

Furan

Metoda oznaczania w powietrzu na stanowiskach pracy z zastosowaniem chromatografii gazowej¹

Furan

Determination in workplace air with gas chromatography

dr MAŁGORZATA KUCHARSKA

<https://orcid.org/0000-0001-6885-123x>

e-mail: malgorzata.kucharska@imp.lodz.pl

mgr inż. ANNA PISARSKA

mgr JAKUB SMUGA

dr WIKTOR WESOŁOWSKI

<https://orcid.org/0000-0003-4047-0798>

Instytut Medycyny Pracy im. prof. dr. med. Jerzego Nofera w Łodzi

Nofer Institute of Occupational Medicine, Łódź, Poland

Numer CAS 110-00-9

Streszczenie

Furan jest bezbarwną, bardzo lotną i łatwopalną cieczą o charakterystycznym eterowym zapachu. Występuje naturalnie w niektórych gatunkach drewna, powstaje podczas spalania drewna, tytoniu i paliw, a także obróbki termicznej żywności. W przemyśle furan jest stosowany jako półprodukt w syntezie organicznej, rozpuszczalnik żywic, przy produkcji lakierów, leków, stabilizatorów i insektycydów, a także do produkcji związków chemicznych o strukturze polimerycznej i związków kompleksowych. Działanie rakotwórcze na zwierzęta było podstawą do uznania furanu za substancję o prawdopodobnym działaniu rakotwórczym na ludzi. Celem prac badawczych było opracowanie i walidacja metody oznaczania furanu w powietrzu na stanowiskach pracy. Opracowana metoda oznaczania furanu polega na adsorpcji par tej substancji na węglu łupin z orzecha kokosowego, ekstrakcji za pomocą roztworu butan-1-olu w toluenie i analizie chromatograficznej tak otrzymanego roztworu. Do badań wykorzystano chromatograf gazowy sprzężony ze spektrometrem mas (GC-MS), wyposażony w niepolarną kolumnę kapilarną HP-PONA (o długości 50 m, średnicy 0,2 mm i grubości filmu fazy stacjonarnej 0,5 µm). Opracowana metoda jest liniowa w zakresie stężeń 0,05 ÷ 1,0 µg/ml, co odpowiada zakresowi 0,005 ÷ 0,1 mg/m³ dla próbki powietrza o objętości 10 l. Opracowana metoda analityczna umożliwia oznaczanie furanu w powietrzu na stanowiskach pracy w obecności substancji współwystępujących. Metoda charakteryzuje się dobrą precyzją i dokładnością i spełnia wymagania normy PN-EN 482 dla procedur dotyczących oznaczania czynników chemicznych. Opracowana metoda oznaczania furanu w powietrzu na stanowiskach pracy została zapisana w postaci procedury analitycznej, którą zamieszczono w załączniku. Zakres tematyczny artykułu obejmuje zagadnienia zdrowia oraz bezpieczeństwa i higieny środowiska pracy będące przedmiotem badań z zakresu nauk o zdrowiu oraz inżynierii środowiska.

Słowa kluczowe: furan, metoda analityczna, powietrze na stanowiskach pracy, metoda chromatografii gazowej ze spektrometrią mas, nauki o zdrowiu, inżynieria środowiska.

¹ Publikacja opracowana na podstawie wyników V etapu programu wieloletniego „Poprawa bezpieczeństwa i warunków pracy”, finansowanego w latach 2021-2022 w zakresie zadań służb państwowych ze środków Ministerstwa Rozwoju, Pracy i Technologii. Koordynator programu: Centralny Instytut Ochrony Pracy – Państwowy Instytut Badawczy.

Abstract

Furan is colorless, highly volatile and flammable liquid with a specific ether odor. In nature it occurs in some species of wood, it is formed during burning process of wood, tobacco, fuels and also in thermal food processing. In industry furan is used as an intermediate in organic synthesis, resins solvent, during production of lacquer, drugs, stabilizers, insecticides and also in production of chemical compounds which have polymeric and coordination structure. Carcinogenic effect on animals was a base of recognition that furan is a substance which is probably also carcinogenic on humans. The aim of this study was to develop and validate a method of determining furan in workplace air. Developed determination method of furan relies on vapor absorption of this substance on coconut shell charcoal. Furan was extracted by 5% butan-1-ol solution in toluene. Obtained solution was analyzed with chromatography. The study was performed with gas chromatograph coupled with mass spectrometer (GC-MS), equipped with non-polar HP-PONA capillary column (length 50 m, diameter 0.2 mm and the film thickness of the stationary phase 0.5 μm). Developed method is linear in the concentration range of 0.05–1.0 $\mu\text{g/ml}$, which is equivalent to the range of 0.005–0.1 mg/m^3 for 10-L air sample. The analytical method described in this paper makes it possible to determine furan in workplace air in the presence of comorbid substances. The method is precise, accurate and it meets the criteria for procedures for determining chemical agents listed in Standard No. PN-EN 482. The developed method of determining furan in workplace air has been recorded as an analytical procedure (see Appendix). This article discusses the problems of occupational safety and health, which are covered by health sciences and environmental engineering.

Keywords: furan, analytical method, workplace air, gas chromatographic method with mass spectrometry, health sciences, environmental engineering.

WPROWADZENIE

Furan jest bezbarwną, bardzo lotną i łatwopalną cieczą o charakterystycznym eterowym zapachu. Pary furanu tworzą wybuchową mieszaninę z powietrzem. W normalnych warunkach przechowywania związek ten ulega powolnemu utlenianiu do niestabilnych nadtlenków, stabilność zapewnia przechowywanie w środowisku zasadowym (ChemIDplus 2020; GESTIS Substance Database 2020; PubChem 2020).

Furan występuje naturalnie w niektórych gatunkach drewna, powstaje także podczas spalania drewna, tytoniu i paliw. Kolejnym źródłem emisji furanu jest obróbka termiczna żywności, szczególnie proces smażenia w głębokim tłuszczu.

W przemyśle furan znalazł zastosowanie jako półprodukt w syntezie organicznej, rozpuszczalnik żywic, przy produkcji lakierów, leków, stabilizatorów i insektycydów, a także do produkcji związków chemicznych o strukturze polimerycznej i związków kompleksowych (IARC 1995; PubChem 2020).

W piśmiennictwie i dostępnych bazach danych nie opisano przypadków ostrych zatruc u ludzi, brak także informacji o toksyczności furanu w warunkach narażenia przewlekłego. Wyniki badań na zwierzętach, zarówno w warunkach narażenia

ostrego, jak i przewlekłego, wskazują, że skutkiem krytycznym narażenia na furan jest działanie hepatotoksyczne (McMurtry, Mitchell 1977; Wilson i in. 1992). Badania działania rakotwórczego na myszach i szczurach wskazały na indukowanie przez furan białaczki, zwiększenie liczby przypadków raka wewnątrzwartrobowych przewodów żółciowych, a także gruczolaka wątrobowokomórkowego (Gill i in. 2010; 2011; Von Tungeln i in. 2017). Było to podstawą do uznania furanu za substancję o prawdopodobnym działaniu rakotwórczym na ludzi i tym samym zaliczeniu do grupy 2B (ACGIH 2018; IARC 1995; NTP 1993). W dostępnym piśmiennictwie i w bazach danych brak informacji dotyczących działania embriotoksycznego i teratogennego furanu na zwierzęta.

