2. Dichlorometan

Stosować dichlorometan według punktu 4.1.

#### 5.3. Gazy sprężone do chromatografu

Stosować hel jako gaz nośny.

#### 5.4. Roztwór wzorcowy bazowy octanu 2-etoksyetylu

Kolbę pomiarową o pojemności 10 ml zważyć, następnie dodać około 10 mg octanu 2-etoksyetylu (10 µl wzorca), ponownie zważyć w celu określenia rzeczywistej ilości wzorca, a następnie uzupełnić dichlorometanem według punktu 5.2. zawartość kolby do kreski. Obliczyć stężenie octanu 2-etoksyetylu w roztworze.

Roztwór wzorcowy bazowy (RWB) według punktu 5.4. przechowywany w chłodziarce i szczelnie zamknięty zachowuje trwałość przez 7 dni.

#### 5.5. Roztwory wzorcowe pośredni i roboczy octanu 2-etoksyetylu

Do kolby pomiarowej o pojemności 10 ml odmierzyć 1000 µl roztworu wzorcowego bazowego (RWB) według punktu 5.4., a następnie uzupełnić dichlorometanem według punktu 5.2. zawartość kolby do kreski. W ten sposób uzyskuje się roztwór wzorcowy pośredni (RWP) o stężeniu około 100 µg/ml.

W celu przygotowania roztworów wzorcowych roboczych do czterech naczynek według punktu 6.5. odmierzyć kolejno w mikrolitrach następujące objętości roztworu wzorcowego bazowego (RWB) według punktu 5.4.: 50; 80; 100 i 200 µl, następnie uzupełnić dichlorometanem według punktu 5.2. do 1 ml, zakapslować lub zakręcić i wymieszać. Do kolejnych pięciu naczynek według punktu 6.5. odmierzyć w mikrolitrach następujące objętości roztworu wzorcowego pośredniego (RWP) według punktu 5.5.: 10; 20; 50; 100 i 200 µl, następnie uzupełnić dichlo-

rometanem według punktu 5.2. do 1 ml, zakapslować lub zakręcić i wymieszać. Zawartości octanu 2-etoksyetylu w mikrogramach w 1 ml tych roztworów wynoszą odpowiednio: 1; 2; 5; 10; 20; 50; 80; 100 i 200 µg, co po pobraniu próbki powietrza o objętości 10 l odpowiada stężeniom od 0,1 mg/m<sup>3</sup> do 20 mg/m<sup>3</sup>.

Roztwory wzorcowe przygotowane według punktu 5.5. są nietrwałe i należy je przygotowywać przed wykonaniem analizy.

#### 5.6. Węgiel aktywny

Stosować węgiel aktywny o uziarnieniu od 0,5 mm do 1 mm. Bezpośrednio przed napełnieniem rurek pochłaniających suszyć węgiel przez 3 h w suszarce o temperaturze 160 °C. Dla każdej partii sorbentu należy każdorazowo wyznaczyć współczynnik desorpcji według punktu 12.

## 6. Przyrządy pomiarowe i sprzęt pomocniczy

### 6.1. Chromatograf gazowy

Stosować chromatograf gazowy z detektorem mas (MSD), z programem akwizycji danych, sterowaniem parametrami spektrometru i chromatografu, bibliotekami wzorcowych widm mas oraz komputer.

### 6.2. Kolby

Stosować kolby szklane o pojemności 10 ml.

### 6.3. Kolumna chromatograficzna

Stosować kolumnę chromatograficzną zapewniającą rozdział octanu 2-etoksyetylu od octanu 2-metoksyetylu czy odpowiednich eterów glikoli (2-metoksyetanolu, 2-etoksyetanolu), dichlorometanu oraz innych substancji występujących jednocześnie w powietrzu, np. niepolarną kolumnę o długości 50 m, średnicy wewnętrznej 0,2 mm i grubości filmu 0,5 µm.

### 6.4. Mikrostrzykawki

Stosować mikrostrzykawki szklane z igłami do cieczy o pojemności: 10; 25; 50; 100; 500 i 1000 µl.

### 6.5. Naczynka

Stosować naczynka kapslowane lub zakręcane, z uszczelkami z gumy silikonowej pokrytej folią teflonową, umożliwiające pobieranie zawartości mikrostrzykawką bez otwierania naczynka i mieszczące po 100 mg sorbentu według punktu 5.6. oraz 1 ml dichlorometanu według punktu 5.2.

### 6.6. Pompa

Stosować pompę ssącą, umożliwiającą pobranie powietrza w strefie oddychania pracownika, ze stałym strumieniem objętości według punktu 8.

