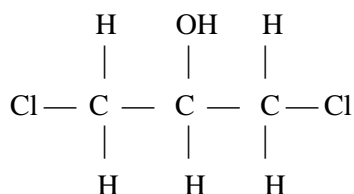


mgr BARBARA ROMANOWICZ  
dr JAN GROMIEC  
Instytut Medycyny Pracy  
im. prof. dr. med. Jerzego Nofera  
91-348 Łódź  
ul. św. Teresy od Dzieciątka Jezus 8

# 1,3-Dichloropropan-2-ol

## – metody oznaczania

Numer CAS: 96-23-1



**Słowa kluczowe:** 1,3-dichloropropan-2-ol, substancje rakotwórcze, analiza powietrza, stanowisko pracy, chromatografia gazowa.

**Keywords:** 1,3-dichloropropanol-2, cancerogenic substances, air analysis, workplace, gas chromatography.

Metodę przygotowano w dwóch wersjach.

Wersja I metody polega na adsorpcji par 1,3-dichloropropan-2-olu na Tenaxie, desorpcji związku acetonem i analizie chromatograficznej otrzymanego roztworu z detekcją płomieniowo-jonizacyjną.

Oznaczalność metody wynosi 0,5 mg/m<sup>3</sup> (dla próbki o objętości 10 l).

Wersja II metody polega na adsorpcji par 1,3-dichloropropan-2-olu na Tenaxie, desorpcji związku acetonem i analizie chromatograficznej otrzymanego roztworu z detekcją wychwyty elektronów.

Oznaczalność metody wynosi 0,005 mg/m<sup>3</sup>.

### UWAGI WSTĘPNE

1,3-Dichloropropan-2-ol (1,3-dichloropropan-2-ol, 1,3-dichloro-2-hydroksypropan, 1,3-dichloroizopropylowy alkohol, DCP) jest otrzymywany w wyniku reakcji glicerolu z kwasem octowym i gazowym chlorowodorem. Chemicznie czysty 1,3-dichloropropan-2-ol jest cieczą o lekko żółtym zabarwieniu i eterycznym zapachu. Związek słabo rozpuszcza się w wodzie (10 mg/l w temp. 25 °C), natomiast dobrze rozpuszcza się w alkoholach, eterach oraz w większości rozpuszczalników organicznych.

Najważniejsze właściwości fizykochemiczne 1,3-dichloropropan-2-olu:

– masa cząsteczkowa 128,99

– temperatura wrzenia	174,3 °C
– temperatura topnienia	- 4 °C
– temperatura zapłonu	77 °C (metoda tygła otwartego)
– temperatura zapłonu	85 °C (metoda tygła zamkniętego)
– gęstość względna	1,3506 (w temp. 20 °C, woda = 1)
– gęstość względna par	4,41 (powietrze = 1)
– prężność par	0,75 mmHg (w temp. 25 °C) kPa (w temp. 20 °C)
– współczynnik podziału oktanol-woda	54,6
– pKa (stała dysocjacji)	12,87±0,2 (w temp. 20 °C).

Zgodnie z rozporządzeniem ministra zdrowia z dnia 28 września 2005 r. w sprawie wykazu substancji niebezpiecznych wraz z ich klasyfikacją i oznakowaniem (DzU nr 201, poz. 1674) wdrażającym dyrektywę 67/548/EWG z późn. zmianami. 1,3-dichloropropan-2-ol znajduje się w wykazie niebezpiecznych substancji chemicznych (numer indeksowy związku: 602-064-00-0) i został sklasyfikowany jako:

- substancja rakotwórcza kat. 2. (substancja, która powinna być rozpatrywana jako rakotwórcza dla człowieka) z przypisanym zwrotem określającym zagrożenie „może powodować raka” (R45)
- substancja toksyczna (T) z przypisanym zwrotem określającym zagrożenie „działa toksycznie po połknięciu” (R25)
- substancja szkodliwa (Xn) z przypisanym zwrotem określającym zagrożenie „działa szkodliwie w kontakcie ze skórą” (R21).

