

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

Uwodornione terfenyle

– metoda oznaczania

Numer CAS: 110-80-5



Słowa kluczowe: uwodornione terfenyle, analiza powietrza, stanowisko pracy, chromatografia gazowa.

Keywords: hydrogenated terphenyls, air analysis, workplace, gas chromatography.

Metodę stosuje się do oznaczania stężeń aerozolu uwodornionych terfenyli oraz izomerów terfenylu w powietrzu na stanowiskach pracy podczas przeprowadzania kontroli warunków sanitarnohigienicznych.

Metoda polega na zatrzymaniu aerozolu uwodornionych terfenyli oraz izomerów terfenylu na filtrze z włókna szklanego oraz żywicy XAD-2, ekstrakcji dichlorometanem i analizie chromatograficznej otrzymanego roztworu.

Oznaczalność metody wynosi 1 mg/m³ powietrza, zaś najmniejsze stężenia izomerów terfenylu, jakie można oznaczyć w tych samych warunkach, wynoszą odpowiednio: 0,0001 mg/m³ izomeru *orto*-, 0,0005 mg/m³ izomeru *meta*- i 0,0004 mg/m³ izomeru *para*-terfenylu.

UWAGI WSTĘPNE

Uwodornione terfenyle są mieszaniną izomerów *orto*-, *meta*- i *para*-terfenyli w różnym stopniu uwodornionych. Uwodornione terfenyle są używane jako smary, hydrauliczne płyny chłodzące, chłodziwo w reaktorach atomowych, rozpuszczalniki barwników stosowanych do otrzymywania bezwęglowego papieru kopiującego oraz do produkcji takich tworzyw sztucznych jak poli(chlorek winylu).

Najważniejsze właściwości fizykochemiczne uwodornionych terfenyli:

– masa cząsteczkowa 241 (średnio)

– temperatura wrzenia	340 °C
– temperatura zapłonu	157 °C (metoda tygla zamkniętego) 174 °C (metoda tygla otwartego)
– temperatura samozapłonu	374 °C
– względna gęstość właściwa	1,003 ÷ 1,009 (woda = 1)
– prężność par	13 Pa (w temp. 25 °C)
– rozpuszczalność	mieszanina praktycznie nierozpuszczalna w wodzie w temp. 25 °C, miesza się w temperaturze pokojowej z wieloma węglowodorami i chlorowanymi węglowodorami oraz estrami.

Uwodornione terfenyle nie zostały zaklasyfikowane jako substancje niebezpieczne w rozporządzeniu 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.

Proponowana w Polsce wartość najwyższego dopuszczalnego stężenia (NDS) uwodornionych terfenyli w powietrzu środowiska pracy wynosi 12,5 mg/m³, natomiast wartości najwyższego dopuszczalnego stężenia chwilowego (NDSCh) uwodornionych terfenyli nie ustalono.

W handlu są dostępne mieszaniny uwodornionych terfenyli i terfenyli o różnych udziałach procentowych. W powietrzu można się spodziewać obecności węglowodorów – składników tych mieszanin o trudnych do sprecyzowania udziałach procentowych, dlatego proponuje się w ocenie narażenia zawodowego wzorcowanie metody oznaczania na podstawie stosowanej w danym zakładzie pracy mieszaniny. Podstawą oznaczenia będzie stężenie całej frakcji z jednoczesnym oznaczeniem zawartości poszczególnych terfenyli. Oznaczanie poszczególnych izomerów form uwodornionych jest w praktyce trudne do wykonania ze względu na brak substancji wzorcowych, a synteza w laboratorium prowadzi zawsze do powstania mieszanin trudnych do rozdzielenia. Oznaczanie również terfenyli (nieuwodornionych) w całej frakcji pochodnych uwodornionych wydaje się celowe, ze względu na ich silną toksyczność (porównywalną z toksycznością bifenyli). Takie założenie przyjęto przy opracowaniu metody oznaczania uwodornionych terfenyli z jednoczesnym oznaczaniem terfenyli, tym bardziej że terfenyle (około 11%) występują w produktach pirolizy materiału organicznego i mogą stanowić poważne zagrożenie dla zdrowia pracowników, np. w spalarni odpadów komunalnych