### 6.7. Rurki pochłaniające

Stosować rurki pochłaniające szklane o długości około 60 mm, średnicy wewnętrznej 4 mm z przewężeniem na jednym końcu, zamykane kapturkami z tworzywa sztucznego, np. polietylenu czy poli(chlorku winylu).

## 7. Przygotowanie rurek pochłaniających

W rurce pochłaniającej według punktu 6.7. umieścić na przewężeniu, w dłuższej części rurki, przegródkę z pianki poliuretanowej lub włókna szklanego o grubości około 2 mm. Wsypać 50 mg sorbentu według punktu 5.6., umieścić na nim przegródkę, następnie wsypać 100 mg sorbentu i ponownie umieścić przegródkę. Natychmiast po napełnieniu rurkę zamknąć zatyczkami. Dopuszcza się stosowanie dostępnych w handlu rurek pochłaniających.

## 8. Pobieranie próbek powietrza

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

W miejscu pobierania próbek zdjąć zatyczki z rurki pochłaniającej, umocować rurkę w pozycji pionowej i połączyć z urządzeniem zasysającym od strony krótszej warstwy sorbentu. Następnie przepuścić do 10 l badanego powietrza ze strumieniem objętości do 5 l/h i rurkę szczelnie zamknąć zatyczkami. Pobrane próbki przechowywane w chłodziarce zachowują trwałość przez 7 dni. Zaleca się stosowanie pomp do dozymetrii indywidualnej.

## 9. Warunki pracy chromatografu

Należy tak dobrać warunki pracy chromatografu, aby uzyskać rozdział octanu 2-etoksyetylu od innych związków organicznych współwystępujących w badanym powietrzu. Optymalne warunki analizy uzyskuje się, zachowując następujące parametry pracy chromatografu:

a) parametry pracy kolumny HP-PONA:

- temperatura programowana:
  - czas izotermi początkowej 1 min
  - temperatura izotermi początkowej 60 °C
  - szybkość przyrostu temperatury 10 °C/min
  - izoterma końcowa 160 °C
  - czas izotermi końcowej 1 min
- ciśnienie
  - regulowane automatycznie w trybie stałego przepływu 25 cm/s,

b) parametry dozownika typu *split/splitless*:

- objętość dozowanej próby 1 µl
- temperatura 200 °C
- podział próbki (*split*) 10:1
- pojemność dozownika 900 µl,

c) parametry detektora MSD:

- temperatura linii transferowej 200 °C
- temperatura źródła jonów 230 °C
- temperatura filtra kwadrupolowego 150 °C
- rodzaj jonizacji EI
- rejestrowane jony dodatkowo
- tryb pracy SIM
- rejestrowane masy w trybie SIM: 45,0; 58,0; 59,0; 72,0 i 88,0
- napięcie powielacza jonów w trybie SIM „*autotune*” + 200 V.

## 10. Sporządzanie krzywej wzorcowej

Mikrostrzykawką o pojemności 10 µl lub automatycznym dozownikiem wprowadzić do chromatografu po 1 µl roztworów wzorcowych roboczych według punktu 5.5. Wykonać co najmniej dwukrotne oznaczenie danego roztworu wzorcowego, odczytać powierzchnię 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

wykreślić krzywą wzorcową, odkładając na osi odciętych zawartości octanu 2-etoksyetylu w miligramach w 1 ml roztworu wzorcowego, co odpowiada zawartości w próbce, a na osi rzędnych – odpowiadające im powierzchnie pików według wskazań integratora.

Dopuszcza się korzystanie z automatycznego wzorcowania i generacji raportów integratorów lub komputerowych stacji akwizycji danych zgodnie z ich instrukcjami obsługi.

## 11. Wykonanie oznaczania

Po pobraniu próbki powietrza według punktu 8. należy przesypać oddzielnie każdą warstwę węgla aktywnego z rurki pochłaniającej według punktu 7. do naczynek według punktu 6.5. Naczynka zakapslować lub zakręcić i z każdym postępować w następujący sposób: w uszczelce umieścić igłę od strzykawki w celu wyrównania ciśnienia, a przez drugą igłę wprowadzić strzykawką 1 ml dichlorometanu według punktu 5.2. Igły usunąć a naczynka pozostawić szczelnie zamknięte przez 30 min, wstrząsając co pewien czas ich zawartość. Następnie pobrać mikrostrzykawką przez uszczelkę naczynka 1 µl roztworu z nad dłuższej warstwy węgla aktywnego i wstrzyknąć do chromatografu w takich samych warunkach jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej według punktu 10. Pomiar wykonać co najmniej dwukrotnie. Odczytać powierzchnię pików według wskazań integratora, obliczyć średnią arytmetyczną. Różnica między wynikami pomiarów a wartością średnią nie powinna być większa niż 5% tej wartości. Zawartość octanu 2-etoksyetylu w próbce odczytać z wykresu krzywej wzorcowej lub wyliczyć. W taki sam sposób wykonać oznaczanie zawartości substancji w roztworze z nad krótszej warstwy węgla. Zawartość substancji oznaczana w krótszej warstwie węgla nie powinna przekraczać 10% zawartości oznaczanej w dłuższej warstwie, w przeciwnym razie wynik należy traktować jako orientacyjny.

