

# ОТРАБОТКА УСЛОВИЙ ПРОБООТБОРА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ АКРОЛЕИНА В АТМОСФЕРНОМ ВОЗДУХЕ НА УРОВНЕ РЕФЕРЕНТНОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ



Заверненкова Екатерина Олеговна

научный руководитель:

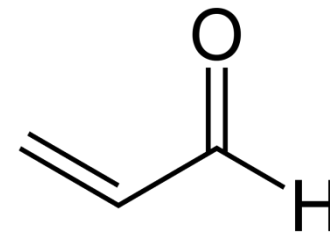
д.б.н. Уланова Татьяна Сергеевна

Федеральное бюджетное учреждение науки  
«Федеральный научный центр медико-  
профилактических технологий управления рисками  
здоровью населения»

г. Пермь, Россия



# Акролеин актуальность



*Акролеин – один из приоритетных загрязнителей окружающей среды*

## ИСТОЧНИКИ ЗАГРЯЗНЕНИЯ АКРОЛЕИНОМ:

- нефтехимическая, электротехническая, лакокрасочная промышленности
- производство стеарина, акриловой кислоты, глицерина
- сжигание органического топлива, выхлопные газы автотранспорта
- нагрев жиров при приготовлении пищи

## В УСЛОВИЯХ ХРОНИЧЕСКОЙ ЭКСПОЗИЦИИ ОКАЗЫВАЕТ:

- общетоксическое
- мутагенное
- раздражающее
- эмбриотоксическое
- аллергенное действие

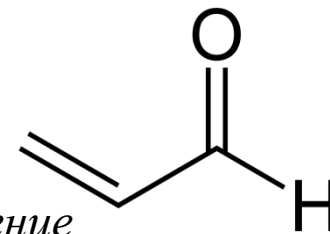
- **ПДК<sub>сс</sub>=0,03 мг/м<sup>3</sup>**;
- **ПДК<sub>мр</sub>=0,03 мг/м<sup>3</sup>**;
- **RfC=0,00002 мг/м<sup>3</sup>** для хронического ингаляционного воздействия;
- **RfC=0,0001 мг/м<sup>3</sup>** для острых ингаляционных воздействий;

# Акролеин

## актуальность

Акролеин –

*Высоко реакционноспособное летучее органическое соединение*



Способы пробоотбора	Примеры
Отбор в жидкие поглотительные среды	дистиллированная вода, этанол, смесь перманганата и йодной кислоты, солянокислый спиртовой раствор тиосемикарбазида
<b>отбор в раствор с дериватизирующим агентом</b>	2,4-динитрофенилгидразин, мета-аминофенол, о-(2,3,4,5,6-пентафторбензил) гидроксилламин;
отбор на твердые сорбенты	силикагель, активированный уголь, диатомит, тенакс ТА, порапак N, цеолит 13X



потери акролеина при хранение проб;  
невысокая степень обогащения пробы;



**селективность; высокая чувствительность реакции; стабильность при хранении;**

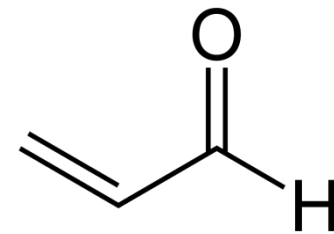


сложность выбора эффективного способа десорбции; проблема накопление паров воды; проскок акролеина; потери акролеина при хранении отобранных проб

**ЦЕЛЬ ИССЛЕДОВАНИЯ** – отработка способа пробоотбора путем дериватизации определяемого соединения на стадии отбора пробы в рамках разработки методики определения акролеина в атмосферном воздухе на уровне референтной концентрации (RfC).