PROCEDURA ANALITYCZNA

1. Zakres metody

W niniejszej procedurze podano metodę oznaczania stężenia uwodornionych terfenyli oraz izomerów terfenylu w powietrzu na stanowiskach pracy z zastosowaniem chromatografii gazowej z detekcją mas. Metodę stosuje się podczas badania warunków sanitarnohigienicznych.

Najmniejsze stężenie uwodornionych terfenyli, jakie można oznaczyć w warunkach pobierania próbek powietrza i wykonania oznaczania opisanych w procedurze, wynosi 1 mg/m³, zaś najmniejsze stężenia izomerów terfenylu, jakie można oznaczyć w tych samych warunkach wynoszą,

odpowiednio: 0,0001 mg/m³ izomeru *orto*-, 0,0005 mg/m³ izomeru *meta*- i 0,0004 mg/m³ izomeru *para*-terfenylu.

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 zatrzymaniu aerozolu uwodornionych terfenyli oraz izomerów terfenylu na filtrze z włókna szklanego oraz żywicy XAD-2, ekstrakcji 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, a także mieszaninę uwodornionych terfenyli używaną na danym stanowisku pracy.

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 oraz 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. Uwodornione terfenyle

Stosować mieszaninę uwodornionych terfenyli używaną w danym zakładzie pracy.

5.2. Izomery *orto*-, *meta*- i *para*- terfenylu

Stosować izomery *orto*-, *meta*- i *para*- terfenylu według punktu 4.1.

5.3. Dichlorometan

Stosować dichlorometan według punktu 4.1.

5.4. Gazy sprężone do chromatografu

Stosować hel jako gaz nośny.

5.5. Roztwór wzorcowy bazowy uwodornionych terfenyli (RBW)

Kolbę pomiarową o pojemności 10 ml zważyć, następnie dodać około 100 mg wzorcowej mieszaniny uwodornionych terfenyli według punktu 5.1., kolbę ponownie zważyć w celu określenia rzeczywistej ilości wzorca, a następnie uzupełnić dichlorometanem według punktu 5.3. zawartość kolby do kreski. Obliczyć stężenia uwodornionych terfenyli w roztworze (RWB).

Roztwór wzorcowy bazowy (RWB) przygotowany według punktu 5.5. przechowywany w szczelnie zamkniętej kolbie w chłodziarce zachowuje trwałość przez 30 dni.

5.6. Roztwory wzorcowe robocze uwodornionych terfenyli

W celu przygotowania roztworów wzorcowych roboczych do siedmiu naczynek według punktu 6.5. odmierzyć w mikrolitrach kolejno następujące objętości roztworu wzorcowego bazowego (RWB) według punktu 5.5.: 10; 20; 50; 100; 200; 500 i 1000 μl , następnie uzupełnić dichlorometanem według punktu 5.3. do 1 ml, zakapslować lub zakręcić i wymieszać. Zawartości uwodornionych terfenyli w miligramach w 1 ml tak przygotowanych roztworów wynoszą odpowiednio: 0,1; 0,2; 0,5; 1; 2; 5 i 10 mg, co po pobraniu próbki powietrza o objętości 100 l daje zakres oznaczania ilościowego od 1 do 100 mg/m^3 .

Roztwory przygotowane według punktu 5.6. są nietrwałe i należy je przygotowywać przed wykonaniem analizy.

5.7. Roztwór wzorcowy bazowy izomerów terfenylu (RWBT)

Kolbę pomiarową o pojemności 10 ml zważyć, następnie dodać około 1 mg *o*-terfenylu, 5 mg *m*-terfenylu, 4 mg *p*-terfenylu – w sumie około 10 mg izomerów terfenylu według punktu 5.2. Kolbę należy każdorazowo ważyć w celu określenia rzeczywistej ilości wzorca, a następnie uzupełnić dichlorometanem według punktu 5.3. jej zawartość do kreski. Obliczyć stężenia poszczególnych izomerów terfenyli w roztworze (RWBT).

