



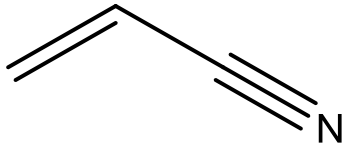
Термодесорбционное определения массовых концентраций нитрила акриловой кислоты, метилакрилата и метилметакрилата в воздухе рабочей зоны

Научная сессия БГМУ, 30 января 2025 г

Авторы: Лебединская К.С., Крымская Т.П.,
Чеботкова Д.В., Гук Д.Л

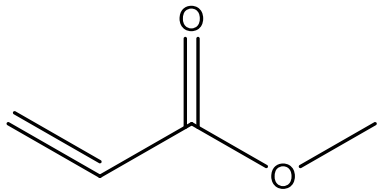
Секция Гигиенические науки и радиационная медицина

НАК, МА и ММА являются производными акриловой кислоты, содержат винильную группу и находят широкое применение в производстве полимеров в качестве исходного сырья



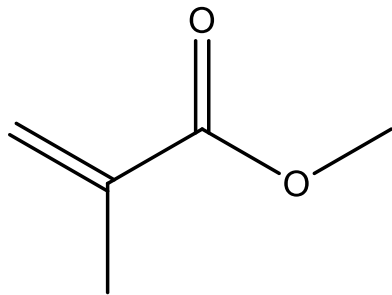
Нитрил акриловой кислоты (НАК)

2-ой класс опасности. Обладает общетоксическим действием, вызывая тканевую гипоксию, раздражая кожу и слизистые оболочки



Метилакрилат (МА)

4-ий класс опасности. Поражает ЦНС, дыхательную систему, ЖКТ, печень, почки, органы зрения



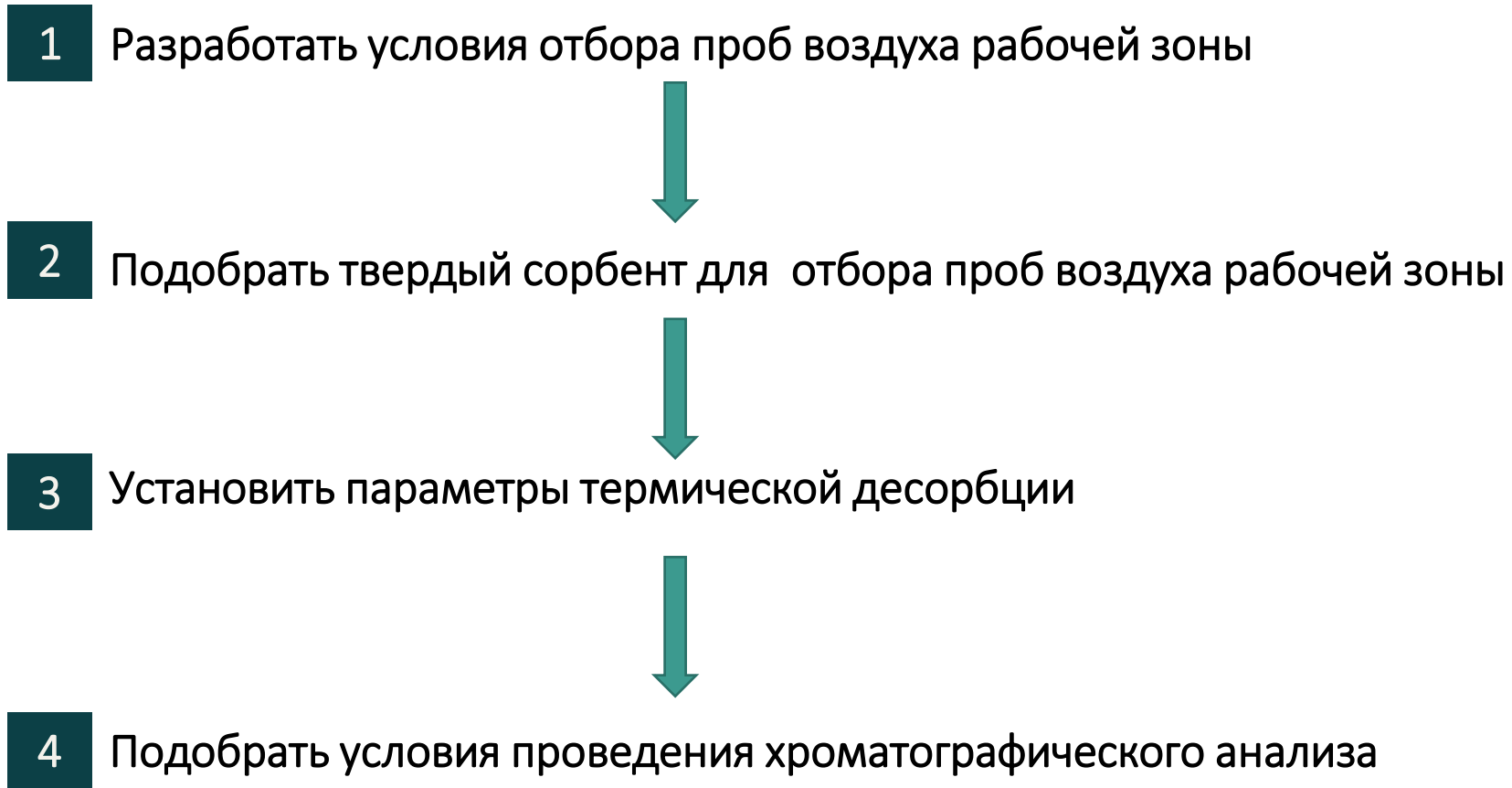
Метилметакрилат (ММА)

3-ий класс опасности. Нарушает функцию сердечно-сосудистой системы и ЦНС, обладает наркотическим действием



Цель: подобрать параметры одновременного концентрирования на твердый сорбент и термической десорбции для количественного определения НАК, МА и ММА в воздухе рабочей зоны.