## PROCEDURA ANALITYCZNA I

### Adsorpcja par 1,3-dichloropropan-2-olu na Tenaxie i analiza z detektorem FID

#### 1. Zakres metody

Metodę stosuje się do oznaczania zawartości par 1,3-dichloropropan-2-olu w powietrzu na stanowiskach pracy.

Najmniejsze stężenie 1,3-dichloropropan-2-olu, jakie można oznaczyć w warunkach pobierania próbek powietrza i wykonania oznaczania opisanych w metodzie, wynosi 0,5 mg/m<sup>3</sup> dla próbki powietrza o objętości 10 l.

#### 2. Norma powołana

Do stosowania niniejszej metody niezbędna jest 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 1,3-dichloropropan-2-olu na Tenaxie desorpcji związku acetonem i analizie chromatograficznej, z detekcją płomieniowo-jonizacyjną, 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 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. 1,3-Dichloropropan-2-ol $\geq$ 97-procentowy (GC)

Stosować według punktu 4.

#### 5.2. Aceton

Stosować według punktu 4.

#### 5.3. Roztwór wzorcowy podstawowy 1,3-dichloropropan-2-olu

Kolbę pomiarową o pojemności 10 ml według punktu 6.4. zważyć, dodać 37  $\mu$ l (około 50 mg) 1,3-dichloropropan-2-olu i ponownie zważyć w celu określenia rzeczywistej ilości wzorca. Kolbę dopełnić do kreski acetonem i wymieszać. Obliczyć zawartość 1,3-dichloropropan-2-olu w 1 ml roztworu.

Roztwór wzorcowy podstawowy przechowywany w chłodziarce i szczelnie zamknięty zachowuje trwałość przez 7 dni.

#### 5.4. Roztwory wzorcowe robocze 1,3-dichloropropan-2-olu

Do siedmiu naczynek według punktu 6.5. odmierzyć: 1; 3; 5; 7; 10; 15 i 20  $\mu$ l roztworu wzorcowego podstawowego według punktu 5.3., dopełnić acetonem do 1 ml i wymieszać. Zawartość 1,3-dichloropropan-2-olu w mikrogramach w 1 ml tak przygotowanych roztworów wynosi odpowiednio: 5; 15; 25; 35; 50; 75 i 100  $\mu$ g, co odpowiada stężeniom związku w zakresie:  $0,5 \div 10$  mg w 1 m<sup>3</sup> powietrza przy pobieraniu próbek powietrza według punktu 7. i wykonaniu oznaczania według punktu 10.

Roztwory wzorcowe przygotowane według punktu 5.4. są nietrwałe i należy przygotowywać je w dniu wykonywania oznaczania.

#### 5.5. Gazy sprężone do chromatografu

Stosować: hel lub argon jako gaz nośny, wodór i powietrze do detektora, o czystości zgodnej z instrukcją aparatu.

## 6. Przyrządy pomiarowe i sprzęt pomocniczy

### 6.1. Chromatograf gazowy

Stosować chromatograf gazowy z detektorem płomieniowo-jonizacyjnym (FID) wyposażony w integrator elektroniczny lub komputer z programem sterowania i zbierania danych.

### 6.2. Kolumna chromatograficzna

Stosować kolumnę zapewniającą rozdział 1,3-dichloropropan-2-olu od innych substancji występujących jednocześnie w badanym powietrzu, np. kolumnę kapilarną wypełnioną niepolarną fazą stacjonarną ((5%-Phenyl)-methylsilicone) o długości 30 m, średnicy wewnętrznej 0,53 mm i grubości filmu 1,8  $\mu\text{m}$ .

### 6.3. Mikrostrzykawki

Stosować mikrostrzykawki szklane z igłami do cieczy o pojemności 10 i 1000  $\mu\text{l}$ .

### 6.4. Kolba pomiarowa ze szkła ciemnego

Stosować kolbę pomiarową ze szkła ciemnego o pojemności 10 ml.

### 6.5. Naczynka

Stosować naczynka ze szkła ciemnego, kapslowane lub zakręcane, z uszczelkami z gumy silikonowej pokrytej folią teflonową, umożliwiające pobieranie zawartości mikrostrzykawką bez otwierania naczynka i mieszczące po 2 ml roztworu.