Roztwór wzorcowy bazowy terfenyli (RWBT) przechowywany w szczelnie zamkniętej kolbie w chłodziarce zachowuje trwałość przez 30 dni.

5.8. Roztwory wzorcowe (pośredni i robocze) izomerów terfenylu

Do kolby pomiarowej o pojemności 10 ml odmierzyć 100 μl roztworu wzorcowego (RWBT), a następnie uzupełnić dichlorometanem według punktu 5.3. zawartość kolby do kreski. W ten sposób uzyskuje się roztwór wzorcowy pośredni (RWPT) o stężeniu około 10 $\mu\text{g}/\text{ml}$.

W celu przygotowania roztworów wzorcowych roboczych do czterech naczynek według punktu 6.5. odmierzyć kolejno następujące objętości roztworu wzorcowego bazowego (RWBT) według punktu 5.7.: 10; 20; 50 i 100 μl , następnie uzupełnić dichlorometanem według punktu 5.3. do 1 ml, zakapslować lub zakręcić i wymieszać. Do kolejnych sześciu naczynek według punktu 6.5. odmierzyć w mikrolitrach następujące objętości roztworu wzorcowego pośredniego (RWPT) według punktu 5.8.: 10; 20; 50; 100; 200 i 500 μl , następnie uzupełnić dichlorometanem według punktu 5.3. do 1 ml, zakapslować lub zakręcić i wymieszać. Zawartości sumy izomerów terfenyli w mikrogramach w 1 ml tych roztworów wynoszą odpowiednio: 0,1; 0,2; 0,5; 1; 2; 5; 10; 20; 50 i 100 μg , co po pobraniu próbki powietrza o objętości 100 l daje zakres oznaczania ilościowego od 0,001 do 1 mg/m^3 .

Roztwory przygotowane według punktu 5.8. są nietrwałe i należy je przygotowywać przed wykonaniem analizy.

5.9. Filtry z włókna szklanego

Stosować filtry z włókna szklanego o grubości 0,26 mm i średnicy 37 mm z oprawkami (np. Whatman GF/A).

5.10. Żywica XAD-2

Stosować żywicę XAD-2 o uziarnieniu 20/60 MESH, ponieważ proponowany sorbent nie wymaga dodatkowego oczyszczania przed użyciem. 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. Kolumna chromatograficzna

Stosować kolumnę chromatograficzną zapewniającą rozdział terfenyli oraz ich uwodornionych pochodnych od dichlorometanu oraz innych wielopierścieniowych związków aromatycznych występujących jednocześnie w powietrzu, np. niepolarną kolumnę o długości 50 m, średnicy wewnętrznej 0,2 mm i grubości filmu 0,5 μm .

6.3. Kolby

Stosować kolby pomiarowe o pojemności 10 ml.

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 1 ml roztworu w dichlorometanie.

6.6. Wialki do desorpcji

Stosować wialki zakręcane o pojemności około 4 ml z uszczelkami z gumy silikonowej pokrytej folią teflonową, mieszczące filtr z włókna szklanego, 200 mg żywicy XAD-2 oraz 2 ml dichlorometanu, umożliwiające pobieranie zawartości mikrostrzykawką bez otwierania naczynka.

6.7. Pompa

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

6.8. Łaźnia ultradźwiękowa

Stosować łaźnię ultradźwiękową.

6.9. Rurki pochłaniające

Stosować rurki pochłaniające szklane o długości około 60 mm i średnicy wewnętrznej 10 mm, z przewężeniem na jednym końcu, zamykane kapturkami z tworzywa sztucznego, np. polietylenu, poli(chloroku winylu) lub dostępne w handlu rurki równoważne.