Furan znajduje się w wykazie zharmonizowanej klasyfikacji i oznakowania substancji stwarzających zagrożenie w załączniku VI do rozporządzenia Parlamentu Europejskiego i Rady WE nr 1272/2008 z dnia 16 grudnia 2008 r. w sprawie klasyfikacji, oznakowania i pakowania substancji oraz mieszanin, zmieniającego i uchylającego dyrektywy 67/548/EWG i 1999/45/WE oraz zmieniającego rozporządzenie WE nr 1907/2006 z dnia 31 grudnia 2008 r. (Rozporządzenie WE

nr 1272/2008). Ze względu na zagrożenie dla zdrowia furan jest również zaklasyfikowany do następujących klas i kategorii zagrożenia:

- rakotwórczość, kategoria zagrożenia 1B, z przypisanym zwrotem wskazującym rodzaj zagrożenia H350: może powodować raka;
- działanie mutagenne na komórki rozrodcze, kategoria zagrożenia 2, z przypisanym zwrotem H341: podejrzewa się, że powoduje wady genetyczne;
- toksyczność ostra, kategoria zagrożenia 4, z przypisanymi zwrotami H302: działa szkodliwie po połknięciu i H332: działa szkodliwie w następstwie wdychania;
- działanie toksyczne na narządy docelowe – powtarzane narażenie, kategoria zagrożenia 2, z przypisanym zwrotem H373: może powodować uszkodzenie narządów poprzez długotrwałe lub narażenie powtarzane;
- działanie drażniące na skórę, kategoria zagrożenia 2, z przypisanym zwrotem H315: działa drażniąco na skórę.

Zespół Ekspertów ds. Czynników Chemicznych Międzyresortowej Komisji ds. NDS i NDN Czynników Szkodliwych dla Zdrowia w Środowisku Pracy zaproponował wartość najwyższego dopuszczalnego stężenia (NDS) dla furanu w powietrzu środowiska pracy na poziomie 0,05 mg/m³, zaś aby zapobiec wystąpieniu stężeń pikowych zaproponowano wartość chwilową, NDSC_h na poziomie 0,1 mg/m³ (Skowroń, Konieczko 2020).

Celem prac badawczych było przygotowanie odpowiednio czulej i selektywnej metody oznaczania furanu w powietrzu na stanowiskach pracy, która umożliwi pomiary stężeń tego związku, a następnie pozwoli na dokonanie oceny narażenia zawodowego.

Zakres tematyczny artykułu obejmuje zagadnienia zdrowia oraz bezpieczeństwa i higieny środowiska pracy będące przedmiotem badań z zakresu nauk o zdrowiu oraz inżynierii środowiska.

CZĘŚĆ DOŚWIADCZALNA

Założenia opracowanej metody

Furan jest substancją o niskiej temperaturze wrzenia wynoszącej 31,5 °C, co wskazuje, że chromatografia gazowa będzie najbardziej użyteczną metodą jego oznaczania. W literaturze opisano oznaczanie furanu w próbkach żywności z zastosowaniem chromatografii gazowej sprzężonej ze spektrometrią mas lub tandemową spektrometrią mas (Condurso i in. 2018; Mesias, Morales 2015; Minorczyk i in. 2011; Pugajeva i in. 2016). Wszystkie te badania dotyczyły oznaczania furanu w fazie nadpowierzchniowej techniką head-space lub SPME (*solid phase microextraction*). W piśmiennictwie nie znaleziono doniesień na temat oznaczania tego związku w powietrzu środowiska pracy czy powietrzu atmosferycznym.

Opierając się na doświadczeniach własnych w zakresie oznaczania substancji niskowrzących (Wesołowski, Kucharska 2007), stwierdzono, że kluczowym elementem opracowania metody jest etap pobierania próbek powietrza, gdyż analiza próbek bezpośrednio, bez wzbogacania na sorbencie, nie pozwoli uzyskać oznaczalności na poziomie przyjętej wartości NDS. Dlatego też założono

pobieranie próbek na węgiel aktywny o różnych właściwościach, desorpcję substancji rozpuszczalnikiem, a następnie oznaczanie techniką chromatografii gazowej w połączeniu ze spektrometrią mas i z zastosowaniem kolumny kapilarnej.

Aparatura

Do badań wykorzystywano chromatograf gazowy Agilent Technologies 6890N ze spektrometrem mas 5973 (MSD) oraz dozownikiem typu podział/bez podziału (*split/splitless*). Najbardziej przydatną okazała się niepolarna kolumna kapilarna HP-PO-NA o długości 50 m, średnicy 0,2 mm i grubości filmu fazy stacjonarnej 0,5 μm. Program komputerowy aparatu umożliwia automatyczne sterowanie chromatografem i spektrometrem oraz opracowywanie wyników pomiarów z wykorzystaniem wzorcowej biblioteki widm masowych NIST2011 z suplementem z 2013 r.

Do pobierania próbek powietrza wykorzystano aspiratory typu Pocket Pump (SKC, USA). Do odważania wzorców stosowano wagę analityczną firmy Sartorius.

Odczynniki i materiały

Do badań stosowano odczynniki o czystości co najmniej cz.d.a. firmy Sigma-Aldrich (furan, butan-1-ol), rozpuszczalniki do GC (toluen firmy Avantor, disiarczek węgla firmy Merck). W badaniach wykorzystano ponadto węgiel aktywny

z łupin orzecha kokosowego (Merck), a także szkło miarowe klasy A, strzykawki szklane i naczynka kapslowane do automatycznego podajnika próbek o pojemności 2 ml.

WYNIKI BADAŃ I ICH OMÓWIENIE

Dobór optymalnych warunków analizy chromatograficznej

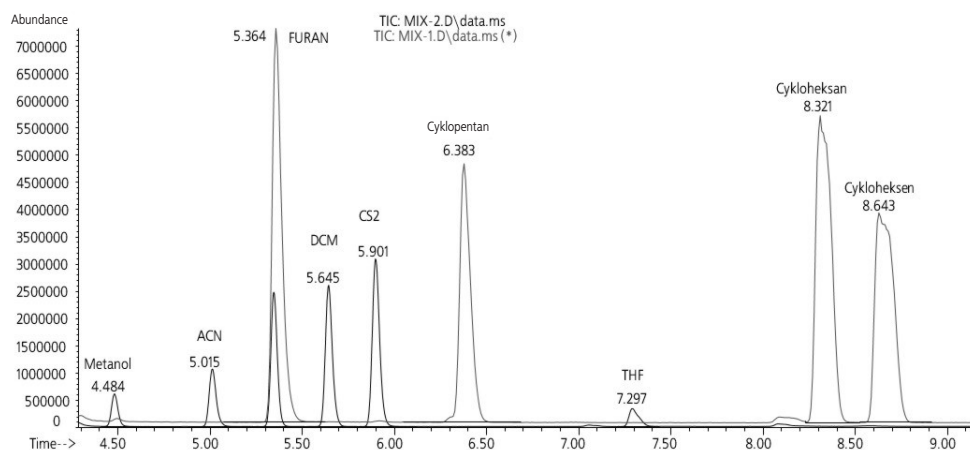
Podczas opracowywania metody oznaczania furanu w powietrzu na stanowiskach pracy wykorzystano doświadczenia autorów w zakresie oznaczania substancji niskowrzących (Wesołowski, Kucharska 2007). Warunki rozdzielania chromatograficznego dobierano tak, by rozdzielić furan

od substancji współwystępujących, a także od rozpuszczalnika. Spodziewany efekt uzyskano z zastosowaniem niepolarniej kolumny HP-PONA w warunkach przedstawionych w tabeli 1.