### 6.6. Pompa

Stosować pompę ssącą, umożliwiającą pobranie powietrza w strefie oddychania pracownika, ze stałym strumieniem objętości według punktu 7.

### 6.7. Rurki pochłaniające

Stosować rurki wypełnione Tenaxem, firmy SKC Cat. No 226-35-03.

## 7. Pobieranie próbek powietrza

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

W miejscu pobierania próbek zdjęć kapturki z rurki pochłaniającej, umocować rurkę w pozycji pionowej i połączyć z urządzeniem zasysającym od strony krótszej warstwy sorbentu. Przez rurkę pochłaniającą przepuścić 10 l badanego powietrza ze stałym strumieniem objętości, nie większym niż 10 l/h.

Rurki z pobranymi próbkami zabezpieczone kapturkami i przechowywane w chłodziarce są trwałe przez 7 dni.

## 8. Warunki pracy chromatografu

Należy dobrać takie warunki pracy chromatografu, aby uzyskać rozdział 1,3-dichloropropan-2-olu od acetonu i substancji współwystępujących. W przypadku stosowania kolumny kapilarnej według punktu 6.2., oznaczanie można wykonać w następujących warunkach:

– temperatura kolumny programowana:

45 °C (0,2 min) → przyrost 40 °C /min → 190 °C (5 min)

– temperatura dozownika 220 °C

– temperatura detektora 250 °C

– strumień objętości gazu nośnego przez kolumnę 5 ml/min

– strumień objętości gazu uzupełniającego	25 ml/min
– strumień objętości wodoru	30 ml/min
– strumień objętości powietrza	300 ml/min.

Nową kolumnę należy kondycjonować w strumieniu gazu nośnego w temperaturze 250 °C do otrzymania prawidłowej linii zerowej.

## 9. Sporządzanie krzywej wzorcowej

Do chromatografu wprowadzić za pomocą mikrostrzykawki według punktu 6.3. po 1 µl roztworów roboczych według punktu 5.4. i analizować chromatograficznie w warunkach podanych w punkcie 8.

Przed pobraniem kolejnych roztworów strzykawkę należy kilkakrotnie przepłukać analizowanym roztworem. Dla każdego roztworu wykonać co najmniej dwa oznaczenia, odczytać powierzchnie 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 sporządzić krzywą wzorcową, odkładając na osi odciętych zawartości 1,3-dichloropropan-2-olu w mikrogramach w 1 ml roztworów wzorcowych, a na osi rzędnych – odpowiadające im średnie powierzchnie pików. Dopuszcza się korzystanie z automatycznego wzorcowania i generacji raportów integratorów lub komputerowych stacji akwizycji danych zgodnie z ich instrukcjami obsługi.

## 10. Wykonanie oznaczania

Po pobraniu próbki powietrza w warunkach podanych w punkcie 7. należy przesypać oddzielnie każdą warstwę sorbentu z rurki pochłaniającej do naczynek według punktu 6.5. Następnie dodać po 1 ml acetonu, naczynka szczelnie zamknąć i pozostawić na 60 min, wstrząsając ich zawartość co pewien czas. Po tym czasie należy pobrać 1 µl roztworu z nadłuższej warstwy Tenaxu i analizować chromatograficznie w warunkach podanych w punkcie 8. Oznaczenie z każdego roztworu wykonać co najmniej dwukrotnie. Odczytać powierzchnie pików według wskazań integratora i obliczyć wartość średnią. Różnica między wynikami pomiarów a wartością średnią nie powinna być większa niż 5% tej wartości. Zawartość 1,3-dichloropropan-2-olu w próbce odczytać z wykresu krzywej wzorcowej lub wyliczyć. W taki sam sposób analizować roztwory z nadkrótszej warstwy Tenaxu. Masa substancji oznaczona w krótszej warstwie Tenaxu nie powinna przekraczać 10% ilości oznaczonej w dłuższej warstwie, w przeciwnym razie wynik należy traktować jako orientacyjny.

