

mgr inż. ANNA JEŻEWSKA  
Centralny Instytut Ochrony Pracy –  
Państwowy Instytut Badawczy  
00-701 Warszawa  
ul. Czerniakowska 16

## 2-Metylnaftalen – metoda oznaczania

Numer CAS: 91-57-6



**Słowa kluczowe:** 2-metylnaftalen, metoda analityczna, metoda chromatografii gazowej, powietrze na stanowiskach pracy.

**Key words:** 2-methylnaphthalene, determination method, workplace air, gas chromatographic analysis.

Metoda polega na adsorpcji par 2-metylnaftalenu na żywicy XAD-2, desorpcji disiarczkiem węgla i analizie chromatograficznej (GC-FID) otrzymanego roztworu.

Oznaczalność metody wynosi 2,5 mg/m<sup>3</sup>.

### UWAGI WSTĘPNE

2-Metylnaftalen jest stosowany w mieszaninie z 1-metylnaftalenem jako rozpuszczalnik pestycydów, fungicydów, lakierów, pokostów oraz jako nośnik zaprawy wapiennej. Jest również składnikiem wieloskładnikowych rozpuszczalników (Solvesso 200), paliw płynnych oraz mieszaniny wielopierścieniowych węglowodorów aromatycznych powstających na skutek niecałkowitego spalania związków organicznych, których występowanie stwierdza się w spalinach silników, dymie papierosowym i smole. 2-Metylnaftalen jest również stosowany do syntezy witaminy K.

Na 2-metylnaftalen są narażone osoby zatrudnione przy jego produkcji, garbowaniu skór, impregnacji drewna, przy produkcji barwników, witaminy K oraz rafinacji ropy naftowej. Ze względu na powszechne zastosowanie 2-metylnaftalenu ocenia się, że liczba osób narażonych w Polsce na jego działanie może wynosić kilka tysięcy.

Głównymi drogami narażenia na 2-metylnaftalen w warunkach pracy zawodowej są układ oddechowy i skóra. Pary 2-metylnaftalenu działają drażniąco na: oczy, drogi oddechowe i skórę. Objawami szkodliwego działania 2-metylnaftalenu są: łzawienie, bóle głowy, nudności i wymioty.

Wartości najwyższych dopuszczalnych stężeń dla 2-metylnaftalenu nie zostały w Polsce dotychczas ustalone. Zespół Ekspertów ds. Czynników Chemicznych Międzyresortowej Komisji ds. NDS i NDN zatwierdził dla 2-metylnaftalenu wartość NDS wynoszącą 25 mg/m<sup>3</sup> i wartość NDSCh wynoszącą 50 mg/m<sup>3</sup>. Wartości najwyższych dopuszczalnych stężeń zostały przyjęte przez Międzyresortową Komisję i przekazane do Ministerstwa Gospodarki i Pracy celem zatwierdzenia wartości prawnie obowiązujących.

## **PROCEDURA ANALITYCZNA**

### **1. Zakres stosowania metody**

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

Najmniejsze stężenie 2-metylnaftalenu, jakie można oznaczyć w warunkach pobierania próbek powietrza i wykonywania oznaczania opisanych w niniejszej procedurze, wynosi 2,5 mg/m<sup>3</sup>.

### **2. Norma powołana**

PN-Z-04008-7:2002/Az1:2004 Ochrona czystości powietrza – Pobieranie próbek – Zasady pobierania próbek powietrza w środowisku pracy i interpretacji wyników.

### **3. Zasada metody**

Metoda polega na adsorpcji par 2-metylnaftalenu na żywicy XAD-2, desorpcji disiarczkiem węgla i analizie chromatograficznej otrzymanego roztworu.

### **4. Wytyczne ogólne**

#### **4.1. Czystość odczynników**

Do analizy należy stosować odczynniki o stopniu czystości co najmniej cz.d.a., jeśli 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**

Czynności związane z rozpuszczalnikami organicznymi należy wykonywać pod sprawnie działającym wyciągiem laboratoryjnym.