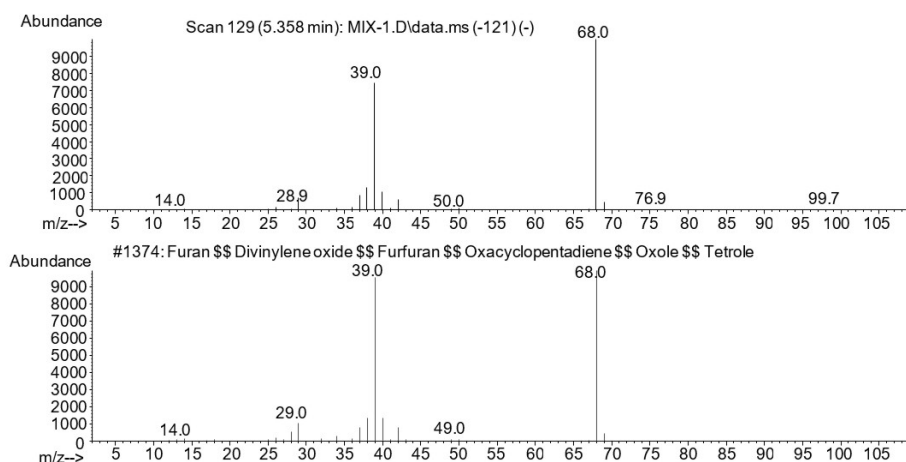
Na rycinie 1. przedstawiono chromatogram wzorca furanu w obecności substancji współwystępujących, zaś na rycinie 2. widmo mas badanego związku wraz z potwierdzeniem z biblioteki widm masowych NIST2011.

Tabela 1. Warunki pracy chromatografu gazowego i spektrometru mas
Table 1. Working conditions of a gas chromatograph and mass spectrometer

Warunki pracy	Wartości
CHROMATOGRAF GAZOWY	
Komora dozownika – stosunek dzielenia próbki	S/SL 10:1
Objętość próbki	1 µl
Temperatura dozownika	240 °C
Gaz nośny	hel
Ciśnienie regulowane automatycznie w trybie stałego przepływu	21 cm/s
Kolumna – długość – średnica wew. – grubość filmu fazy stacjonarnej	niepolarna HP-PONA 50 m 0,2 mm 0,5 µm
Temperatura pieca chromatografu – izoterma początkowa – przyrost temperatury – izoterma końcowa	programowana: 50 °C (1 min) 5 °C/min → 80 °C (0 min) 20 °C/min → 200 °C (2 min)
SPEKTROMETR MAS	
Temperatura linii transferowej	220 °C
Temperatura źródła jonów	230 °C
Temperatura filtra kwadrupolowego	150 °C
Rodzaj jonizacji – energia jonizacji – rejestrowane jony	jonizacja elektronami (EI) 70 eV dodatnie
Tryb pracy detektora	SIM
Rejestrowane masy	38,0; 39,0; 40,0; 68,0; 70,0 Th
Napięcie powielacza jonów	„autotune” + 300 V (2 071 V)



Ryc. 1. Chromatogram roztworu wzorcowego, gdzie pik o czasie t_R 5,36 min – furan
Fig. 1. Chromatogram of a standard solution, where the peak time t_R 5.36 min – furan



Ryc. 2. Widmo mas furanu t_R 5,36 min (u góry rysunku) oraz widmo z wzorcowej biblioteki mas dla furanu (u dołu)
Fig. 2. Mass spectrum of furan t_R 5.36 min (at the top of the figure) and the spectrum from the reference mass library for furan (at the bottom)

Sprawdzono, że w wyżej opisanych warunkach furan może być oznaczany w obecności: cyklopentanu, cykloheksanu, cykloheksenu i najczęściej używanych rozpuszczalników takich jak: metanol, acetonitryl (ACN), dichlorometan (DCM), disiarczki węgla (CS₂), tetrahydrofuran (THF), (ryc. 1.).

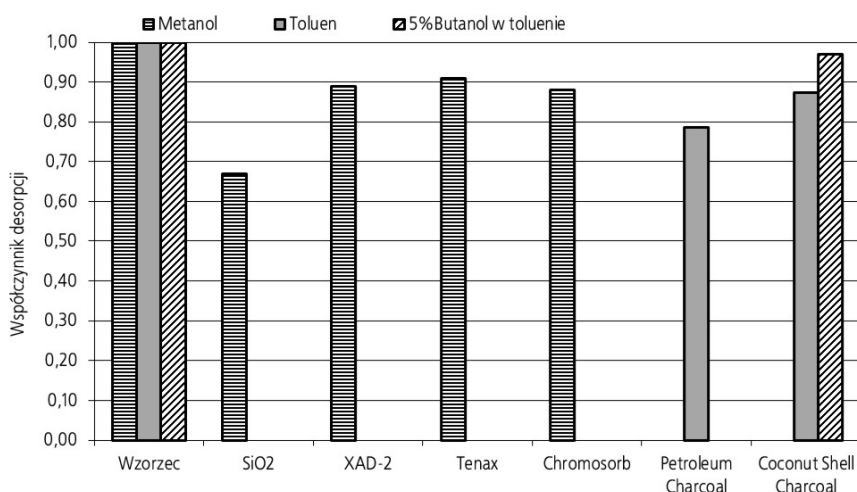
Pobieranie próbek powietrza

Przebadano kilka sorbentów (węgiel aktywny typu: Coconut Shell Charcoal, Petroleum Charcoal; żel krzemionkowy (SiO₂), żywica XAD itp.), (ryc. 3) oraz kilka rozpuszczalników do desorpcji (metanol, toluen, butanol) w celu uzyskania jak najlepszej wydajności desorpcji.

Najlepsze wyniki otrzymano przy zastosowaniu jako sorbent węgla aktywnego z orzecha kokosowego (Coconut Shell Charcoal) i desorpcji przy użyciu 5-procentowego roztworu butan-1-olu w toluenie i taki układ stosowano do dalszych badań. Wyniki badań desorpcji na trzech poziomach stężeń (0,05; 0,25 i 0,50 µg/ml) przedstawiono w tabeli 2. Z badań tych wynika, że zastosowany układ pochłaniania na węglu z orzecha kokosowego i desorpcja przy użyciu 5-procentowego butan-1-olu w toluenie zapewnia dobry odzysk pochłoniętego furanu. Wyznaczony średni współczynnik desorpcji wynosi 0,97.

Tabela 2. Wyznaczanie współczynnika desorpcji furanu z węgla przy użyciu 5-procentowego roztworu butanolu w toluenie
Table 2. Determination of the coefficient of furan desorption from carbon with a 5% solution of butanol in toluene

Badane parametry / Numer serii	Pole powierzchni pików furanu w roztworach o następującej zawartości w próbce, µg			Średnia	
	0,05	0,25	0,5		
Roztwory po desorpcji	I	994	5 206	10 475	
	II	1 023	5 269	10 338	
	III	1 081	5 404	10 512	
Średnia		1 032	5 293	10 442	2,36%
Odchylenie standardowe, S		44	101	91	
Współczynnik zmienności, CV, %		4,30%	1,91%	0,87%	
Roztwory porównawcze	I	1 080	5 171	10 821	
	II	1 085	5 418	10 369	
	III	1 098	5 302	11 236	
Średnia		1 087	5 297	10 809	2,40%
Odchylenie standardowe, S		9	124	434	
Współczynnik zmienności, CV, %		0,87%	2,33%	4,01%	
Współczynnik desorpcji		0,95	1,00	0,97	0,97