## 11. Wyznaczanie współczynnika desorpcji

Do pięciu naczynek według punktu 6.5. wsypać Tenax z rurek według punktu 6.7. w ilości odpowiadającej dłuższej warstwie w rurce pochłaniającej i dodać mikrostrzykawką po 10 µl roztworu wzorcowego podstawowego 1,3-dichloropropan-2-olu według punktu 5.3. Naczynka szczelnie zamknąć i pozostawić do następnego dnia. Następnie do naczynek dodać po 1 ml acetonu i dalej tak postępować jak z próbkami badanymi w warunkach podanych w punkcie 10. Jednocześnie wykonać oznaczanie co najmniej dwóch roztworów porównawczych, przygotowanych przez

wprowadzenie 10 µl roztworu wzorcowego podstawowego według punktu 5.3. do 1 ml acetonu oraz próbki kontrolnej zawierającej 100 mg stosowanego adsorbentu i 1 ml acetonu.

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

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

w którym:

- $P_d$  – średnia powierzchnia pików 1,3-dichloropropan-2-olu z chromatogramów roztworów po desorpcji,
- $P_o$  – średnia powierzchnia pików 1,3-dichloropropan-2-olu z chromatogramów roztworów kontrolnych,
- $P_p$  – średnia powierzchnia pików 1,3-dichloropropan-2-olu z chromatogramów roztworu porównawczego.

Następnie obliczyć średnią arytmetyczną wartość współczynnika desorpcji dla oznaczanej substancji ( $\bar{d}$ ) jako średnią arytmetyczną otrzymanych wartości  $d$ . Współczynnik desorpcji należy zawsze oznaczać dla nowej partii stosowanego sorbentu.

## 12. Obliczanie wyniku oznaczania

Stężenie 1,3-dichloropropan-2-olu ( $X$ ) 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 1,3-dichloropropan-2-olu w roztworze znad dłuższej warstwy sorbentu odczytana z krzywej wzorcowej, w mikrogramach,
- $m_2$  – masa badanego 1,3-dichloropropan-2-olu w roztworze znad krótszej warstwy sorbentu odczytana z krzywej wzorcowej, w mikrogramach,
- $V$  – objętość powietrza przepuszczonego przez rurkę pochłaniającą, w litrach,
- $\bar{d}$  – średnia wartość współczynnika desorpcji badanego 1,3-dichloropropan-2-olu, oznaczona według punktu 11.

## INFORMACJE DODATKOWE

Badania wykonano, stosując chromatograf gazowy Hewlett-Packard HP 5890 seria II, wyposażony w detektor płomieniowo-jonizacyjny (FID) i kolumnę kapilarną (HP-5, 30 m × 0,53 mm) wypełnioną niepolarną fazą stacjonarną (5%-Phenyl)-methylsilicone (grubość filmu 1,8 µm).

Na podstawie przeprowadzonych badań uzyskano dla 1,3-dichloropropan-2-olu następujące dane walidacyjne:

- |   |               |
|---|---------------|
| – zakres pomiarowy                          | 5 ÷ 100 µg/ml |
| – granica wykrywalności, $x_{gw}$           | 0,0779 µg/ml  |
| – granica oznaczania ilościowego, $x_{ozn}$ | 0,2596 µg/ml  |

- współczynnik korelacji charakteryzujący liniowość krzywej wzorcowej,  $r$  0,9998
- całkowita precyzja badania,  $V_c$  5,23%
- całkowita niepewność metody 10,85%.

---

*BARBARA ROMANOWICZ, JAN GROMIEC*

### **1,3-Dichloropropanol-2 - determination method I**

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

The method is based on the adsorption of 1,3-dichloropropanol-2 vapours on Tenax. Samples are desorbed with acetone and analyzed by gas chromatography with a flame ionization detector (GC-FID).

The determination limit of the method is 0.5 mg/m<sup>3</sup> for 10 l air sample.

