

mgr inż. MAŁGORZATA KUCHARSKA
dr WIKTOR WESOŁOWSKI
Instytut Medycyny Pracy
im. prof. dr. med. Jerzego Nofera
90-950 Łódź
ul. św. Teresy 8

Tlenek diazotu

– metoda oznaczania

Numer CAS: 10024-97-2



Słowa kluczowe: tlenek diazotu, podtlenek azotu, analiza powietrza, stanowisko pracy, GC-MSD.

Key words: nitrous oxide, air analysis, workplace, GC-MSD.

Metodę stosuje się do oznaczania stężeń tlenku diazotu w powietrzu na stanowiskach pracy podczas przeprowadzania kontroli warunków sanitarnohigienicznych.

Metoda polega na izolacyjnym pobraniu powietrza do worków z tworzywa sztucznego, typu Tedlar[®] i bezpośredniej chromatograficznej analizie próbki gazowej.

Oznaczalność metody wynosi 18 mg/m³ powietrza.

UWAGI WSTĘPNE

Tlenek diazotu (podtlenek azotu, N₂O) jest bezbarwnym, niepalnym gazem o słodkawym zapachu i smaku, stosowanym głównie do znieczulenia ogólnego w medycynie, stomatologii oraz weterynarii. Tlenek diazotu otrzymywany jest przez termiczny rozkład saletry amonowej (azotan amonu).

Najważniejsze właściwości fizykochemiczne tlenku diazotu:

- | | |
|--------------------------------|--|
| – masa cząsteczkowa | 44,02 |
| – temperatura topnienia | -90,81 °C |
| – temperatura wrzenia | -88,46 °C |
| – temperatura krytyczna | 36,5 °C |
| – ciśnienie krytyczne | 7,26 · 10 ⁴ hPa |
| – prężność par (w temp. 25 °C) | 5,72 · 10 ⁴ hPa |
| – gęstość par (powietrze = 1) | 1,53 |
| – klasyfikacja i oznakowanie: | nie ma w wykazie substancji niebezpiecznych. |

Związek jest stosowany do znieczulenia ogólnego w różnych zabiegach chirurgicznych w medycynie, stomatologii i weterynarii pojedynczo lub w mieszaninie z innymi anestetykami wziewnymi, m.in.: halotanem, izofluranem, sevofluranem i enfluranem. Inne zastosowania tego związku obejmują: spienianie bitej śmietany, utlenianie substancji organicznych (nitrowanie w fazie gazowej powyżej temp. 300 °C) i metali alkalicznych. Związek stanowi również komponent niektórych paliw raketowych (łącznie z disiarczkiem węgla).

Obserwacje personelu medycznego i badania epidemiologiczne wykazały neurotoksyczne, embriotoksyczne, fetotoksyczne i teratogenne działanie tlenu diazotu.

Proponowana w Polsce wartość najwyższego dopuszczalnego stężenia (NDS) tlenu diazotu w powietrzu środowiska pracy wynosi 90 mg/m³; nie ustalono wartości najwyższego dopuszczalnego stężenia chwilowego (NDSCh) tlenu diazotu w powietrzu środowiska pracy.

PROCEDURA ANALITYCZNA

1. Zakres stosowania metody

Metodę stosuje się do oznaczania stężeń tlenu diazotu (podtlenku azotu) w powietrzu na stanowiskach pracy podczas przeprowadzania kontroli warunków sanitarnohigienicznych.

W wypadku współwystępowania w badanym powietrzu innych związków chemicznych należy sprawdzić, czy w warunkach wykonania oznaczania nie mają one takich samych czasów retencji i jonu molekularnego jak tlenek diazotu.

Najmniejsze stężenie tlenu diazotu, jakie można oznaczyć w warunkach pobierania próbek powietrza i wykonywania oznaczania opisanych w metodzie, wynosi 18 mg/m³.

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 izolacyjnym pobraniu powietrza do worków z tworzywa sztucznego, typu Tedlar[®] i bezpośredniej chromatograficznej analizie próbki gazowej.

4. Wytyczne ogólne

4.1. Czystość odczynników

Do analizy 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. Dotyczy to sprawdzania objętości wialek metodą wagową.

5. Odczynniki, roztwory i materiały

5.1. Tlenek diazotu

Stosować wg rozdziału 4.