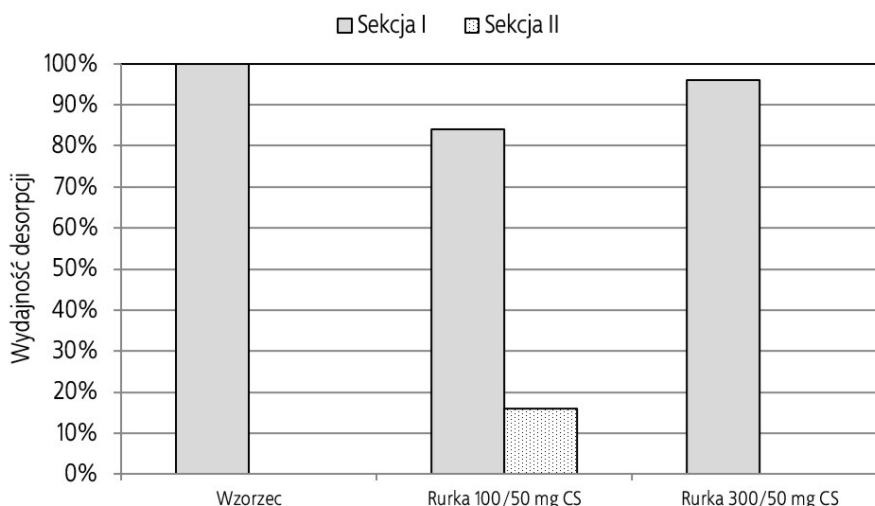


Ryc. 3. Zestawienie współczynników desorpcji furanu dla testowanych sorbentów i rozpuszczalników
Fig. 3. Summary of furan desorption coefficients for tested sorbents and solvents

W celu wyznaczenia maksymalnej objętości próbki powietrza, jaką można pobrać, naniesiono 0,5 µg furanu na standardowe rurki zawierające w I sekcji 100 mg, a w II sekcji 50 mg węgla aktywnego z orzecha kokosowego. Badania wykazały, że z tak przygotowanych rurek furan jest wymywany w około 15% w wyniku przepuszczenia około 10 l powietrza (ryc. 4.).

Badania powtórzono, przepuszczając znane objętości powietrza przez rurki zawierające w I sekcji 300 mg, a w II sekcji 50 mg węgla aktywnego z orzecha kokosowego, na które naniesiono (do I sekcji) 0,5 µg furanu. Oznaczano zawartość furanu w I sekcji sorbentu i obliczano współczynnik desorpcji furanu po przepuszczeniu powietrza. Wyniki oznaczeń przedstawiono w tabeli 3.

Jak wynika z przedstawionych danych (tab. 3.), pobranie nawet trzykrotnie większej objętości powietrza niż założona nie powoduje znaczącego wymywania furanu z sorbentu, jednak dalsze zwiększanie objętości pobranego powietrza powoduje ponad 5% straty. Zwiększając trzykrotnie objętość pobranego powietrza, można poprawić oznaczalność metody. W omawianej metodyce analitycznej z zastosowaniem podanego sprzętu pomiarowego i założonego zakresu oznaczania ilościowego proponuje się pobieranie 10 l powietrza do badań zgodnie z zasadami zawartym w normie (PN-Z-04008-7:2002/Az1:2004).



Ryc. 4. Badanie wydajności desorpcji furanu z węgla po pobraniu 10 l powietrza
Fig. 4. Testing the efficiency of furan desorption from coal after taking 10 l of air

Tabela 3. Wpływ objętości przepuszczonego powietrza na wymywanie pochłoniętego furanu z sorbentu
Table 3. Influence of the volume of the permeated air on the elution of the absorbed furan from a sorbent

Badane parametry / Numer serii (0,5 µg furanu/próbkę)	Pole powierzchni pików furanu po przepuszczeniu następujących objętości powietrza, l					
	0	10	20	30	40	50
I	6 627	6 430	6 303	6 264	5 935	5 734
II	6 605	6 370	6 307	6 184	5 989	5 937
III	6 570	6 434	6 270	6 317	6 453	6 136
IV	6 534	6 364	6 120	6 044	6 038	5 917
V	6 257	6 247	6 101	6 161	6 059	6 131
VI	6 277	6 428	6 250	6 211	6 208	6 346
Średnia	6 478	6 379	6 225	6 197	6 114	6 034
Standardowe odchylenie, S	167	72	91	94	190	215
Współczynnik zmienności, CV, %	2,57%	1,13%	1,47%	1,52%	3,11%	3,56%
Wydajność desorpcji, %	100,0%	98,5%	96,1%	95,7%	94,4%	93,1%

Badanie zakresu stosowania, liniowości i precyzji metody analitycznej

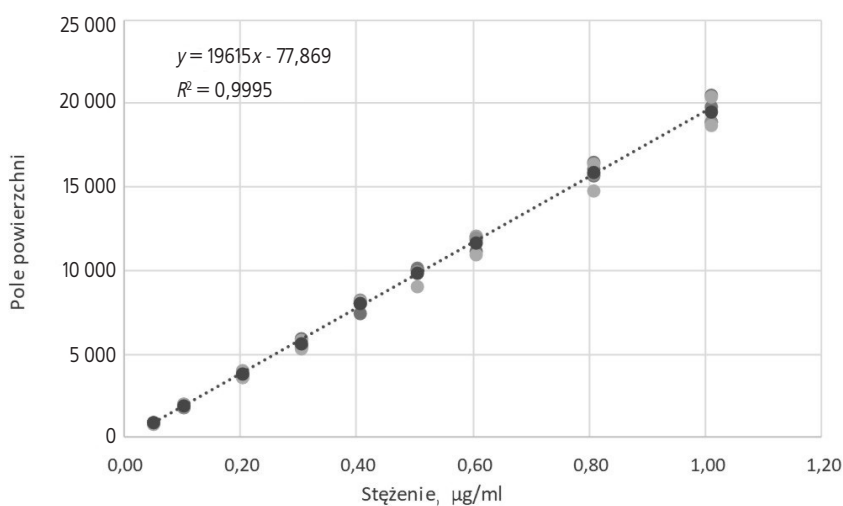
Biorąc pod uwagę, że proponowana wartość NDS wynosi 0,05 mg/m³, zakładając pobieranie próbki powietrza o objętości 10 l, desorpcję za pomocą 1 ml rozpuszczalnika oraz przyjmując dolną granicę zakresu krzywej wzorcowej na poziomie około 1/10 NDS, najniższe stężenie oznaczanego wzorca powinno wynosić 0,05 µg/ml. Aby skalą wzorców objąć pełny zakres stężeń (1/10 ÷ 2 NDS), należy przygotować roztwory wzorcowe 0,05 ÷ 1 µg/ml. Celem uzyskania krzywych wzorcowych

sporządzono dziewięć roztworów furanu w toluenie z 5-procentowym dodatkiem butan-1-olu. Stężenie furanu w tych roztworach wynosiło odpowiednio: 0,05; 0,10; 0,20; 0,30; 0,40; 0,50; 0,60; 0,80 i 1,00 µg/ml, co odpowiada przy ww. założeniach stężeniom w powietrzu w zakresie 0,005 ÷ 0,1 mg/m³ przy objętości próbki powietrza 10 l.

Roztwory poddawano analizie chromatograficznej. Wykonano trzy serie roztworów wzorcowych, które poddano analizie chromatograficznej. Uzyskane wyniki przedstawiono w tabeli 4. i na rycinie 5.