7. Przygotowanie rurek pochłaniających

W rurce pochłaniającej według punktu 6.9. umieścić na przewężeniu, w dłuższej części rurki, przegródkę z pianki poliuretanowej lub włókna szklanego o grubości około 5 mm. Wsypać 200 mg sorbentu według punktu 5.10. i ponownie umieścić przegródkę. Natychmiast po napełnieniu rurkę zamknąć zatyczkami. Dopuszcza się stosowanie dostępnych w handlu gotowych rurek pochłaniających.

8. Pobieranie próbek powietrza

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

W miejscu pobierania próbki umieścić filtr z włókna szklanego w oprawce według punktu 5.9., następnie połączyć z rurką z żywicą XAD-2 według punktu 7., zdejmując z niej wcześniej zatyczki. Zestaw umocować w pozycji pionowej i połączyć z urządzeniem zasysającym od strony rurki pochłaniającej. Następnie przepuścić do 100 l badanego powietrza ze strumieniem objętości do 100 l/h, po czym rurkę szczelnie zamknąć zatyczkami, a filtr umieścić w szczelnym pojemniku. Pobrane próbki przechowywane w chłodziarce zachowują trwałość przez co najmniej 30 dni. Zaleca się stosowanie pomp do dozymetrii indywidualnej.

9. Warunki pracy chromatografu

Należy dobrać takie warunki pracy chromatografu, aby uzyskać rozdział uwodornionych terfenyli od izomerów terfenylu oraz innych związków organicznych współwystępujących w badanym powietrzu.

Optymalne warunki analizy uzyskuje się przy następujących parametrach pracy chromatografu:

- a) parametry pracy kolumny HP-PONA:
- temperatura programowana:
 - czas izotermy początkowej 2 min
 - temperatura izotermy początkowej 60 °C
 - szybkość przyrostu temperatury 20 °C/min
 - izoterma końcowa 270 °C
 - czas izotermy końcowej 28 min
 - ciśnienie
 - regulowane automatycznie w trybie stałego przepływu 30 cm/s,
- b) parametry dozownika typu *split/splitless*:
- objętość dozowanej próby 1 µl
 - temperatura 280 °C
 - podział próbki (*split*) 20: 1
 - pojemność dozownika 900 µl,
- c) parametry detektora MSD:
- temperatura linii transferowej 280 °C
 - temperatura źródła jonów 230 °C
 - temperatura filtra kwadrupolowego 150 °C
 - rodzaj jonizacji EI
 - rejestrowane jony dodatnie
 - tryb pracy SCAN oraz SIM
 - zakres rejestrowanych mas w trybie SCAN 20 ÷ 300 Da
 - rejestrowane masy w trybie SIM: 113; 114; 202; 215; 229; 230 i 231 Da
 - napięcie powielacza jonów w trybie SCAN 1200 V
 - napięcie powielacza jonów w trybie SIM 1500 V.

10. Sporządzanie krzywej wzorcowej

Za pomocą mikrostrzykawki o pojemności 10 µl lub automatycznego dozownika wprowadzić do chromatografu po 1 µl roztworów wzorcowych roboczych uwodornionych terfenyli według punktu 5.6. 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 uwodornionych terfenyli wyrażone w miligramach w 1 ml roztworu wzorcowego, 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.

Analogicznie należy postąpić w celu sporządzenia krzywej wzorcowej dla izomerów terfenylu (roztwory wzorcowe robocze izomerów terfenylu według punktu 5.8.).