5.2. Gazy sprężone do chromatografu

Jako gaz nośny stosować azot lub hel, natomiast do detektora stosować wodór i powietrze.

5.3. Bazowa mieszanina wzorcowa tlenu diazotu RWB

Do zakapslowanego lub zakręconego naczynka o pojemności 2 ml dodać strzykawką gazoszczelną 100 μl czystego tlenu diazotu wg punktu 5.1. W ten sposób uzyskuje się bazową mieszaninę wzorcową tlenu diazotu RWB o stężeniu 90 000 mg/m^3 .

5.4. Pomocnicza mieszanina wzorcowa tlenu diazotu RWP1

Do zakapslowanego lub zakręconego naczynka o pojemności 2 ml dodać strzykawką gazoszczelną 200 μl bazowej mieszaniny wzorcowej RWB. W ten sposób uzyskuje się pomocniczą mieszaninę wzorcową RWP1 o stężeniu 9000 mg/m^3 .

5.5. Pomocnicza mieszanina wzorcowa tlenu diazotu RWP2

Do zakapslowanego lub zakręconego naczynka o pojemności 2 ml dodać strzykawką gazoszczelną 20 μl bazowej mieszaniny wzorcowej RWB. W ten sposób uzyskuje się pomocniczą mieszaninę wzorcową RWP2 o stężeniu 900 mg/m^3 .

Mieszaniny wzorcowe należy przygotowywać w wialkach do autosamplera, po uprzednim sprawdzeniu ich dokładnej objętości metodą wagową.

Mieszaniny przygotowane wg punktów: 5.3; 5.4 i 5.5 są trwałe w temperaturze pokojowej do 2 dni, ale wskazane jest przygotowywanie ich bezpośrednio przed wykonaniem analizy.

5.6. Mieszaniny wzorcowe robocze tlenu diazotu

Do siedmiu zakapslowanych lub zakręconych naczynek o pojemności 2 ml odmierzyć kolejno następujące objętości odpowiednich mieszanin wzorcowych: 40 i 80 μl RWP2; 20; 40 i 100 μl RWP1, 20 i 30 μl RWB. Stężenie tlenu diazotu w naczynkach wynosi odpowiednio: 18; 36; 90; 180; 450; 900 i 1350 mg/m^3 .

Mieszaniny przygotowane wg punktu 5.6. są nietrwałe i należy je przygotowywać bezpośrednio przed wykonaniem analizy.

6. Przyrządy pomiarowe i sprzęt pomocniczy

6.1. Chromatograf gazowy z detektorem MSD

Stosować chromatograf gazowy z detektorem masowym, z programem akwizycji danych, sterowaniem parametrami spektrometru i chromatografu, bibliotekami wzorcowych widm masowych oraz komputer.

6.2. Kolumna chromatograficzna

Stosować kolumnę chromatograficzną zapewniającą rozdzielenie tlenu diazotu od ditlenku węgla oraz innych substancji występujących jednocześnie w powietrzu, np. kolumnę adsorpcyjną typu PLOT Fused Silica, $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{KCl}$, długości 50 m, średnicy 0,32 mm i grubości filmu fazy stacjonarnej 5 μm .

6.3. Mikrostrzykawki

Stosować mikrostrzykawki szklane gazoszczelne z igłą, o pojemności, w mikrolitrach: 10; 20; 50; 100 i 200.

6.4. Naczynka

Stosować naczynka kapslowane lub zakręcane, z uszczelkami z gumy silikonowej pokrytej folią teflonową, umożliwiające pobieranie zawartości mikrostrzykawką bez otwierania naczynek.

6.5. Pompa

Stosować pompę ssąco-tłoczącą mającą króciec wylotowy z przepływomierzem umożliwiającą pobieranie powietrza ze stałym strumieniem objętości do 5 l/h lub pompy indywidualne.

6.6. Worki do pobierania próbek

Stosować worki z tworzyw sztucznych, typu Tedlar[®], o objętości odpowiedniej do osiągniętych stosowanej pompy i wymaganego okresu pomiarowego (około 10 ÷ 20 l).