# Акролеин пробоотбор



## Состав реакционной смеси:

мета-аминофенол ( $C=0,023$  моль/дм<sup>3</sup>) - 3 см<sup>3</sup>

гидроксиламина

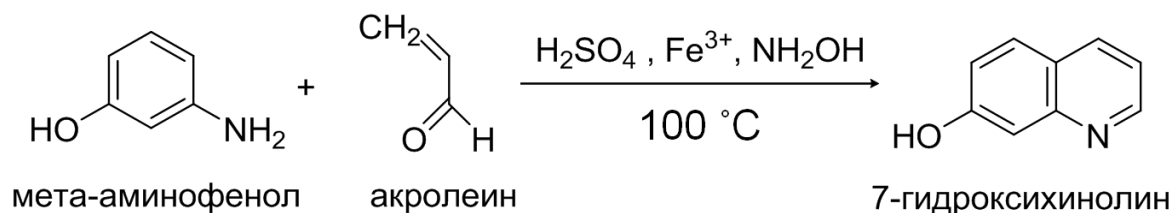
гидрохлорид ( $C=0,086$  моль/дм<sup>3</sup>) - 1,5 см<sup>3</sup>

Сульфат железа (III) ( $C=5,6$  мг/см<sup>3</sup>) - 0,3 см<sup>3</sup>

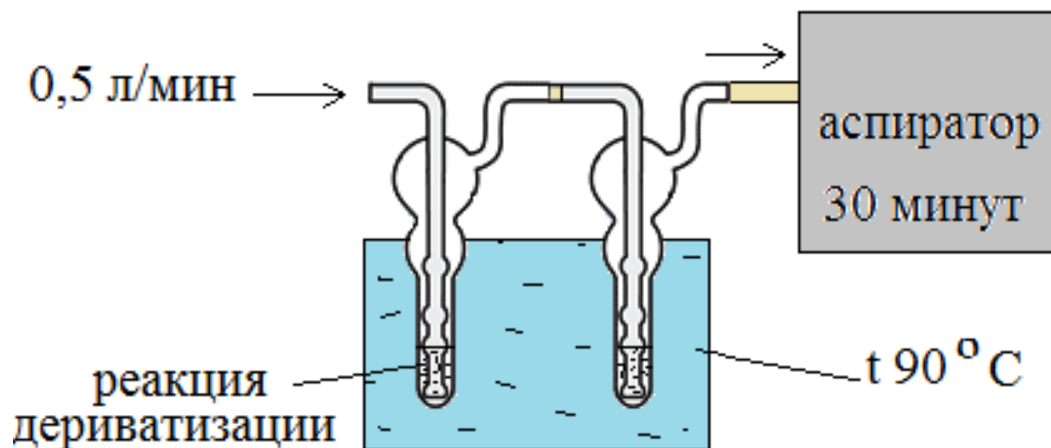
Серная кислота (16 %) - 0,3 см<sup>3</sup>

Дистиллированная вода - 0,9 см<sup>3</sup>

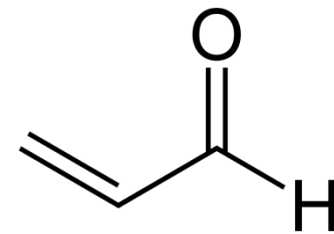
Реакция дериватизации акролеина в процессе пробоотбора:



аспирация



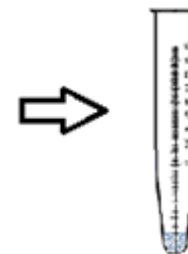
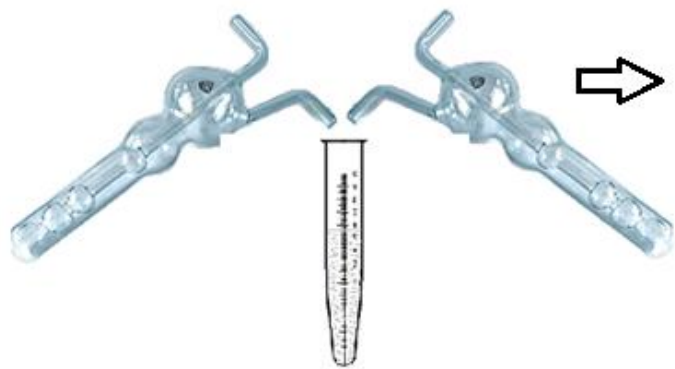
# Акролеин пробоподготовка