Tabela 4. Badanie liniowości metody oznaczania furanu**Table 4.** Linearity testing of the furan determination method

Badane parametry / Numer serii	Pole powierzchni pików furanu w roztworach o stężeniu, $\mu\text{g/ml}$								
	0,05	0,10	0,20	0,30	0,40	0,50	0,60	0,80	1,00
I	970	2 006	4 031	6 031	8 105	10 196	12 057	16 123	20 808
II	942	1 933	4 066	5 991	8 121	10 059	12 156	16 496	20 520
III	921	1 990	4 053	5 896	8 145	10 091	12 126	16 419	20 395
Średnia	944	1 976	4 050	5 973	8 124	10 115	12 113	16 346	20 574
Odchylenie standardowe, S	25	39	18	69	20	72	51	197	212
Współczynnik kalibracji	18 738	19 605	20 090	19 751	20 148	20 070	20 028	20 270	20 411
Współczynnik zmienności, CV , %	2,61%	1,95%	0,44%	1,16%	0,24%	0,71%	0,42%	1,20%	1,03%
Średni współczynnik kalibracji = 19 901									
Średnie odchylenie standardowe, $S = 78$									
Średni współczynnik zmienności, $CV = 1,086\%$									

**Ryc. 5.** Krzywa kalibracyjna furanu w zakresie 0,05 ÷ 1 $\mu\text{g/ml}$ **Fig. 5.** Furan calibration curve in the range from 0.05 $\mu\text{g/ml}$ to 1 $\mu\text{g/ml}$

Z uzyskanych danych (tab. 4., ryc. 5.) wynika, że w badanym zakresie stężeń wskazania spektrometru mas pracującego w trybie SIM w funkcji stężenia furanu mają charakter liniowy. Współczynnik zmienności 1,086% świadczy o dobrej powtarzalności. Dolna granica badanego zakresu stężeń 0,05 $\mu\text{g/ml}$ odpowiada stężeniu furanu w powietrzu 0,005 mg/m^3 (przy wyżej opisanych założeniach), czyli 1/10 proponowanej wartości NDS.

W celu oceny precyzji oznaczeń przygotowano po sześć roztworów wzorcowych furanu w 5-procentowym butan-1-olu w toluenie na trzech poziomach stężeń: 0,05; 0,25 i 0,50 $\mu\text{g/ml}$. Współczynniki zmienności dla każdego z poziomów stężeń wynosiły odpowiednio: 5,28; 1,65 i 2,4%, zaś średnia precyzja zakresu pomiarowego – 3,48%. Wyniki badań przedstawiono w tabeli 5.

Tabela 5. Wyniki badania precyzji metody oznaczania furanu**Table 5.** The results of the precision study of a furan determination method

Badane parametry / Numer serii	Pole powierzchni pików furanu w roztworach o stężeniu, µg/ml		
	0,05	0,25	0,5
I	994	5 206	10 475
II	1 083	5 269	10 338
III	966	5 194	10 867
IV	1 081	5 404	10 512
V	1 080	5 171	10 821
VI	1 098	5 302	10 236
Średnia	1 050	5 258	10 541
Odchylenie standardowe, <i>S</i>	55,4	86,9	254,7
Współczynnik zmienności, <i>CV</i> , %	5,28	1,65	2,42
Średnia precyzja, średni współczynnik zmienności dla zakresu pomiarowego, %	3,48		

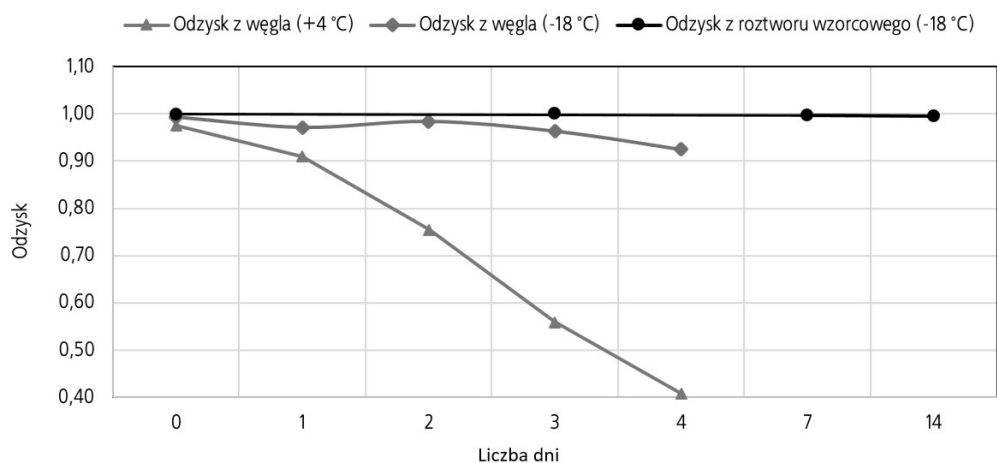
Badanie trwałości próbek i roztworów

Trwałość próbek w zależności od czasu ich przechowywania badano w sposób następujący: do rurek wypełnionych węglem aktywnym z orzecha kokosowego w ilości: I sekcja 300 mg i II sekcja 50 mg, nanoszono (do I sekcji) roztwór furanu, tak by jego zawartość w rurce wynosiła 0,5 µg. Rurki umieszczano w części chłodzącej lodówki (temp. ok. +4 °C) oraz zamrażarce (-18 °C) i analizowano w kilku odstępach czasowych.

Dodatkowo zbadano trwałość roztworu wzorcowego podstawowego o stężeniu 5 000 µg/ml przechowywanego w zamrażarce. W tym celu w określonych odstępach czasu przygotowywano roztwory o stężeniu 0,5 µg/ml, rozcieńczając odpowiednio roztwór z zamrażarki. Wyniki badań zestawiono w tabeli 6. i na rycinie 6.

Tabela 6. Badanie trwałości próbek furanu przechowywanych w zamrażarce (-18 °C)**Table 6.** Stability testing of furan samples stored in a freezer (-18 °C)

Badane parametry / Numer serii	Pole powierzchni pików furanu po upływie następującego czasu, doby					
	0	1	2	3	4	
0,5 µg furanu nanoszone na sorbent	I	8 895	8 710	7 141	7 411	7 496
	II	9 050	8 596	7 543	7 370	7 465
	III	8 975	8 741	7 503	7 564	7 661
Średnia		8 973	8 682	7 396	7 448	7 541
Standardowe odchylenie, <i>S</i>		78	76	221	102	105
Współczynnik zmienności, <i>CV</i> , %		0,86%	0,88%	2,99%	1,37%	1,40%
Roztwór porównawczy furanu 0,5 µg/ml	I	9 026	9 011	7 428	7 718	8 225
	II	9 005	8 943	7 603	7 801	7 974
	III	9 069	8 850	7 511	7 666	8 247
Średnia		9 033	8 934	7 514	7 729	8 148
Standardowe odchylenie, <i>S</i>		33	80	87	68	152
Współczynnik zmienności, <i>CV</i> , %		0,36%	0,90%	1,16%	0,88%	1,86%
Wydajność desorpcji, %		99,3%	97,2%	98,4%	96,4%	92,5%



Ryc. 6. Trwałość wzorca furanu o stężeniu 0,5 µg/ml przechowywanego w różnych warunkach po naniesieniu na sorbent lub w roztworze (o stężeniu 5 000 µg/ml)

Fig. 6. Stability of a furan standard with a concentration of 0.5 µg/ml stored in various conditions after applying to a sorbent or in a solution (with a concentration of 5000 µg/ml)

Jak wynika z przeprowadzonych badań (tab. 6., ryc. 6.), pobrane próbki powietrza można przechowywać w zamrażarce do 3 dni, dalsze przechowywanie powoduje stratę prawie 10% analitu (wydajność desorpcji wynosi 92,5%). W próbkach przechowywanych w lodówce (+4 °C) już po 1 dniu następuje prawie 10-procentowa strata analitu.