## 12. Wyznaczanie współczynnika desorpcji

Do pięciu naczynek według punktu 6.5. wsypać po 100 mg węgla aktywnego według punktu 5.6. i następnie dodać mikrostrzykawką po 100 µl roztworu wzorcowego bazowego według punktu 5.4. Zawarta w tej objętości ilość octanu 2-etoksyetylu odpowiada ilości w 10-litrowej próbce powietrza o stężeniu zbliżonym do wartości NDS związku. Naczynka szczelnie zamknąć i pozostawić do następnego dnia. Po tym czasie wprowadzić do naczynek po 1 ml dichlorometanu według punktu 5.2. i tak postępować jak z próbkami badanymi według punktu 11. Przygotować także próbkę kontrolną zawierającą 100 mg węgla aktywnego i 1 ml dichlorometanu według punktu 5.2. Jednocześnie wykonać oznaczanie co najmniej trzech roztworów porównawczych, przygotowanych przez wprowadzenie 100 µl roztworu wzorcowego bazowego według punktu 5.4. do naczynek zawierających po 1 ml dichlorometanu według punktu 5.2.

Współczynnik desorpcji dla octanu 2-etoksyetylu ( $d$ ) obliczyć na podstawie wzoru:

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

w którym:

$P_a$  – średnia powierzchnia pików octanu 2-etoksyetylu z chromatogramów roztworu po desorpcji, według wskazań integratora,

$P_o$  – średnia powierzchnia pików o czasie retencji octanu 2-etoksyetylu z chromatogramów roztworu kontrolnego, według wskazań integratora,

$P_p$  – średnia powierzchnia pików octanu 2-etoksyetylu z chromatogramów roztworów porównawczych, według wskazań integratora.

Następnie obliczyć średnią wartość współczynnika desorpcji octanu 2-etoksyetylu ( $\bar{d}$ ) jako średnią arytmetyczną otrzymanych wartości. Różnice między wynikami a wartością średnią nie powinny być większe niż  $\pm 5\%$  tej wartości. Współczynnik desorpcji należy zawsze wyznaczać dla nowej partii sorbentu.

### 13. Obliczanie wyniku oznaczania

Stężenie octanu 2-etoksyetylu ( $X$ ) 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 badanego octanu 2-etoksyetylu w roztworze znad dłuższej warstwy węgla aktywnego odczytana z krzywej wzorcowej, w miligramach,
- $m_2$  – masa badanego octanu 2-etoksyetylu w roztworze znad krótszej warstwy węgla aktywnego odczytana z krzywej wzorcowej, w miligramach,
- $V$  – objętość powietrza przepuszczonego przez rurkę pochłaniającą, w metrach sześciennych,
- $\bar{d}$  – średnia wartość współczynnika desorpcji badanego octanu 2-etoksyetylu oznaczona według punktu 12.

### INFORMACJE DODATKOWE

Badania wykonano, stosując chromatograf gazowy Agilent Technologies 6890N z detektorem mas 5973 (MSD), wyposażony w kolumnę HP-PONA o długości 50 m, średnicy 0,2 mm i grubości filmu fazy stacjonarnej 0,5  $\mu\text{m}$ .

Na podstawie wyników przeprowadzonych badań uzyskano następujące dane walidacyjne:

- granica wykrywalności,  $X_{gw}$  0,041  $\mu\text{g/ml}$
- granica oznaczania ilościowego,  $X_{ozn}$  0,137  $\mu\text{g/ml}$
- współczynnik korelacji, charakteryzujący liniowość krzywej wzorcowej,  $r$  0,999
- całkowita precyzja badania,  $V_c$  5,15%
- niepewność całkowita metody 12,12%.

---

WIKTOR WESOŁOWSKI, MAŁGORZATA KUCHARSKA, JAN GROMIEC

### 2-Ethoxyethyl acetate – determination method

#### Abstract

The method is based on the adsorption of 2-ethoxyethyl acetate on activated charcoal, desorption with dichloromethane and gas chromatographic (GC-MSD) analysis of the resulting solution.

The determination limit of the method is 0.1  $\text{mg/m}^3$ .