7. Pobieranie próbek powietrza

Podczas pobierania próbki powietrza należy stosować się do wymagań zawartych w normie PN-Z-04008-7-2002/Az1:2004. W miejscu pobierania próbki otworzyć zawór wlotowy worka wg punktu 6.6. i połączyć z pompą wg punktu 6.5. (do króćca wylotowego). Następnie pobrać ilość powietrza odpowiednią do objętości używanego worka i worek zamknąć zaworem odcinającym. Pobrane próbki, przechowywane w temperaturze pokojowej, zachowują wprawdzie trwałość do 2 dni, niemniej jednak zaleca się wykonanie analiz najpóźniej następnego dnia po pobraniu.

8. Warunki pracy chromatografu

Optymalne warunki analizy uzyskuje się przy następujących parametrach pracy chromatografu:

Parametry pracy kolumny firmy Chrompak typu PLOT Fused Silica, Al₂O₃/KCl:

a) temperatura:

- temperatura izotermy początkowej 40 °C
- czas izotermy początkowej 5 min
- szybkość przyrostu temperatury 20 °C/min
- temperatura izotermy końcowej 120 °C
- czas izotermy końcowej 1 min
- czas analizy 10 min,

b) ciśnienie:

- ciśnienie początkowe 75 kPa
- czas izobary początkowej 5 min
- szybkość przyrostu ciśnienia 10 kPa/min
- ciśnienie końcowe 100 kPa/min
- czas izobary końcowej 2,5 min.

Parametry komory nastrzykowej split/splitless:

- objętość próbki gazowej 5 µl
- tryb pracy *split* 1 : 20
- temperatura 20 °C
- pojemność komory nastrzykowej 270 µl.

Parametry detektora MSD:

- temperatura źródła jonów 150 °C
- temperatura *transferlinu* (modułu łączącego chromatograf z detektorem) 150 °C
- tryb pracy SIR
- rejestrowana masa 44 jma.

9. Sporządzanie krzywej wzorcowej

Za pomocą mikrostrzykawki o pojemności 10 µl lub automatycznego dozownika wprowadzić do chromatografu po 5 µl mieszanin wzorcowych roboczych wg punktu 5.6. Wykonać co najmniej dwukrotne oznaczanie danej mieszaniny wzorcowej, odczytać powierzchnię pików

wg 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 zawartość tlenu diazotu wyrażoną w miligramach na metr sześcienny (co odpowiada zawartości w próbce), a na osi rzędnych – odpowiadające im powierzchnie pików wg wskazań integratora.

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 wg rozdziału 7. przepłukać naczynka wg punktu 6.4. pobranym powietrzem. Następnie napełnić naczynko i szybko zakapslować lub zakręcić. Pobrać mikrostrzykawką przez uszczelkę naczynka 5 µl mieszaniny i wstrzyknąć do chromatografu w takich samych warunkach jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej wg rozdziału 9. Pomiar wykonać co najmniej dwukrotnie. Odczytać powierzchnię pików wg wskazań integratora, obliczyć średnią arytmetyczną. Różnica między wynikami pomiarów, a wartością średnią nie powinna być większa niż 5% tej wartości. Zawartość tlenu diazotu w próbce odczytać z wykresu krzywej wzorcowej lub wyliczyć.

11. Obliczanie wyniku oznaczania

Stężenie tlenu diazotu odczytane lub wyliczone z krzywej wzorcowej odpowiada zawartości tlenu diazotu w próbce, wyrażonej w miligramach na metr sześcienny.

INFORMACJE DODATKOWE

Badania wykonano, stosując chromatograf gazowy Perkin Elmer AutoSystem XL z detektorem masowym TurboMass (MSD) wyposażony w kolumnę firmy Chrompak typu PLOT Fused Silica, Al₂O₃/KCl o długość 50 m, średnicy 0,320 mm i grubości filmu fazy stacjonarnej 5 µm.

Na podstawie przeprowadzonych badań otrzymano następujące dane walidacyjne:

- granica oznaczania ilościowego: $X_{ozn} = 12,6 \text{ mg/m}^3$
- współczynnik korelacji, charakteryzujący liniowość krzywej wzorcowej: $r = 0,9997$
- całkowita precyzja badania: $V_c = 7,19$
- niepewność całkowita metody: 14,38%.

MALGORZATA KUCHARSKA, WIKTOR WESOŁOWSKI

Nitrous oxide – determination method

Abstract

This method is based on the collection of air samples in Tedlar® bags and a direct gas chromatographic determination with mass detection (GC-MSD).

The determination limit of the method is 18 mg/m^3 .