## PROCEDURA ANALITYCZNA II

### Adsorpcja par 1,3-dichloropropan-2-olu na sorbencie Tenax i analiza z detektorem ECD

#### 1. Zakres metody

Metodę stosuje się do oznaczania zawartości par 1,3-dichloropropan-2-olu w powietrzu na stanowiskach pracy.

Najmniejsze stężenie 1,3-dichloropropan-2-olu, jakie można oznaczyć w warunkach pobierania próbek powietrza i wykonania oznaczania opisanych w metodzie, wynosi 0,005 mg/m<sup>3</sup>.

#### 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 1,3-dichloropropan-2-olu na Tenaxie, desorpcji związku acetonem i analizie chromatograficznej otrzymanego roztworu z detekcją wychwytu elektronów.

#### 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 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. 1,3-dichloropropan-2-ol $\geq 97$ -procentowy (GC)

Stosować według punktu 4.

##### 5.2. Aceton

Stosować według punktu 4.

##### 5.3. Roztwór wzorcowy podstawowy 1,3-dichloropropan-2-olu

Do kolby pomiarowej o pojemności 100 ml według punktu 6.4. wlać 100 ml acetonu według punktu 5.2., zważyć i dodać 3,7  $\mu$ l (około 5 mg) 1,3-dichloropropan-2-olu i ponownie zważyć w



celu określenia rzeczywistej ilości wzorca. Obliczyć zawartość 1,3-dichloropropan-2-olu w 1 ml roztworu.

Roztwór wzorcowy podstawowy przechowywany w chłodziarce i szczelnie zamknięty zachowuje trwałość przez 2 dni.

#### 5.4. Roztwory wzorcowe robocze 1,3-dichloropropan-2-olu

Do pięciu naczynek według punktu 6.5. odmierzyć: 1; 2; 4; 7 i 10  $\mu\text{l}$  roztworu wzorcowego podstawowego według punktu 5.3., dopełnić acetonem do 1 ml i wymieszać. Zawartość 1,3-dichloropropan-2-olu w nanogramach w 1 ml tak przygotowanych roztworów wynosi odpowiednio: 50; 100; 200; 350 i 500 ng, co odpowiada stężeniom związku w zakresie  $0,005 \div 0,05 \text{ mg w } 1 \text{ m}^3$  powietrza przy pobieraniu próbek powietrza według punktu 7. i wykonaniu oznaczania według punktu 10.

Roztwory wzorcowe przygotowane według punktu 5.4. są nietrwałe i należy przygotowywać je w dniu wykonywania oznaczania.

#### 5.5. Gazy sprężone do chromatografu

Stosować: hel lub argon jako gaz nośny, wodór i powietrze do detektora, o czystości zgodnej z instrukcją aparatu.

## 6. Przyrządy pomiarowe i sprzęt pomocniczy

### 6.1. Chromatograf gazowy

Stosować chromatograf gazowy z detektorem wychwytu elektronów (ECD) wyposażony w integrator elektroniczny lub komputer z programem sterowania i zbierania danych.

### 6.2. Kolumna chromatograficzna

Stosować kolumnę zapewniającą rozdział 1,3-dichloropropan-2-olu od innych związków chlorowcoorganicznych występujących jednocześnie w badanym powietrzu, np. kolumnę kapilarną wypełnioną niepolarną fazą stacjonarną ((5%-Phenyl)-methylsilicone) o długości 30 m, średnicy wewnętrznej 0,53 mm i grubości filmu 1,8  $\mu\text{m}$ .

### 6.3. Mikrostrzykawki

Stosować mikrostrzykawki szklane z igłami do cieczy o pojemności 10 i 1000  $\mu\text{l}$ .

### 6.4. Kolba pomiarowa ze szkła ciemnego

Stosować kolbę pomiarową ze szkła ciemnego o pojemności 100 ml.

### 6.5. Naczynka

Stosować naczynka ze szkła ciemnego, kapslowane lub zakręcane, z uszczelkami z gumy silikonowej pokrytej folią teflonową, umożliwiające pobieranie zawartości mikrostrzykawką bez otwierania naczynka i mieszczące po 2 ml roztworu.

