

METODA OZNACZANIA 4-*tert*-BUTYLOTOLUENU W POWIETRZU NA STANOWISKACH PRACY

J. Kowalska, D. Kondej

Centralny Instytut Ochrony Pracy – Państwowy Instytut Badawczy, Warszawa

4-*tert*-Butyltoluenu (nr CAS: 98-51-1, TBT) jest bezbarwną cieczą o zapachu podobnym do zapachu benzyny. TBT jest półproduktem stosowanym w syntezie chemicznej w ściśle kontrolowanych warunkach. Ma znaczenie handlowe jako półprodukt w produkcji kwasu 4-*tert*-butylobenzoesowego i 4-*tert*-butylobenzaldehydu, stosowanych w syntezie różnych produktów przetwórstwa chemicznego.

W Unii Europejskiej 4-*tert*-butyltoluenu sklasyfikowano jako substancję ciekłą łatwopalną (kat. 3), o toksyczności ostrej przy działaniu na drogę pokarmową (kat. 3) oraz drogę oddechową (kat. 3). Substancja ta wykazuje działanie żrące/drażniące na skórę (kat. 2) oraz drażniące na oczy (kat. 2). Obowiązująca w Polsce wartość normatywu higienicznego - najwyższego dopuszczalnego stężenia (NDS) dla TBT w powietrzu na stanowiskach pracy wynosi 30 mg/m³.

Opracowana metoda umożliwia oznaczenie 4-*tert*-butyltoluenu w zakresie stężeń 0,036-0,720 mg/ml z zastosowaniem chromatografii gazowej z detekcją płomieniowo-jonizacyjną. Wybrana kolumna kapilarna HP-1 o długości 60 m i średnicy wewnętrznej 0,32 mm i o grubości filmu 0,25 µm przy zastosowaniu temperatury programowanej pozwala na oznaczanie TBT w obecności toluenu, dekanu, 4-*tert*-butylo-benzaldehydu i kwasu 4-*tert*-butylo-benzoesowego.

Do pobierania próbek powietrza zastosowano metodę dozymetrii indywidualnej. Jako próbnik użyto rurki pochłaniającej zawierającej dwie warstwy (100 i 50 mg) węgla aktywnego. Do ekstrakcji 4-*tert*-butyltoluenu z sorbentu zastosowano disiarczek węgla. Średni współczynnik ekstrakcji wyniósł 1,00.

Opracowana metoda umożliwia oznaczanie 4-*tert*-butyltoluenu na poziomie 1/10 wartości najwyższego dopuszczalnego stężenia (dla próbki powietrza o objętości 12 litrów). W tym zakresie stężeń metoda została poddana walidacji, zgodnie z wytycznymi zawartymi w normie PN-EN 482.

Opracowano na podstawie wyników VI etapu programu wieloletniego pn. „Rządowy Program Poprawy Bezpieczeństwa i Warunków Pracy”, finansowanego w zakresie badań naukowych i prac rozwojowych ze środków Narodowego Centrum Badań i Rozwoju. Projekt nr III.PN.02 pt. Opracowanie 9 nowych metod oznaczania szkodliwych substancji chemicznych dla potrzeb oceny środowiska pracy. Koordynator programu: Centralny Instytut Ochrony Pracy – Państwowy Instytut Badawczy.

METODA OZNACZANIA 4-*tert*-BUTYLOTOLUENU W POWIETRZU NA STANOWISKACH PRACY *

* Opracowano na podstawie wyników VI etapu programu wieloletniego pn. „Rządowy Program Poprawy Bezpieczeństwa i Warunków Pracy”, finansowanego w zakresie badań naukowych i prac rozwojowych ze środków Narodowego Centrum Badań i Rozwoju. Projekt nr III.PN.02 pt. Opracowanie 9 nowych metod oznaczania szkodliwych substancji chemicznych dla potrzeb oceny środowiska pracy. Koordynator programu: Centralny Instytut Ochrony Pracy – Państwowy Instytut Badawczy.

Wstęp

4-*tert*-Butylotoluen (nr CAS: 98-51-1, TBT) jest bezbarwną cieczą o zapachu podobnym do zapachu benzyny. TBT jest półproduktem stosowanym w syntezie chemicznej w ściśle kontrolowanych warunkach. Ma znaczenie handlowe jako półprodukt w produkcji kwasu 4-*tert*-butylobenzoowego i 4-*tert*-butylobenzaldehydu, stosowanych w syntezie różnych produktów przetwórstwa chemicznego.