11. Wykonanie oznaczenia

Po pobraniu próbki powietrza według punktu 8., przenieść filtr i sorbent z rurki do wialki według punktu 6.6., następnie dodać do wialki 2 ml dichlorometanu według punktu 5.3. Wialki zakręcić i umieścić w łaźni ultradźwiękowej na 30 min. Po tym czasie z każdej wialki pobrać po 1 ml eluatu i przenieść do naczynek według punktu 6.5 Następnie pobrać mikrostrzykawką przez uszczelkę naczynka 1 µl roztworu i wstrzyknąć do chromatografu w takich samych warunkach jak przy sporządzaniu krzywych wzorcowych według punktu 10. Pomiar wykonać co najmniej dwukrotnie. Odczytać powierzchnię pików według wskazań integratora dla frakcji uwodornionych terfenyli oraz dla izomerów terfenylu i dla każdego obliczyć średnią arytmetyczną. Różnica między wynikami pomiarów a wartością średnią nie powinna być większa niż 5% tej wartości. Zawartość uwodornionych terfenyli oraz izomerów terfenylu w próbce odczytać z odpowiednich wykresów krzywych wzorcowych lub wyliczyć.

12. Wyznaczanie współczynnika desorpcji

W pięciu wialkach według punktu 6.6. umieścić filtr z włókna szklanego według punktu 5.9. oraz 200 mg żywicy XAD-2 według punktu 5.10. i następnie dodać mikrostrzykawką po 200 µl roztworu wzorcowego bazowego (RWB) według punktu 5.5. Zawarta w tej objętości ilość uwodornionych terfenyli odpowiada ich ilości w próbce powietrza o objętości 100 l o stężeniu zbliżonym do wartości NDS.

Analogicznie należy postąpić w celu określenia współczynnika desorpcji izomerów terfenylu i do kolejnych pięciu wialek z sorbentami dodać 20 µl roztworu wzorcowego bazowego terfenyli (RWBT) według punktu 5.7.

Wialki szczelnie zamknąć i pozostawić do następnego dnia. Po tym czasie wprowadzić do naczynek po 2 ml dichlorometanu według punktu 5.3. i postępować jak z próbkami badanymi według punktu 11., czyli umieścić w łaźni ultradźwiękowej na 30 min. Po tym czasie z każdej

wialki pobrać po 1 ml eluatu i przenieść do naczynek według punktu 6.5. Przygotować także próbkę kontrolną zawierającą filtr i 200 mg sorbentu oraz 2 ml dichlorometanu według punktu 5.3., którą również należy umieścić na 30 min w łaźni ultradźwiękowej, a następnie 1 ml eluatu przenieść do naczynka według punktu 6.5.

Jednocześnie wykonać oznaczenie, co najmniej trzech roztworów porównawczych uwodornionych terfenyli przygotowanych przez wprowadzenie 100 µl roztworu wzorcowego bazowego (RWB) według punktu 5.5. do naczynek zawierających po 1 ml dichlorometanu według punktu 5.3. oraz co najmniej trzech roztworów porównawczych izomerów terfenylu przygotowanych przez wprowadzenie 10 µl roztworu wzorcowego bazowego terfenyli (RWBT) według punktu 5.7. do naczynek zawierających po 1 ml dichlorometanu według punktu 5.3.

Współczynnik desorpcji uwodornionych terfenyli (d_{UT}) obliczyć na podstawie wzoru:

$$d_{UT} = \frac{P_a - P_o}{P_p},$$

w którym:

P_a – średnia powierzchnia pików frakcji uwodornionych terfenyli z chromatogramów roztworu po desorpcji, według wskazań integratora,

P_o – średnia powierzchnia pików w czasie retencji frakcji uwodornionych terfenyli z chromatogramów roztworu kontrolnego, według wskazań integratora,

P_p – średnia powierzchnia pików frakcji uwodornionych terfenyli z chromatogramów roztworów porównawczych, według wskazań integratora.

Następnie obliczyć średnią wartość współczynnika desorpcji uwodornionych terfenyli (\bar{d}_{UT}) jako średnią arytmetyczną otrzymanych wartości.

Współczynnik desorpcji izomerów terfenylu (d_T) obliczyć na podstawie wzoru:

$$d_T = \frac{P_{aT} - P_{oT}}{P_{pT}},$$

w którym:

P_{aT} – średnia powierzchnia pików poszczególnych izomerów terfenylu z chromatogramów roztworu po desorpcji, według wskazań integratora,

P_{oT} – średnia powierzchnia pików w czasie retencji poszczególnych izomerów terfenylu z chromatogramów roztworu kontrolnego, według wskazań integratora,

P_{pT} – średnia powierzchnia pików poszczególnych izomerów terfenylu z chromatogramów roztworów porównawczych, według wskazań integratora.