### 6.6. Pompa

Stosować pompę ssącą umożliwiającą pobranie powietrza w strefie oddychania pracownika, ze stałym strumieniem objętości według punktu 7.

### 6.7. Rurki pochłaniające

Stosować rurki wypełnione Tenaxem, firmy SKC Cat. No 226-35-03.

## 7. Pobieranie próbek powietrza

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

W miejscu pobierania próbek zdjęć kapturki z rurki pochłaniającej, umocować rurkę w pozycji pionowej i połączyć z urządzeniem zasysającym od strony krótszej warstwy sorbentu. Przez rurkę pochłaniającą przepuścić 10 l badanego powietrza ze stałym strumieniem objętości, nie większym niż 10 l/h.

Rurki z pobranymi próbkami zabezpieczone kapturkami i przechowywane w chłodziarce są trwałe przez 7 dni.

## 8. Warunki pracy chromatografu

Należy dobrać takie warunki pracy chromatografu, aby uzyskać rozdział 1,3-dichloropropan-2-olu od substancji współwystępujących. W przypadku stosowania kolumny kapilarnej według punktu 6.2. oznaczanie można wykonać w następujących warunkach:

- temperatura dozownika 250 °C
- praca komory nastrzykowej bez dzielenia próbki (*splitless*)
- temperatura kolumny programowana  
100 °C (0,8 min) → przyrost 50 °C /min → 200 °C (2,5 min)
- gaz nośny hel
- gaz pomocniczy azot
- temperatura detektora 270 °C
- strumień objętości gazu nośnego przez kolumnę 5 ml/min
- strumień objętości gazu uzupełniającego 60 ml/min.

Nową kolumnę należy kondycjonować w strumieniu gazu nośnego w temperaturze 250 °C do otrzymania prawidłowej linii zerowej.

## 9. Sporządzanie krzywej wzorcowej

Do chromatografu wprowadzić za pomocą mikrostrzykawki według punktu 6.3. po 2 µl roztworów roboczych według punktu 5.4. i analizować chromatograficznie w warunkach podanych w punkcie 8.

Przed pobraniem kolejnych roztworów strzykawkę należy kilkakrotnie przepłukać analizowanym roztworem. Dla każdego roztworu wykonać co najmniej dwa oznaczenia, odczytać powierzchnie 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 sporządzić krzywą wzorcową, odkładając na osi odciętych logarytmy naturalne liczbowej zawartości 1,3-dichloropropan-2-olu w 1 ml roztworów wzorcowych roboczych, a na osi rzędnych – odpowiadające im logarytmy naturalne średnich powierzchni pików. Dopuszcza się korzystanie z automatycznego wzorcowania i komputerowej stacji akwizycji danych do otrzymania krzywej wzorcowej zależności liniowej zgodnej z równaniem kwadratowym.

## 10. Wykonanie oznaczania

Po pobraniu próbki powietrza w warunkach podanych w punkcie 7. należy przesypać oddzielnie każdą warstwę sorbentu z rurki pochłaniającej do naczynek według punktu 6.5. Następnie dodać po 1 ml acetonu, naczynka szczelnie zamknąć i pozostawić na 60 min, wstrząsając ich zawartość

co pewien czas. Po tym czasie należy pobrać 2 µl roztworu z nad dłuższej warstwy sorbentu i analizować chromatograficznie w warunkach podanych w punkcie 8. Oznaczanie z każdego roztworu wykonać co najmniej dwukrotnie. Odczytać powierzchnie pików według wskazań integratora i obliczyć wartość średnią. Różnica między wynikami pomiarów a wartością średnią nie powinna być większa niż 5% tej wartości. Zlogarytmowaną zawartość 1,3-dichloropropan-2-olu w próbce odczytać z wykresu krzywej wzorcowej i wyliczyć stężenie przez odlogarytmowanie logarytmu. W taki sam sposób analizować roztwory z nad krótszej warstwy sorbentu.

Masa substancji oznaczona w krótszej warstwie Tenaxu nie powinna przekraczać 10% ilości oznaczonej w dłuższej warstwie, w przeciwnym razie wynik należy traktować jako orientacyjny.

