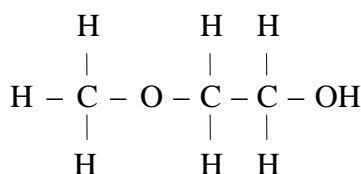


mgr BARBARA ROMANOWICZ  
dr JAN GROMIEC  
Instytut Medycyny Pracy  
im. prof. dr. med. Jerzego Nofera  
91-348 Łódź  
ul. św. Teresy od Dzieciątka Jezus 8

# 2- Metoksyetanol

## – metoda oznaczania

Numer CAS: 109-86-4



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

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

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

Metoda polega na adsorpcji par 2-metoksyetanolu na węglu aktywnym, desorpcji związku roztworem chlorku metylenu w metanolu (95/5) i analizie chromatograficznej z detekcją płomienio-jonizacyjną otrzymanego roztworu.

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

### UWAGI WSTĘPNE

2-Metoksyetanol (2-ME) jest bezbarwną cieczą o łagodnym, przyjemnym zapachu i gorzkim smaku. Miesza się z wodą w każdym stosunku, rozpuszcza się w rozpuszczalnikach organicznych (alkoholach, eterze etylowym, acetonie, ketonach, glikolach i węglowodorach). Na skalę przemysłową 2-metoksyetanol jest otrzymywany w reakcji tlenku metylenu z glikolem etylenowym. Związek powstaje również przez bezpośrednie alkilowanie tlenku etylenu związkami alkilującymi, np. siarczanem dimetylowym.

Najważniejsze właściwości fizykochemiczne 2-metoksyetanolu:

- |                         |          |
|-------------------------|----------|
| – masa cząsteczkowa     | 76,1     |
| – temperatura wrzenia   | 124 °C   |
| – temperatura topnienia | -85,1 °C |

– temperatura zapłonu	46,1 °C (metoda tygla otwartego)
	41,71 °C (metoda tygla zamkniętego)
– gęstość względna	0,96 (w temp. 20 °C, woda = 1)
– gęstość względna par	2,6 (powietrze = 1)
– temperatura zapłonu	46,1 °C (metoda tygla otwartego)
	41,7 °C (metoda tygla zamkniętego)
– temperatura samozapłonu	285 °C
– prężność par	12,93 hPa w temp. 25 °C
– próg zapachu	7,15 mg/m <sup>3</sup> (2,3 ppm)
– stężenia wybuchowe	granica dolna – 1,8% (obj.) i granica górna – około 20% (obj.).

2-Metoksyetanol jest wykorzystywany w wielu gałęziach przemysłu chemicznego, metalurgicznego, maszynowego, elektronicznego, meblowego, tekstylnego, skórzanego oraz kosmetycznego. Jest on rozpuszczalnikiem acetylocelulozy i nitrocelulozy, żywic naturalnych i syntetycznych oraz chlorokauczuku, farb, lakierów, politur i atramentów. Stosowany jest przy produkcji filmów fotograficznych oraz w procesach fotolitograficznych (np. przy wytwarzaniu półprzewodników). 2-Metoksyetanol jest stosowany także jako utrwalacz przy produkcji perfum, płynnych mydeł i innych kosmetyków, w przemyśle lotniczym związek jest wykorzystywany jako płyn przeciwołdzeniowy. W warunkach narażenia zawodowego 2-metoksyetanol wchłania się do organizmu w drogach oddechowych oraz przez skórę (w postaci par i ciekłej).

W rozporządzeniu Parlamentu Europejskiego i Rady (UE) nr 1278/2008 z dnia 16 grudnia 2008 r. w sprawie klasyfikacji, oznakowania i pakowania substancji zaklasyfikowano 2-metoksyetanol jako: R10 (substancja łatwo palna); Reprod. kat 2.; R60-61 (może upośledzać płodność; może działać szkodliwie na dziecko w łonie matki; Xn; R20/21/22 (substancja szkodliwa; działa szkodliwie przez drogi oddechowe, w kontakcie ze skórą oraz po połknięciu).

W 2008 r. Międzyresortowa Komisja ds. NDS i NDN Czynniki Szkodliwych dla Zdrowia w Środowisku Pracy zaproponowała przyjęcie stężenia 3 mg/m<sup>3</sup> 2-metoksyetanolu za wartość najwyższego dopuszczalnego stężenia (NDS) tego związku w powietrzu na stanowiskach pracy.