Jak widać na rycinie 6., roztwór wzorcowy o stężeniu 5 000 µg/ml może być przechowywany w zamrażarce przez 14 dni.

Wyznaczanie granic wykrywalności i oznaczalności

Granice wykrywalności (LOD) i granice oznaczalności (LOQ) wyznaczone na podstawie wyników analiz dziesięciu niezależnych pomiarów powierzchni pików o czasie retencji furanu dla dwóch niezależnie przygotowanych ślepych prób. Wyniki badań zebrano w tabeli 7.

Tabela 7. Wyznaczanie granicy wykrywalności i oznaczalności furanu
Table 7. Determination of the detection and quantification limit of furan

Badane parametry	Wartość sygnału prób ślepych (pola powierzchni pików), (n = 20)	
		768
	746	722
	760	708
	768	695
	743	750
	767	713
	738	718
	735	741
	755	748
	750	685
Średnie pole powierzchni pików	739	
Odchylenie standardowe	25	
Współczynnik zmienności, %	3,33%	
Współczynnik kierunkowy prostej wzorcowej	19 615	
Granica wykrywalności, µg/ml	0,004	
Granica oznaczalności, µg/ml	0,013	

Badanie przeprowadzono zgodnie z wytycznymi zawartymi w opracowaniu Dobeckiego (Dobecki 2004) i normie PN-EN 482. Obliczenia oparto na pomiarze sygnałów tła o czasie retencji badanej substancji. Obliczone granice wykrywalności i oznaczalności wynoszą odpowiednio: 0,004 i 0,013 µg/ml.

Walidacja metody

Walidację metody przeprowadzono zgodnie z wymaganiami zawartymi w normie europejskiej

PN-EN 482. Wyznaczono następujące parametry walidacyjne:

– zakres pomiarowy	0,05 ÷ 1,0 µg/ml (0,005 ÷ 0,1 mg/m ³ dla próbki powietrza 10 l)
– granica wykrywalności	0,004 µg/ml
– granica oznaczalności	0,013 µg/ml
– współczynnik korelacji	$r = 0,9997$
– całkowita precyzja badania	6,1%
– względna niepewność całkowita	14%.

PODSUMOWANIE

Na podstawie przeprowadzonych badań opracowano metodę oznaczania furanu w powietrzu na stanowiskach pracy z zastosowaniem chromatografii gazowej ze spektrometrią mas. Wskazania spektrometru mas pracującego w trybie SIM w funkcji stężenia furanu, w badanym zakresie stężeń (0,05 ÷ 1,0 µg/ml), mają charakter liniowy. Do pochłaniania par furanu z powietrza należy stosować węgiel aktywny z łupin orzecha kokosowego (Coconut Shell Charcoal), umieszczany w rurkach szklanych w ilości 300/50 mg. Furan desorbowany jest z węgla przy użyciu 5-procentowego roztworu butan-1-olu w toluenie, współczynnik desorpcji wynosi 0,97. Pobrane na proponowany sorbent próbki powietrza należy przechowywać w zamrażarce nie dłużej niż 3 dni. Metoda, w wersji przedstawionej w Załączniku, umożliwia ozna-

czanie furanu w powietrzu na stanowiskach pracy w stężeniach od 0,005 mg/m³, czyli od 1/10 proponowanej wartości NDS.

Zaproponowana metodyka jest specyficzna dla furanu wobec disiarczku węgla, toluenu, metanolu i butan-1-olu. Zastosowana do opracowania metody niepolarna kolumna HP-PONA o długości 50 m, średnicy 0,2 mm i grubości filmu fazy stacjonarnej 0,5 µm umożliwia rozdzielenie furanu od rozpuszczalników takich jak: disiarczek węgla, toluen, metanol, butan-1-ol. Analiza z zastosowaniem spektrometru mas i praca w trybie SIM z rejestracją jonów charakterystycznych dla furanu (38,0; 39,0; 40,0; 68,0; 70,0 Th) zapewniają identyfikację badanej substancji w mieszaninie wieloskładnikowej.

PIŚMIENNICTWO

ACGIH (American Conference of Industrial Hygienists) (2018). Guide to occupational exposure values. Cincinnati, USA.

ChemIDplus (2020) [<https://chem.nlm.nih.gov/chemidplus/rn/110-00-9>, dostęp: listopad 2020].

Condurso C., Cincotta F., Verzera A. (2018). Determination of furan and furan derivatives in baby food. Food Chem. 250, 155–161.

Dobecki M. (2004). Zapewnienie jakości analiz chemicznych. Wydanie trzecie poprawione. Łódź, Instytut Medycyny Pracy im. prof. J. Nofera.

GESTIS Substance Database (2020). The Institute for Occupational Safety and Health of the German Social Accident Insurance (IFA) [<https://gestis.dguv.de/data?name=030810&lang=en>, dostęp: listopad 2020].

Gill S., Bondy G., Lefebvre D.E., Becalski A., Kavanagh M., Hou Y., Turcotte M., Barker M., Weld M., Vavasour E., Cooke G.M. (2010). Subchronic oral toxicity study of furan in Fischer-344 rats. Toxicol. Pathol. 38, 619–630.

Gill S., Kavanagh M., Barker M., Weld M., Vavasour E., Hou Y., Cooke G.M. (2011). Subchronic oral toxicity study of furan in B6C3F1 mice. Toxicol. Pathol. 39, 787–794.

- IARC (International Agency for Research on Cancer) (1995). Monographs on the evaluation of carcinogenic risks of chemicals to humans. Dry cleaning, some chlorinated solvents and other industrial chemicals. Lyon, 63, 393–407.
- McMurtry R.J., Mitchell J.R. (1977). Renal and hepatic necrosis after metabolic activation of 2-substituted furans and thiophenes, including furosemide and cephaloridine. *Toxicol. App. Pharmacol.* 42, 285–300.
- Mesias M., Morales F.J. (2015). Analysis of furan in coffee. [W:] *Coffee in health and disease prevention*. Elsevier, 1005–1012.
- Minorczyk M., Starski A., Jędra M., Gawarska H.A., Sawilska-Rautenstrauch D. (2011). Badania nad zawartością furanu w przetworach dla niemowląt metodą chromatografii gazowej ze spektrometrią mas [Studies on the occurrence of furan in food for infants by gas chromatography with gas spectrometry method]. *Roczn. PZH* 62(3), 283–288.
- NTP (National Toxicology Program) (1993). Toxicology and carcinogenesis of furan in F344/N rats and B6C3F1 mice (gavage studies). NTP TR 402, US Department of Health and Human Services, National Institutes of Health, Bethesda, MD, USA.
- PN-EN 482+A1:2016-01 Narażenie na stanowiskach pracy – Wymagania ogólne dotyczące charakterystyki procedur pomiarów czynników chemicznych.
- PN-Z-04008-7:2002/Az1:2004 Ochrona czystości powietrza – Pobieranie próbek – Zasady pobierania próbek powietrza w środowisku pracy i interpretacji wyników.
- PubChem (2020) [<https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/8029>, dostęp: listopad 2020].
- Pugajeva I., Rozentale I., Viksna A., Bartkiene E., Bartkevics V. (2016). The application of headspace gas chromatography coupled to tandem quadrupole mass spectrometry for the analysis of furan in baby food samples. *Food Chem.* 212, 20–26.
- Rozporządzenie Parlamentu Europejskiego i Rady WE nr 1272/2008 z dnia 16 grudnia 2008 r. w sprawie klasyfikacji, oznakowania i pakowania substancji oraz mieszanin, zmieniającego i uchylającego dyrektywę 67/548/EWG i 1999/45/WE oraz zmieniającego rozporządzenie WE nr 1907/2006 z dnia 31.12.2008 r. Dz. Urz. WE L 353, 1-1355 z późn. zm. [Regulation (EC) No 1272/2008 of the European Parliament and of the Council of 16 December 2008 on classification, labelling and packaging of substances and mixtures, amend-
ing and repealing Directives 67/548/EEC and 1999/45/EC, and amending Regulation (EC) No 1907/2006 (Text with EEA relevance)].
- Skowroń J., Konieczko K. (2020). Furan. Dokumentacja proponowanych wartości dopuszczalnych wielkości narażenia zawodowego [Furan. Documentation of proposed values of occupational exposure limits (OELs)]. *Podst. Metod. Ocen. Środ. Pracy* 4(106), 107–141.
- Von Tungeln L.S., Walker N.J., Olson G.R., Mendoza M.C.B., Felton R.P., Thorn B.T., Marques M.M., Pogribny I.P., Doerge D.R., Beland F.A. (2017). Low dose assessment of the carcinogenicity of furan in male F344/N Nctr rats in a 2-year gavage study. *Food Chem. Toxicol.* 99, 170–181.
- Wesołowski W., Kucharska M. (2007). Dezfluran – metoda oznaczania [Desflurane – determination method]. *Podst. Metod. Ocen. Środ. Pracy* 1(51), 113–119.
- Wilson D.M., Goldsworthy T.L., Popp J.A., Butterworth B.E. (1992). Evaluation of genotoxicity, pathological lesions, and cell proliferation in livers of rats and mice treated with furan. *Environ. Mol. Mutagen.* 19, 209–222.