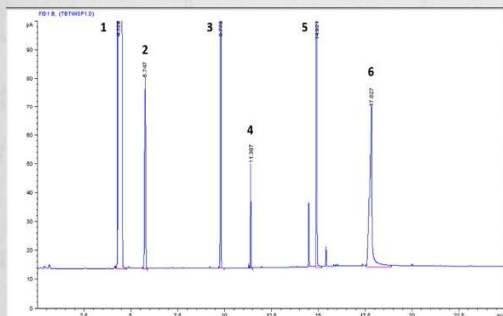
Zgodnie z klasyfikacją przedstawioną przez producentów i importerów w dokumentacjach rejestracyjnych REACH i CLP 4-*tert*-butylotoluen sklasyfikowano (według kryteriów klasyfikacji podanych w CLP) jako substancję ciekłą łatwopalną (kat. 3), o toksyczności ostrej przy działaniu na drogę pokarmową (kat. 4), skórę (kat. 4) oraz drogę oddechową (kat. 1). Substancja ta wykazuje działanie żrące/drażniące na skórę (kat. 2) oraz drażniące na oczy (kat. 2). Podejrzewa się, że działa szkodliwie na płodność lub dziecko w łonie matki (Działanie szkodliwe na rozrodczość, kat. 2) (ECHA 2024).

Obowiązująca w Polsce wartość normatywu higienicznego - najwyższego dopuszczalnego stężenia (NDS) dla TBT w powietrzu na stanowiskach pracy wynosi 30 mg/m³.

Metoda

Metoda polega przepuszczeniu powietrza zawierającego 4-*tert*-butylotoluen przez rurkę pochłaniającą zawierającą dwie warstwy (100 i 50 mg) węgla aktywnego, desorpcji disiarczkiem węgla i analizie otrzymanego roztworu z wykorzystaniem techniki chromatografii gazowej z detekcją płomieniowo-jonizacyjną (GC-FID).

Zastosowana kolumna kapilarna HP-1 o długości 60 m i średnicy wewnętrznej 0,32 mm, o grubości filmu 0,25 µm w temperaturze programowanej umożliwia oznaczanie 4-*tert*-butylotolenu i substancji współwystępujących (Rysunek).



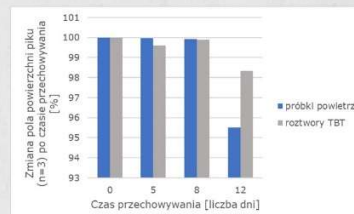
Podsumowanie

- ✓ Przeprowadzone badania doświadczalne pozwoliły na ustalenie warunków oznaczania 4-*tert*-butylotolenu w powietrzu na stanowiskach pracy, w zakresie stężeń 3 – 60 mg/m³ z zastosowaniem chromatografii gazowej z detekcją płomieniowo-jonizacyjną.
- ✓ Zastosowana kolumna kapilarna HP-1 (o długości 60 m) w temperaturze programowanej umożliwia oznaczanie 4-*tert*-butylotolenu w obecności substancji współwystępujących.
- ✓ Disiarczek węgla jest odpowiednim rozpuszczalnikiem do desorpcji 4-*tert*-butylotolenu z węgla aktywnego. Średni współczynnik desorpcji wynosi 1,0.
- ✓ Opracowana metoda umożliwia oznaczanie 4-*tert*-butylotolenu na poziomie 1/10 wartości najwyższego dopuszczalnego stężenia i może być wykorzystana do oceny narażenia zawodowego.

Trwałość roztworów i próbek powietrza

Pobrane próbki powietrza (rurki pochłaniające z węglem aktywnym) oraz roztwory TBT w disiarczku węgla przechowywano w chłodziarce i analizowano po pięciu, ośmiu oraz dwunastu dniach przechowywania. Uzyskane wyniki wskazują, że próbki i roztwory przechowywane w chłodziarce są trwałe przez dwanaście dni (wykres).

Wyniki badania trwałości próbek i roztworów TBT przechowywanych w chłodziarce.



Dane walidacyjne metody

Walidowane parametry	Wartość
Zakres pomiarowy	3 – 60 mg/m ³
Ilość pobranego powietrza	12 l
Zakres krzywej wzorcowej	36 – 720 µg/ml
Granica wykrywalności	0,02 µg/ml
	0,002 mg/m ³
Granica oznaczalności	0,06 µg/ml
	0,005 mg/m ³
Względna niepewność całkowita	11,2%
Niepewność rozszerzona	22,3%

Chromatogram roztworu 4-*tert*-butylotolenu i substancji współwystępujących.

GC/FID: kolumna kapilarna HP-1 (60 m x 0,32 mm, 0,25 µm); temperatura kolumny programowana (temperatura początkowa 80°C (5 min), przyrost temperatury 10°C/min, temperatura końcowa 180°C (10 min)); temperatura dozownika 220°C; temperatura detektora FID 280°C; strumień objętości gazu nośnego (hel) 1,5 ml/min, dzielnik próbki 10:1.

Objaśnienia:

- 1) disiarczek węgla, czas retencji 4,33 min,
- 2) toluen, czas retencji 5,75 min,
- 3) dekan, czas retencji 9,78 min,
- 4) 4-*tert*-butylotoluen, czas retencji 11,40 min,
- 5) 4-*tert*-butylobenzaldehyd, czas retencji 14,92 min,
- 6) kwas 4-*tert*-butylobenzoowy, czas retencji 17,83 min.