Zużyte roztwory i odczynniki należy gromadzić w przeznaczonych do tego celu pojemnikach i przekazywać do zakładów zajmujących się utylizacją.

### **5. Odczynniki, roztwory i materiały**

#### **5.1. 2-Metylnaftalen**

Stosować 2-metylnaftalen wg punktu 4.1.

#### **5.2. Disiarczek węgla**

Stosować disiarczek węgla wg punktu 4.1.

### 5.3. Roztwór wzorcowy podstawowy 2-metylnaftalenu

Do zważonej kolby pomiarowej o pojemności 10 ml dodać 15 mg 2-metylnaftalenu wg punktu 5.1., kolbę zważyć, uzupełnić do kreski disiarczkiem węgla wg punktu 5.2. i dokładnie wymieszać. Stężenie 2-metylnaftalenu w tak przygotowanym roztworze wynosi 1,5 mg/ml.

### 5.4. Roztwory wzorcowe robocze 2-metylnaftalenu

Do sześciu kolb pomiarowych o pojemności 10 ml odmierzyć kolejno: 0,2; 0,25; 0,5; 1; 2 i 5 ml roztworu wzorcowego podstawowego wg punktu 5.3., uzupełnić do kreski disiarczkiem węgla wg punktu 5.2. i wymieszać. Zawartości 2-metylnaftalenu w 1 ml tak przygotowanych roztworów wynoszą odpowiednio: 0,03; 0,0375; 0,075; 0,15; 0,3 i 0,75 mg.

### 5.5. Roztwór do wyznaczania współczynnika desorpcji

Do zważonej kolby pomiarowej o pojemności 10 ml dodać 600 mg 2-metylnaftalenu wg punktu 5.1., następnie kolbę zważyć, uzupełnić do kreski disiarczkiem węgla wg punktu 5.2. i dokładnie wymieszać. Stężenie związku w tak przygotowanym roztworze wynosi 60 mg/ml.

Roztwory przygotowane wg punktów: 5.3., 5.4. i 5.5. przechowywane w chłodziarce są trwale przez co najmniej 12 dni.

### 5.6. Gazy sprężone do chromatografu

Stosować hel jako gaz nośny, wodór i powietrze do detektora o czystości wg instrukcji do chromatografu.

## 6. Przyrządy pomiarowe i sprzęt pomocniczy

### 6.1. Chromatograf gazowy

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

### 6.2. Kolumna chromatograficzna

Stosować kolumnę chromatograficzną umożliwiającą rozdział 2-metylnaftalenu od disiarczku węgla i innych substancji występujących jednocześnie w badanym powietrzu, np.: kolumnę kapilarną z usieciowanym poli(5% difenyl-95% dimetylosiloksanem), o długości 60 m, średnicy wewnętrznej 0,32 mm i grubości filmu 0,25  $\mu$ m.

### 6.3. Mikrostrzykawkki do cieczy

Stosować mikrostrzykawkki do cieczy o pojemności 10 ÷ 1000  $\mu$ l.

### 6.4. Pipety szklane

Stosować pipety do cieczy o pojemności 2 ÷ 5 ml.

### 6.5. Naczynka do desorpcji

Stosować naczynka szklane do desorpcji o pojemności około 2 ml z nakrętkami i uszczelkami silikonowymi, wyposażone w zawory umożliwiające pobieranie roztworu bez otwierania naczynek.

### 6.6. Pompa ssąca

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

### 6.7. Rurki pochłaniające

Stosować dostępne w handlu rurki szklane wypełnione dwiema warstwami żywicy XAD-2 (100 i 50 mg; rozdzielone i ograniczone od strony krótszej warstwy pianką z poliuretanu, a od dłuższej warstwy – włóknem szklanym). Każdą używaną partię rurek zawierających żywicę XAD-2 należy zbadać zgodnie z rozdziałem 11., ustalając współczynnik desorpcji dla 2-metylnaftalenu.