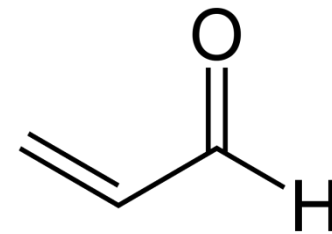
упаривание поглотительного раствора с отобранной пробой в вакуумном концентраторе при температуре 40 °С

концентрирование

**повышение  
чувствительности  
анализа в 24 раза**



# Акролеин анализ проб

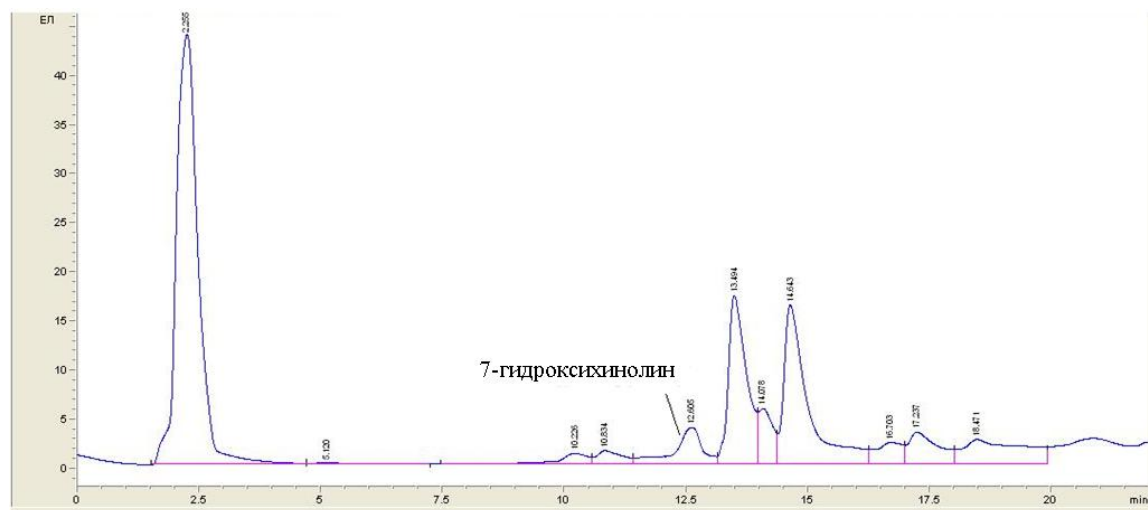


Идентификация устойчивого производного акролеина, образованного в процессе пробоотбора методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ):

## Оптимальные условия анализа 7-гидроксихинолина методом ВЭЖХ:

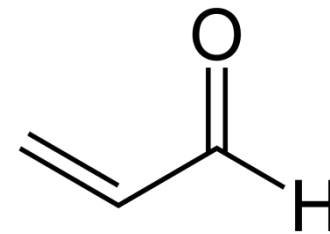
колонка с обращенной фазой; элюент: фосфорная кислота (рН=2,69), ацетонитрил/метанол (3:1)

скорость потока : 0,2 см<sup>3</sup>/мин; температура колонки: 27°С  
Флуориметрический детектор: λэм=501нм, λвозб=243нм