## 11. Wyznaczanie współczynnika desorpcji

Do pięciu naczynek przygotowanych według punktu 6.5. wysypać Tenax z rurek według punktu 6.7. w ilości odpowiadającej dłuższej warstwie w rurce pochłaniającej i dodać mikrostrzykawką po 10 µl roztworu wzorcowego podstawowego 1,3-dichloropropan-2-olu według punktu 5.3. Naczynka szczelnie zamknąć i pozostawić do następnego dnia. Następnie do naczynek dodać po 1 ml acetonu i dalej tak postępować jak z próbkami badanymi w warunkach podanych w punkcie 10. Jednocześnie wykonać oznaczanie co najmniej dwóch roztworów porównawczych, przygotowanych przez wprowadzenie 10 µl roztworu wzorcowego podstawowego według punktu 5.3. do 1 ml acetonu oraz próbki kontrolnej zawierającej 100 mg stosowanego sorbentu i 1 ml acetonu.

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

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

w którym:

$P_d$  – średnia powierzchnia pików 1,3-dichloropropan-2-olu z chromatogramów roztworów po desorpcji,

$P_o$  – średnia powierzchnia pików 1,3-dichloropropan-2-olu z chromatogramów roztworów kontrolnych,

$P_p$  – średnia powierzchnia pików 1,3-dichloropropan-2-olu z chromatogramów roztworu porównawczego.

Następnie obliczyć średnią arytmetyczną wartość współczynnika desorpcji dla oznaczanej substancji ( $\bar{d}$ ) jako średnią arytmetyczną otrzymanych wartości  $d$ . Współczynnik desorpcji należy zawsze oznaczać dla nowej partii stosowanego sorbentu.

## 12. Obliczanie wyniku oznaczenia

Stężenie 1,3-dichloropropan-2-olu ( $X$ ) 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 1,3-dichloropropan-2-olu w roztworze znad dłuższej warstwy sorbentu wyznaczona po przekształceniu logarytmu naturalnego tej wartości odczytanego z krzywej wzorcowej, w miligramach,
- $m_2$  – masa 1,3-dichloropropan-2-olu w roztworze znad krótszej warstwy sorbentu wyznaczona po przekształceniu logarytmu naturalnego tej wartości odczytanego z krzywej wzorcowej, w miligramach,
- $V$  – objętość powietrza przepuszczonego przez rurkę pochłaniającą, w litrach,
- $\bar{d}$  – średnia wartość współczynnika desorpcji 1,3-dichloropropan-2-olu oznaczona według punktu 11.

## INFORMACJE DODATKOWE

Badania wykonano, stosując chromatograf gazowy Hewlett-Packard HP 5890 seria II, wyposażony w detektor wychwytu elektronów (ECD) i kolumnę kapilarną (HP-5, 30 m × 0,53 mm) wypełnioną niepolarną fazą stacjonarną (5%-Phenyl)-methylsilicone (grubość filmu 1,8 μm).

Na podstawie przeprowadzonych badań uzyskano dla 1,3-dichloropropan-2-olu następujące dane walidacyjne:

– zakres pomiarowy	0,05 ÷ 0,5 μg/ml (0,001 ÷ 0,02 mg/m <sup>3</sup> dla próbki powietrza objętości 10 l
– granica wykrywalności, $x_{gw}$	0,0011 μg/ml
– granica oznaczania ilościowego, $x_{ozn}$	0,0015 μg/ml
– współczynnik korelacji charakteryzujący liniowość krzywej wzorcowej, uzyskany po przekształceniu regresji nieliniowej, $r$	0,9991
– całkowita precyzja badania, $V_c$	5,38%
– całkowita niepewność metody	11,16%.

---

*BARBARA ROMANOWICZ, JAN GROMIEC*

### **1,3-Dichloropropanol-2 – determination method II**

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

The method is based on the adsorption of 1,3-dichloropropanol-2 vapours on Tenax. Samples are desorbed with acetone and analyzed by gas chromatography with an electron capture detector (GC-ECD).

The determination limit of the method is 0.005 mg/m<sup>3</sup>.