## PROCEDURA ANALITYCZNA

### 1. Zakres metody

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

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

### 2. Norma powołana

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 2-metoksyetanolu na węglu aktywnym, desorpcji związku roztworem chlorku metylenu w metanolu (95/5) 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. 2-Metoksyetanol $\geq 99\%$

Stosować 2-metoksyetanol według punktu 4.1.

#### 5.2. Chlorek metylenu

Stosować chlorek metylenu według punktu 4.1.

#### 5.3. Metanol

Stosować metanol według punktu 4.1.

#### 5.4. Roztwór wzorcowy podstawowy 2-metoksyetanolu

Kolbę pomiarową o pojemności 10 ml zważyć, dodać 31  $\mu\text{l}$  (około 30 mg) 2-metoksyetanolu i ponownie zważyć w celu określenia rzeczywistej ilości wzorca. Kolbę dopełnić do kreski roztworem metanolu w chlorku metylenu (5/95) i wymieszać. Obliczyć zawartość 2-metoksyetanolu w 1 ml roztworu.

Roztwór wzorcowy przygotowany według punktu 5.4. przechowywany w chłodziarce i szczelnie zamknięty zachowuje trwałość przez 14 dni.

#### 5.5. Roztwory wzorcowe robocze 2-metoksyetanolu

Do siedmiu naczynek według punktu 6.7. odmierzyć: 1; 2; 5; 8; 10; 15 i 20  $\mu\text{g}$  roztworu wzorcowego podstawowego według punktu 5.4., dopełnić roztworem metanolu w chlorku metylenu (5/95) do 1 ml i wymieszać. Zawartości 2-metoksyetanolu w 1 ml tak przygotowanych roztworów wynoszą odpowiednio: 3; 6; 15; 24; 30; 45 i 60  $\mu\text{g}$ , co odpowiada stężeniom związku w zakresie

0,3 ÷ 6 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 5.5. są nietrwałe, dlatego należy je przygotowywać w dniu wykonywania oznaczania.

## **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 2-metoksyetanolu od chlorku metylenu, metanolu oraz innych, występujących jednocześnie w badanym powietrzu substancji, np. kolumnę kapilarną wypełnioną polarną fazą stacjonarną o długości 30 m, średnicy wewnętrznej 0,53 mm i grubości filmu 1 µm.

### **6.3. Gazy sprężone do chromatografu**

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

### **6.4. Kolby**

Stosować kolby szklane o pojemności 10 ml.

### **6.5. Mikrostrzykawki**

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

### **6.6. Pompa**

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

### **6.7. Naczynka**

Stosować naczynka szklane, kapslowane lub zakręcane, z uszczelkami z gumy silikonowej pokrytej folią teflonową, umożliwiającą pobieranie zawartości mikrostrzykawką bez otwierania naczynka i mieszczące po 100 mg sorbentu według punktu 6.8. oraz 1 ml roztworu chlorku metylenu w metanolu (95/5).

### **6.8. 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 2-metoksyetanolu.

### **6.9. Łaźnia**

Stosować łaźnię ultradźwiękową.

## **7. Pobieranie próbek powietrza**

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

W miejscu pobierania próbek zdjąć kapturki z rurki pochłaniającej, umocować rurkę w pozycji pionowej i połączyć z urządzeniem zasysającym od strony krótszej warstwy sorbentu. Przez

rukę pochłaniającą według punktu 6.8. przepuścić do 10 l badanego powietrza ze stałym strumieniem objętości, nie większym niż 6 l/h.

Rurki z pobranymi próbkami zabezpieczone kapturkami i przechowywane w chłodziarce są trwałe przez 15 dni.

## 8. Warunki pracy chromatografu

Należy dobrać takie warunki pracy chromatografu, aby uzyskać rozdział 2-metoksyetanolu od chlorku metylenu, metanolu i substancji współwystępujących. W przypadku stosowania kolumny kapilarnej według punktu 6.2., oznaczanie można wykonać w następujących warunkach:

– temperatura kolumny programowana

35 °C (0,5 min) → przyrost 10 °C /min → 75 °C (0 min)

→ przyrost 40 °C /min → 140 °C (4 min)

– praca komory nastrzykowej

uaktywnienie zaworu usuwania

przy wlocie (*inlet purge valve*) przez 0,1 s

– 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 150 °C do otrzymania prawidłowej linii zerowej.