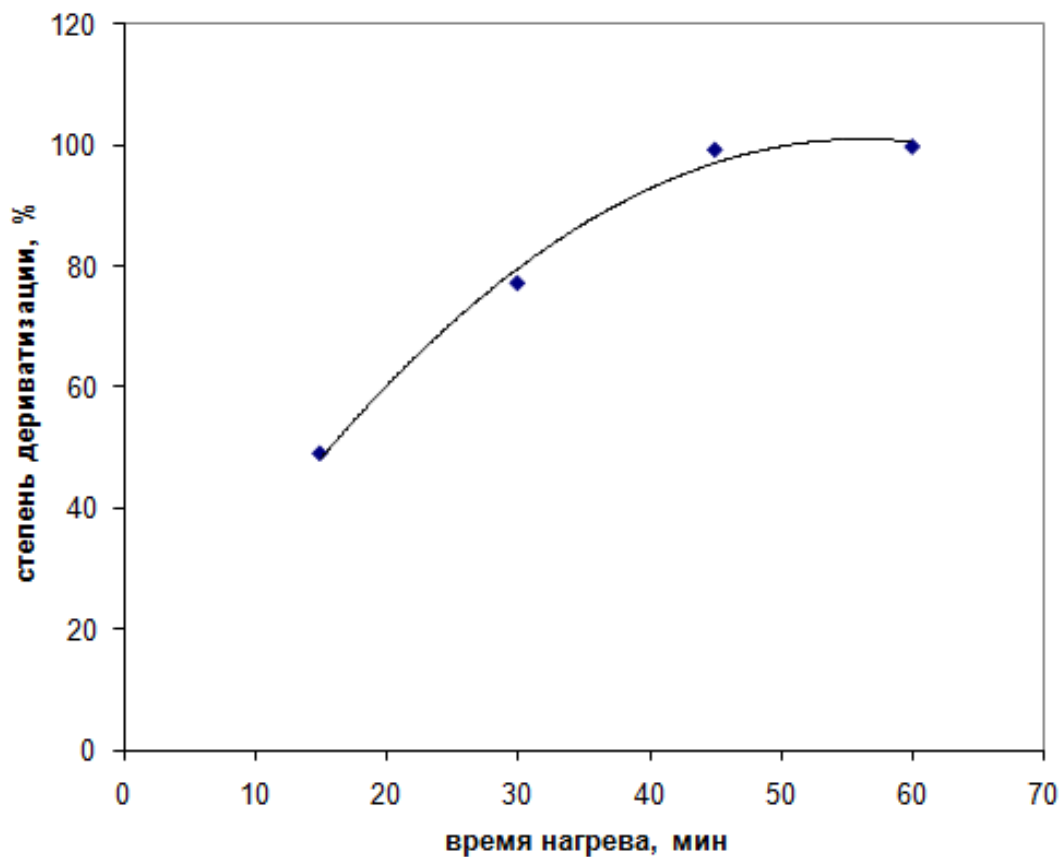
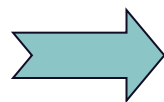
# Акролеин

## зависимость степени дериватизации от времени нагрева реакционной смеси



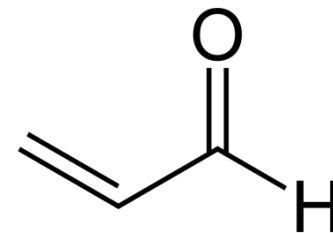
С целью определения оптимального времени нагрева реакционной смеси в процессе пробоотбора строили графическую зависимость степени дериватизации акролеина от времени нагрева:

Время нагрева, мин	Степень дериватизации, %
15	49,2
30	77,3
45	99,3
60	99,8



# Акролеин

## ВЫВОДЫ



Экспериментальным путем подобраны оптимальные условия проведения реакции дериватизации в процессе пробоотбора:

- ▶ Оптимальное количественное соотношение реактивов мета-аминофенола, гидроксилamina солянокислого, серной кислоты и катализатора  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$  в поглотительном растворе (10:5:1:1) обеспечивает образование деривата (7-гидроксихинолина) с выходом 85 %;
- ▶ В качестве оптимального был выбран 45-минутный нагрев реакционной смеси в процессе пробоотбора;
- ▶ проведение реакции дериватизации при температуре 92 °С в момент отбора проб со скоростью 0,5 л/мин позволяет повысить чувствительность в 70 раз;
- ▶ Использование вышеизложенных методических приемов позволяет достигнуть необходимой чувствительности методики для определения акролеина в атмосферном воздухе на уровне референтной концентрации;

Полученные результаты использованы для разработки методики определения акролеина в атмосферном воздухе на уровне референтной концентрации.





**Спасибо за внимание!**