## 7. Pobieranie próbek powietrza

Próbki powietrza należy pobierać zgodnie z zasadami podanymi w normie PN-Z-04008-7:2002/Az1:2004. W miejscu pobierania próbek przez rurkę pochłaniającą przepuścić 12 l badanego powietrza ze stałym strumieniem objętości nie większym niż 6 l/h. Pobrane próbki przechowywane w chłodziarce zachowują trwałość przez 10 dni.

## 8. Warunki pracy chromatografu

Warunki pracy chromatografu należy tak dobrać, aby uzyskać rozdział 2-metylnaftalenu od disiarczku węgla, 1-metylnaftalenu oraz innych substancji występujących w badanym powietrzu.

W razie stosowania kolumny chromatograficznej o parametrach podanych w punkcie 6.2., optymalne warunki wykonania oznaczania są następujące:

– temperatura kolumny	130 °C
– temperatura dozownika	250 °C
– temperatura detektora	280 °C
– strumień objętości helu przez kolumnę	1,5 ml/min
– strumień objętości wodoru	40 ml/min
– strumień objętości powietrza	400 ml/min
– dzielnik próbki	20 :1.

## 9. Sporządzanie krzywej wzorcowej

Do chromatografu wstrzyknąć mikrostrzykawką o pojemności 10 µl wg punktu 6.3., po 1 µl roztworów wzorcowych roboczych wg punktu 5.3. Przed pobraniem próbki do wstrzyknięcia mikrostrzykawkę należy wielokrotnie przepłukać odmierzanym roztworem.

Wykonać dwukrotny pomiar z każdego roztworu wzorcowego. Odczytać powierzchnię pików według wskazań integratora i obliczyć średnią arytmetyczną. Różnica między wynikami oznaczeń a wartością średnią nie powinna być większa niż 5% wartości średniej. Następnie wykreślić krzywą wzorcową, odkładając na osi odciętych zawartość 2-metylnaftalenu w 1 ml roztworów wzorcowych 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 włókno szklane umieścić w naczynku wg punktu 6.5. i przesy-pać do niego dłuższą warstwę żywicy XAD-2 z rurki pochłaniającej. Krótszą warstwę sorben-tu przesy-pać do drugiego naczynka wg punktu 6.5. i dodać za pomocą mikrostrzykawki wg punktu 6.3. po 1 ml disiarczku węgla wg punktu 5.2., naczynka szczelnie zamknąć i pozostawić na 30 min, wstrząsając co pewien czas ich zawartość. Następnie pobrać po 1 µl roztworu z nad dłuższej warstwy żywicy XAD-2 i badać chromatograficznie w warunkach określonych w rozdziale 8. Z każdego roztworu należy wykonać dwukrotny pomiar. Z uzyskanych chromatogramów odczytać powierzchnie pików 2-metylnaftalenu według wskazań integratora i obliczyć średnią arytmetyczną. Różnica między wynikami oznaczeń a wartością średnią nie powinna być większa niż 5%. Z krzywej wzorcowej odczytać zawartość 2-metylnaftalenu w

roztworze, w miligramach. W taki sam sposób wykonać oznaczanie 2-me- tylo-naftalenu w roz-  
tworze znad krótszej warstwy żywicy XAD-2.

Zawartość 2-metylo-naftalenu w krótszej warstwie żywicy XAD-2 nie powinna prze-  
kraczać 10% zawartości oznaczonej w dłuższej warstwie. W przeciwnym razie wynik należy  
traktować jako orientacyjny.