PROCEDURA ANALITYCZNA
OZNACZANIA FURANU W POWIETRZU
NA STANOWISKACH PRACY Z ZASTOSOWANIEM
CHROMATOGRAFII GAZOWEJ ZE SPEKTROMETRIĄ MAS

1. Zakres stosowania metody

Metodę podaną w niniejszej procedurze stosuje się do oznaczania stężeń furanu w powietrzu na stanowiskach pracy. Metodę stosuje się podczas badania warunków sanitarno-epidemiologicznych.

W przypadku współwystępowania w badanym powietrzu innych związków organicznych należy sprawdzić, czy w warunkach wykonania oznaczenia nie mają one takich samych czasów retencji jak furan.

Najmniejsze stężenie furanu, jakie można oznaczyć w warunkach pobierania próbek powietrza i wykonywania oznaczania opisaną metodą GC-MS, wynosi 0,005 mg/m³ powietrza.

2. Powołania normatywne

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 zatrzymaniu par furanu na węglu aktywnym z orzecha kokosowego, desorpcji roztworem butan-1-olu w toluenie i analizie chromatograficznej tak otrzymanego roztworu.

4. Wytyczne ogólne

4.1. Czystość odczynników

Do analizy, o ile nie zaznaczono inaczej, należy stosować odczynniki i substancje wzorcowe o stopniu czystości co najmniej cz.d.a.

4.2. Dokładność ważenia

Substancje stosowane w analizie należy ważyć z dokładnością do 0,0002 g.

4.3. Postępowanie z substancjami toksycznymi

Wszystkie czynności związane z odważaniem substancji wzorcowych powinny odbywać się z użyciem rękawic gumowych i odzieży ochronnej.

Czynności, podczas których używa się rozpuszczalników organicznych, należy wykonywać pod sprawnie działającym wyciągiem.

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

5. Odczynniki, roztwory i materiały

5.1. Furan

Stosować według punktu 4.

5.2. Toluen

Stosować według punktu 4.

5.3. Butan-1-ol

Stosować według punktu 4.

5.4. Gazy sprężone do chromatografu

Jako gaz nośny stosować hel.

5.5. Roztwór butan-1-olu w toluenie

Do kolby miarowej o pojemności 100 ml dodać 5 ml butan-1-olu wg punktu 5.3. i uzupełnić zawartość kolby do kreski tolueniem wg punktu 5.2.

5.6. Roztwór wzorcowy podstawowy furanu

Kolbę miarową o pojemności 1 ml wypełnić do połowy roztworem butan-1-olu w toluenie wg punktu 5.5., zważyć, następnie dodać około 5 mg furanu (5,3 µl wzorca), ponownie zważyć w celu określenia rzeczywistej ilości wzorca, a następnie roztworem wg punktu 5.5. uzupełnić zawartość kolby do kreski. Obliczyć dokładne stężenie furanu w roztworze.

Roztwór wzorcowy podstawowy przechowywany w zamrażarce, w szczelnie zamkniętej kolbie, zachowuje trwałość przez 14 dni.

5.7. Roztwór wzorcowy pośredni furanu

Kolbę miarową o pojemności 10 ml wypełnić do połowy roztworem wg punktu 5.5., dodać 10 µl roztworu wzorcowego podstawowego wg punktu 5.6., a następnie roztworem wg punktu 5.5. uzupełnić zawartość kolby do kreski. Stężenie tak uzyskanego roztworu wynosi około 5 µg/ml.

5.8. Roztwór do wyznaczania współczynnika desorpcji

Kolbę miarową o pojemności 1 ml wypełnić do połowy roztworem wg punktu 5.5., dodać 10 μ l roztworu wzorcowego podstawowego wg punktu 5.6., a następnie roztworem butan-1-olu w toluenie wg punktu 5.5. uzupełnić zawartość kolby do kreski. Stężenie tak uzyskanego roztworu wynosi około 50 μ g/ml.

5.9. Roztwory wzorcowe robocze furanu

Do dziewięciu kolb miarowych o pojemności 1 ml odmierzyć roztwór wzorcowy pośredni wg punktu 5.7. kolejno w mikrolitrach: 10; 20; 40; 60; 80; 100; 120; 160; 200. Następnie kolby uzupełnić do kreski roztworem wg punktu 5.5., szczelnie zamknąć i wymieszać. Zawartość furanu w 1 ml tak uzyskanych roztworów wynosi odpowiednio w mikrogramach: 0,05; 0,10; 0,20; 0,30; 0,40; 0,50; 0,60; 0,80; 1,0.

Roztwory wg punktu 5.7., 5.8. i 5.9. należy przygotować bezpośrednio przed wykonaniem analizy.

5.10. Węgiel aktywny

Stosować węgiel aktywny z orzecha kokosowego o uziarnieniu 0,5 ÷ 1 mm (np. firmy Merck). Bezpośrednio przed napełnieniem rurek pochłaniających suszyć węgiel przez 3 h w suszarce o temperaturze 160 °C. Dla każdej partii węgla należy każdorazowo wyznaczyć współczynnik desorpcji wg punktu 12.

6. Przyrządy pomiarowe i sprzęt pomocniczy

6.1. Chromatograf gazowy ze spektrometrem mas

Stosować chromatograf gazowy ze spektrometrem mas.

6.2. Kolby

Stosować kolby miarowe o pojemności: 1, 10 i 100 ml.

6.3. Kolumna chromatograficzna

Stosować kolumnę chromatograficzną zapewniającą rozdzielenie furanu od toluenu, butan-1-olu oraz większości innych rozpuszczalników występujących jednocześnie w powietrzu, np. niepolarną kolumnę długości 50 m, średnicy wewnętrznej 0,2 mm i grubości filmu 0,5 μ m.

6.4. Mikrostrzykawki

Stosować mikrostrzykawki szklane do cieczy o pojemności 10 ÷ 1 000 μ l.

6.5. Naczynka

Stosować szczelnie zamykane naczynka o pojemności 1 ml.