Następnie obliczyć średnią wartość współczynnika desorpcji izomerów terfenylu (\bar{d}_T) jako średnią arytmetyczną otrzymanych wartości.

Różnice między wynikami a wartością średnią nie powinny być większe niż $\pm 5\%$ tej wartości. Współczynniki desorpcji należy zawsze wyznaczać dla nowej partii sorbentu.

13. Obliczanie wyniku oznaczenia

Stężenie uwodornionych terfenyli (X_{UT}) w badanym powietrzu obliczyć w miligramach na metr sześcienny na podstawie wzoru:

$$X_{UT} = \frac{2 \cdot m_{UT}}{V \cdot \bar{d}_{UT}},$$

w którym:

- m_{UT} – masa uwodornionych terfenyli w badanym roztworze odczytana z krzywej wzorcowej, w miligramach,
- V – objętość powietrza przepuszczonego przez rurkę pochłaniającą, w metrach sześciennych,
- \bar{d}_{UT} – średnia wartość współczynnika desorpcji wyznaczona według punktu 12.

Stężenie izomerów terfenylu (X_T) w badanym powietrzu obliczyć w miligramach na metr sześcienny na podstawie wzoru:

$$X_T = \frac{2 \cdot m_T}{V \cdot \bar{d}_T},$$

w którym:

- m_T – masa izomerów terfenylu w badanym roztworze odczytana z krzywej wzorcowej, w miligramach,
- V – objętość powietrza przepuszczonego przez rurkę pochłaniającą, w metrach sześciennych,
- \bar{d}_T – średnia wartość współczynnika desorpcji wyznaczona 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 μm .

Na podstawie wyników przeprowadzonych badań otrzymano następujące dane walidacyjne (tab. 1.).

Tabela 1.

Wyniki badań uwodornionych terfenyli, *o*-terfenylu, *m*-terfenylu i *p*-terfenylu

Wyznaczane dane walidacyjne	Uwodornione terfenyle	<i>o</i> -Terfenyl	<i>m</i> -Terfenyl	<i>p</i> -Terfenyl
Granica oznaczania ilościowego, X_{ozn}	0,0383 mg/ml	0,0055 $\mu\text{g/ml}$	0,0223 $\mu\text{g/ml}$	0,0147 $\mu\text{g/ml}$
Granica wykrywalność, X_{gw}	0,0115 mg/ml	0,0016 $\mu\text{g/ml}$	0,0067 $\mu\text{g/ml}$	0,0044 $\mu\text{g/ml}$

cd. tab. 1.

Wyznaczane dane walidacyjne	Uwodornione terfenyle	<i>o</i> -Terfenyl	<i>m</i> -Terfenyl	<i>p</i> -Terfenyl
Współczynnik korelacji charakteryzujący liniowość krzywej wzorcowej	0,999	0,999	0,999	0,999
Całkowita precyzja badania, V_c	5,07%	5,05%	5,05%	5,04%
Niepewność całkowita metody	10,13%	10,10%	10,11%	10,09%

WIKTOR WESOŁOWSKI, MAŁGORZATA KUCHARSKA, JAN GROMIEC

Hydrogenated terphenyls - determination method

Abstract

Air samples are collected by drawing a known volume of air through glass fibre filters in series with XAD-2 tubes. Samples are extracted in an ultrasonic bath with 2 ml dichloromethane. The obtained extracts are analyzed with gas chromatography using a mass detector (GC-MSD).

The determination limit of this method is 1 mg/m³ for hydrogenated terphenyls and 0.0001 mg/m³ for *o*-terphenyl, 0.0005 mg/m³ for *m*-terphenyl, 0.0004 mg/m³ for *p*-terphenyl.