## 11. Wyznaczanie współczynnika desorpcji

Do pięciu naczynek wg punktu 6.5. włożyć włókno szklane oraz wsypać żywicę XAD-2 wg  
punktu 6.7. w ilości odpowiadającej dłuższej warstwie w rurce pochłaniającej, tj. po 100 mg.  
Następnie dodać po 5 µl roztworu do desorpcji wg punktu 5.5. W szóstym naczynku przygo-  
tować próbkę kontrolną zawierającą tylko włókno szklane i żywicę XAD-2. Naczynka  
szczelnie zamknąć i pozostawić do następnego dnia. Następnie dodać mikrostrzykawką wg  
punktu 6.3. po 1 ml disiarczku węgla wg punktu 5.2. Naczynka ponownie zamknąć i prze-  
prowadzić desorpcję w ciągu 30 min, wstrząsając ich zawartość co pewien czas. Jednocześnie  
wykonać oznaczanie badanej substancji w co najmniej trzech roztworach porównawczych,  
przygotowanych przez dodanie do 1 ml disiarczku węgla wg punktu 5.2. po 5 µl roztworu do  
desorpcji wg punktu 5.5. Oznaczanie badanej substancji wykonać według rozdziału 10.

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

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

w którym:

–  $P_d$  – średnia powierzchnia pików 2-metylo-naftalenu na chromatogramach roztworów  
po desorpcji

–  $P_o$  – średnia powierzchnia pików o czasie retencji 2-metylo-naftalenu na chromato-  
gramach roztworu kontrolnego

–  $P_p$  – średnia powierzchnia pików 2-metylo-naftalenu na chromatogramach roztworów  
porównawczych.

Następnie należy obliczyć średnią wartość współczynników desorpcji dla 2-metylo-naftalenu  
( $\bar{d}$ ) jako średnią arytmetyczną otrzymanych wartości ( $d$ ).

Współczynnik desorpcji należy zawsze oznaczać dla każdej nowej partii żywicy  
XAD-2.

## 12. Obliczanie wyniku oznaczania

Stężenie 2-metylo-naftalenu ( $X$ ) w badanym powietrzu obliczyć w miligramach na metr sze-  
ścienny, na podstawie wzoru:

$$X = \frac{(m_1 + m_2)}{V \cdot \bar{d}} \cdot 1000,$$

w którym:

–  $m_1$  – masa 2-metylo-naftalenu w roztworze znad dłuższej warstwy żywicy XAD-2  
odczytana z krzywej wzorcowej, w miligramach

- $m_2$  – masa 2-metylnaftalenu w roztworze znad krótszej warstwy żywicy XAD-2 odczytana z krzywej wzorcowej, w miligramach
- $V$  – objętość przepuszczonego powietrza przez rurkę pochłaniającą, w litrach
- $\bar{d}$  – średnia wartość współczynnika desorpcji wyznaczonego zgodnie z rozdziałem 11.

## INFORMACJE DODATKOWE

Badania wykonano, stosując chromatograf gazowy Hewlett-Packard model HP 6890 z systemem komputerowym Hewlett-Packard i programem ChemiStation, detektorem płomieniowo-jonizacyjnym oraz kolumną kapilarną Rtx-5MS o długości 60 m i średnicy wewnętrznej 0,32 mm z usieciowanym poli(5% difenylo-95% dimetylosiloksanem), o grubości filmu 0,25  $\mu\text{m}$ .

Na podstawie wyników przeprowadzonych badań uzyskano następujące dane walidacyjne:

- zakres pomiarowy: 0,03 ÷ 0,75 mg/ml (2,5 ÷ 62,5 mg/m<sup>3</sup> dla próbki powietrza 12 l)
- granica wykrywalności:  $x_{gw} = 1,7$  ng/ml
- granica oznaczania ilościowego:  $x_{ozn} = 5,8$  ng/ml
- współczynnik korelacji:  $R = 1$
- całkowita precyzja badania:  $V_c = 5,08\%$
- niepewność całkowita metody: 11,82%.

*ANNA JEŻEWSKA*

### **2-Methylnaphthalene – determination method**

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

The method is based on the adsorption of 2-methylnaphthalene vapours on resine XAD-2 and desorption with 1 mL of carbon disulfide. The obtained solution is analyzed by gas chromatographic (GC-FID).

The determination limit of the method is 2,5 mg/m<sup>3</sup>.