6.6. Pompa ssąca

Stosować pompę ssącą z przepływomierzem umożliwiającą pobieranie próbek powietrza ze stałym strumieniem objętości wg punktu 8.

6.7. Rurki pochłaniające

Stosować rurki pochłaniające szklane, długości około 100 mm, o średnicy wewnętrznej 4 mm, z przewężeniem na jednym końcu, zamykane kapturkami z tworzywa sztucznego, np. polietylenu, polichlorku winylu.

7. Przygotowanie rurek pochłaniających

W rurce pochłaniającej wg punktu 6.7. umieścić na przewężeniu, w dłuższej części rurki, przegródkę z pianki poliuretanowej lub włókna szklanego grubości około 2 mm. Wsypać 50 mg węgla wg punktu 5.10., umieścić na nim przegródkę, następnie wsypać 300 mg węgla i ponownie umieścić przegródkę. Natychmiast po napełnieniu zamknąć rurkę zatyczkami. Dopuszcza się stosowanie gotowych rurek pochłaniających, dostępnych w handlu.

8. Pobieranie próbek powietrza

Próbki powietrza należy pobierać wg PN-Z-04008-7. W miejscu pobierania próbki zdjąć zatyczki z rurki pochłaniającej, rurkę umocować w pozycji pionowej i połączyć z pompą ssącą wg punktu 6.6. od strony krótszej warstwy sorbentu. Następnie przepuścić do 10 l badanego powietrza ze strumieniem objętości nie większym niż 5 l/h, po czym rurkę szczelnie zamknąć zatyczkami. Pobrane próbki, przechowywane w zamrażarce, zachowują trwałość do 3 dni.

9. Warunki pracy chromatografu

Optymalne warunki analizy uzyskuje się przy następujących parametrach pracy chromatografu:

Parametry pracy kolumny HP-PONA

a) temperatura programowana

- | | |
|------------------------------------|-----------|
| – czas izotermi początkowej | 1 min |
| – temperatura izotermi początkowej | 50 °C |
| – przyrost temperatury I | 5 °C/min |
| – temperatura izotermi pośredniej | 80 °C |
| – czas izotermi pośredniej | 0 min |
| – przyrost temperatury II | 20 °C/min |
| – izoterma końcowa | 200 °C |
| – czas izotermi końcowej | 2 min. |

b) ciśnienie	
regulowane automatycznie	
w trybie stałego przepływu	21 cm/s
– gaz nośny	hel.
Parametry dozownika typu S/SL	
– objętość dozowanej próbki	1 µl
– temperatura	240 °C
– podział próbki (<i>split</i>)	10: 1
– pojemność dozownika	900 µl.
Parametry detektora MSD	
– temperatura linii transferowej	220 °C
– temperatura źródła jonów	230 °C
– temperatura filtra kwadрупolowego	150 °C
– rodzaj jonizacji	EI
– rejestrowane jony	dotądnie
– tryb pracy	SIM
– rejestrowane masy:	38,0; 39,0; 40,0; 68,0; 70,0 Th
– napięcie powielacza jonów w trybie	„autotune” + 300 V.

10. Sporządzanie krzywej wzorcowej

Do chromatografu wprowadzić po 1 µl roztworów wzorcowych roboczych wg punktu 5.9. Z każdego roztworu wykonać dwukrotny pomiar. Odczytać powierzchnie pików według wskazań integratora i obliczyć średnią arytmetyczną. Różnica między wynikami a wartością średnią nie powinna być większa niż 5% wartości średniej. Następnie wykreślić krzywą wzorcową, odkładając na osi odciętych zawartość furanu w 1 ml roztworów, w miligramach, 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.

11. Wykonanie oznaczania

Po pobraniu próbki powietrza wg rozdziału 8. przesypać oddzielnie każdą warstwę sorbentu z rurki pochłaniającej wg rozdziału 7. do naczynek wg punktu 6.5. Następnie dodać po 1 ml roztworu wg punktu 5.5., naczynka szczelnie zamknąć i przeprowadzić desorpcję w ciągu 30 min, wstrząsając co pewien czas ich zawartością. Następnie pobrać mikrostrzykawką po 1 µl roztworu

znad dłuższej warstwy węgla i badać chromatograficznie w warunkach określonych w rozdziale 10. Z każdego roztworu należy wykonać dwukrotny pomiar. Odczytać z uzyskanych chromatogramów powierzchnie pików furanu według wskazań integratora i obliczyć średnią arytmetyczną. Różnica między wynikami a wartością średnią nie powinna być większa niż 5% tej wartości. W taki sam sposób wykonać oznaczanie zawartości furanu w roztworze znad krótszej warstwy węgla. Zawartość substancji oznaczona w krótszej warstwie węgla nie powinna przekraczać 10% zawartości oznaczonej w dłuższej warstwie węgla. W przeciwnym wypadku wynik należy traktować jako orientacyjny.

12. Wyznaczanie współczynnika desorpcji

Do pięciu naczynek wg punktu 6.5. wsypać po 300 mg węgla wg punktu 5.10., następnie dodać mikrostrzykawką po 10 µl roztworu do wyznaczenia współczynnika desorpcji wg punktu 5.8. Naczynka szczelnie zamknąć i pozostawić do następnego dnia. Po tym czasie wprowadzić do naczynek po 1 ml roztworu wg punktu 5.5. i dalej postępować jak z próbkami badanymi wg rozdziału 11. Przygotować także próbkę kontrolną zawierającą 300 mg węgla i 1 ml roztworu wg punktu 5.5. Jednocześnie wykonać oznaczanie furanu co najmniej w trzech roztworach porównawczych przygotowanych przez dodanie do 1 ml roztworu wg punktu 5.5. po 10 µl roztworu do wyznaczenia współczynnika desorpcji wg punktu 5.8. Tak uzyskane roztwory badać chromatograficznie w warunkach określonych w rozdziale 9.

Współczynnik desorpcji furanu (d) obliczyć według wzoru:

$$d = \frac{(P_a - P_o)}{P_p},$$

w którym:

P_a – średnia powierzchnia pików furanu z chromatogramów roztworu po desorpcji, wg wskazań integratora,

P_o – średnia powierzchnia pików o czasach retencji furanu z chromatogramów roztworu kontrolnego, wg wskazań integratora,

P_p – średnia powierzchnia pików furanu z chromatogramów roztworów porównawczych, wg wskazań integratora.

Następnie obliczyć średnią wartość współczynnika desorpcji furanu (\bar{d}) jako średnią arytmetyczną otrzymanych wartości. Różnice między wynikami a wartością średnią nie powinny być większe niż $\pm 5\%$ tej wartości. Współczynnik desorpcji należy zawsze wyznaczać dla nowej partii węgla.

13. Obliczanie wyniku oznaczania

Stężenie furanu (X) w badanym powietrzu obliczyć w miligramach na metr sześcienny według wzoru:

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

w którym:

- m_1 – zawartość furanu w roztworze znad dłuższej warstwy węgla odczytana z krzywej wzorcowej, w miligramach,
- m_2 – zawartość furanu w roztworze znad krótszej warstwy węgla odczytana z krzywej wzorcowej, w miligramach,
- V – objętość powietrza przepuszczonego przez rurkę pochłaniającą, w metrach sześciennych,
- \bar{d} – średnia wartość współczynnika desorpcji wyznaczona wg punktu 12.

Adres do korespondencji/Contact details:

dr MAŁGORZATA KUCHARSKA
e-mail: malgorzata.kucharska@imp.lodz.pl
Instytut Medycyny Pracy
im. prof. dr. med. Jerzego Nofera
91-348 Łódź, ul. św. Teresy od Dzieciątka Jezus 8
POLAND