## 9. Sporządzanie krzywej wzorcowej

Do chromatografu wprowadzić za pomocą mikrostrzykawki według punktu 6.5. po 1 µl roztworów roboczych, przygotowanych według punktu 5.5. 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 2-metoksyetanolu 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. przesypać oddzielnie każdą warstwę węgla aktywnego z rurki pochłaniającej do naczynek według punktu 6.7. Dodać po 1 ml roztworu chlorku metylenu w metanolu (95/5), naczynka szczelnie zamknąć, umieścić w łaźni

ultradźwiękowej według punktu 6.9. i pozostawić na 30 min. Następnie pobrać 1 µl roztworu z nadłuższej warstwy węgla i analizować chromatograficznie w warunkach rozdziału podanych w punkcie 9. 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. Zawartość 2-metoksyetanolu w próbce odczytać z wykresu krzywej wzorcowej lub wyliczyć. W taki sam sposób analizować roztwory z nad krótszej warstwy węgla. Masa substancji oznaczona w krótszej warstwie węgla 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 6.7. przesypać dłuższą warstwę węgla aktywnego z rurek pochłaniających według punktu 6.8. i dodać mikrostrzykawką po 10 µl roztworu wzorcowego podstawowego 2-metoksyetanolu według punktu 5.4. Naczynka szczelnie zamknąć, pozostawiając je do następnego dnia. Następnie do naczynek dodać po 1 ml roztworu metanolu w chlorku metylenu (5/95) i dalej 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 5.4. do 1 ml roztworu metanolu w chlorku metylenu (5/95) oraz próbki kontrolnej zawierającej 100 mg stosowanego adsorbentu i 1 ml roztworu metanolu w chlorku metylenu (5/95).

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

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

w którym:

- $P_d$  – średnia powierzchnia pików 2-metoksyetanolu z chromatogramów roztworów po desorpcji,
- $P_o$  – średnia powierzchnia pików o czasie retencji 2-metoksyetanolu z chromatogramów roztworów kontrolnych,
- $P_p$  – średnia powierzchnia pików 2-metoksyetanolu 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 wyznaczać dla każdej nowej partii stosowanych rurek pochłaniających według punktu 6.8.

## 12. Obliczanie wyniku oznaczania

Stężenie 2-metoksyetanolu ( $X$ ) 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 2-metoksyetanolu w roztworze znad dłuższej warstwy węgla aktywnego odczytana z krzywej wzorcowej, w mikrogramach,  
 $m_2$  – masa badanego 2-metoksyetanolu w roztworze znad krótszej warstwy węgla aktywnego odczytana z krzywej wzorcowej, w mikrogramach,  
 $\underline{V}$  – objętość powietrza przepuszczonego przez rurkę pochłaniającą, w litrach,  
 $\underline{d}$  – średnia wartość współczynnika desorpcji badanego izomeru 2-metoksyetanolu wyznaczona 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 (30 m × 0,53 mm) wypełnioną polarną fazą stacjonarną FFAP (grubość filmu 1 μm).

Na podstawie wyników przeprowadzonych badań uzyskano następujące dane walidacyjne:

– zakres pomiarowy	3 ÷ 60 μg/ml
	0,3 ÷ 6 mg/m <sup>3</sup> dla próbki powietrza objętości 10 l
– granica wykrywalności, $X_{gw}$	0,041 μg/ml
– granica oznaczania ilościowego, $X_{gozn}$	0,138 μg/ml
– współczynnik korelacji charakteryzujący liniowość krzywej wzorcowej, $r$	0,99984
– całkowita precyzja badania, $V_c$	5,18%
– całkowita niepewność metody	14,66%.

---

BARBARA ROMANOWICZ, JAN GROMIEC

### 2-Methoxyethanole – determination method

#### Abstract

This method is based on the adsorption of 2-methoxyethanole vapours on activated charcoal. Samples are desorbed with 5/95 (v/v) methanol/methylene chloride and analysed with gas chromatography using flame ionization detection (GC-FID).

The determination limit of this method is 0.3 mg/m<sup>3</sup>.