Задачи

- 1 Разработать условия отбора проб воздуха рабочей зоны
 - 2 Подобрать твердый сорбент для отбора проб воздуха рабочей зоны
 - 3 Установить параметры термической десорбции
 - 4 Подобрать условия проведения хроматографического анализа
- 
- ```
graph TD; A[1 Разработать условия отбора проб воздуха рабочей зоны] --> B[2 Подобрать твердый сорбент для отбора проб воздуха рабочей зоны]; B --> C[3 Установить параметры термической десорбции]; C --> D[4 Подобрать условия проведения хроматографического анализа];
```



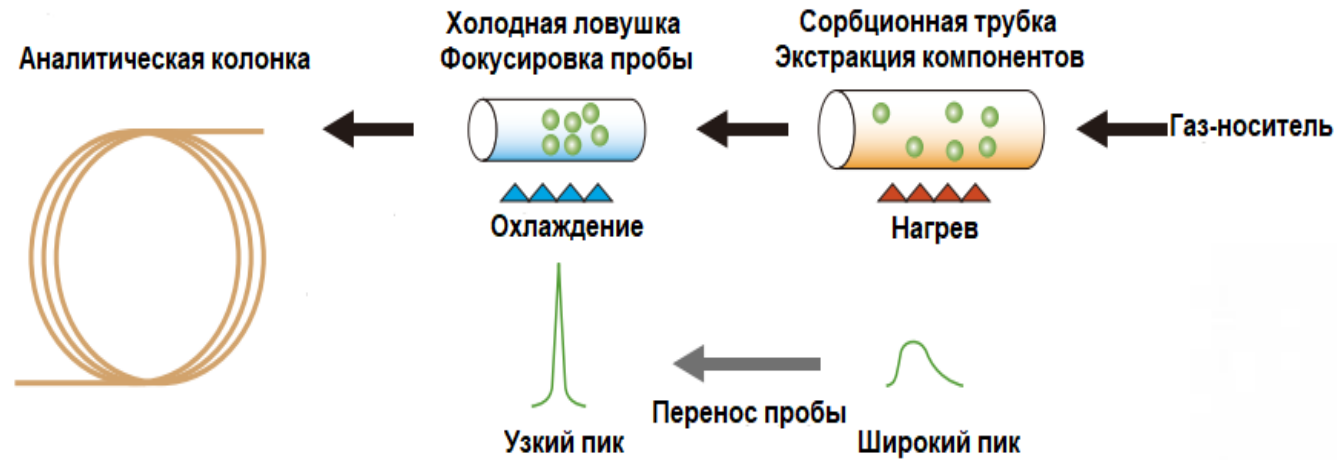
Аспиратор  
«Хроматэк ПВ-2»



## Условия отбора проб воздуха рабочей зоны

| Массовая концентрация<br>НАК, МА и ММА, мг/м <sup>3</sup> | Время отбора<br>пробы, мин | Объемный<br>расход при<br>отборе пробы,<br>см <sup>3</sup> /мин | Отобранный<br>объем воздуха,<br>дм <sup>3</sup> |
|-----------------------------------------------------------|----------------------------|-----------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------|
| От 0,1 до 10,0 вкл.                                       | 20                         | 100                                                             | 2,0                                             |
| Свыше 10,0 до 40,0 вкл.                                   | 10                         | 100                                                             | 1,0                                             |

# Процесс двухстадийной термической десорбции



## Факторы, которые необходимо учитывать при подборе твердого сорбента

- Прочность взаимодействия с сорбатом;
- Наличие артефактов (примесей);
- Гидрофобность;
- Инертность;
- Термическая стабильность;
- Механическая прочность.



Термодесорбер  
«Хроматэк TDA»

# Условия термодесорбции

| Условие                                   | Значение                |
|-------------------------------------------|-------------------------|
| Продувочный газ                           | Азот                    |
| Температура крана                         | 160 °С                  |
| Температура переходной линии              | 180 °С                  |
| Условия проведения подготовки:            |                         |
| Объемный расход газа – носителя           | 10 см <sup>3</sup> /мин |
| Температура ловушки (нижняя)              | минус 10 °С             |
| Условия проведения продувки:              |                         |
| Температура продувки                      | 40 °С                   |
| Объемный расход продувочного газа         | 30 см <sup>3</sup> /мин |
| Время продувки                            | 1 мин                   |
| Условия проведения десорбции:             |                         |
| Температура десорбции                     | 250 °С                  |
| Объемный расход продувочного газа         | 20 см <sup>3</sup> /мин |
| Время десорбции                           | 8 мин                   |
| Условия проведения анализа:               |                         |
| Температура ловушки (верхняя)             | 300 °С                  |
| Скорость нагрева                          | 500 °С/мин              |
| Время нагрева                             | 2 мин                   |
| Условия проведения очистки:               |                         |
| Температура трубки                        | 300 °С                  |
| Объемный расход продувочного газа (азота) | 50 см <sup>3</sup> /мин |
| Время очистки                             | 10 мин                  |

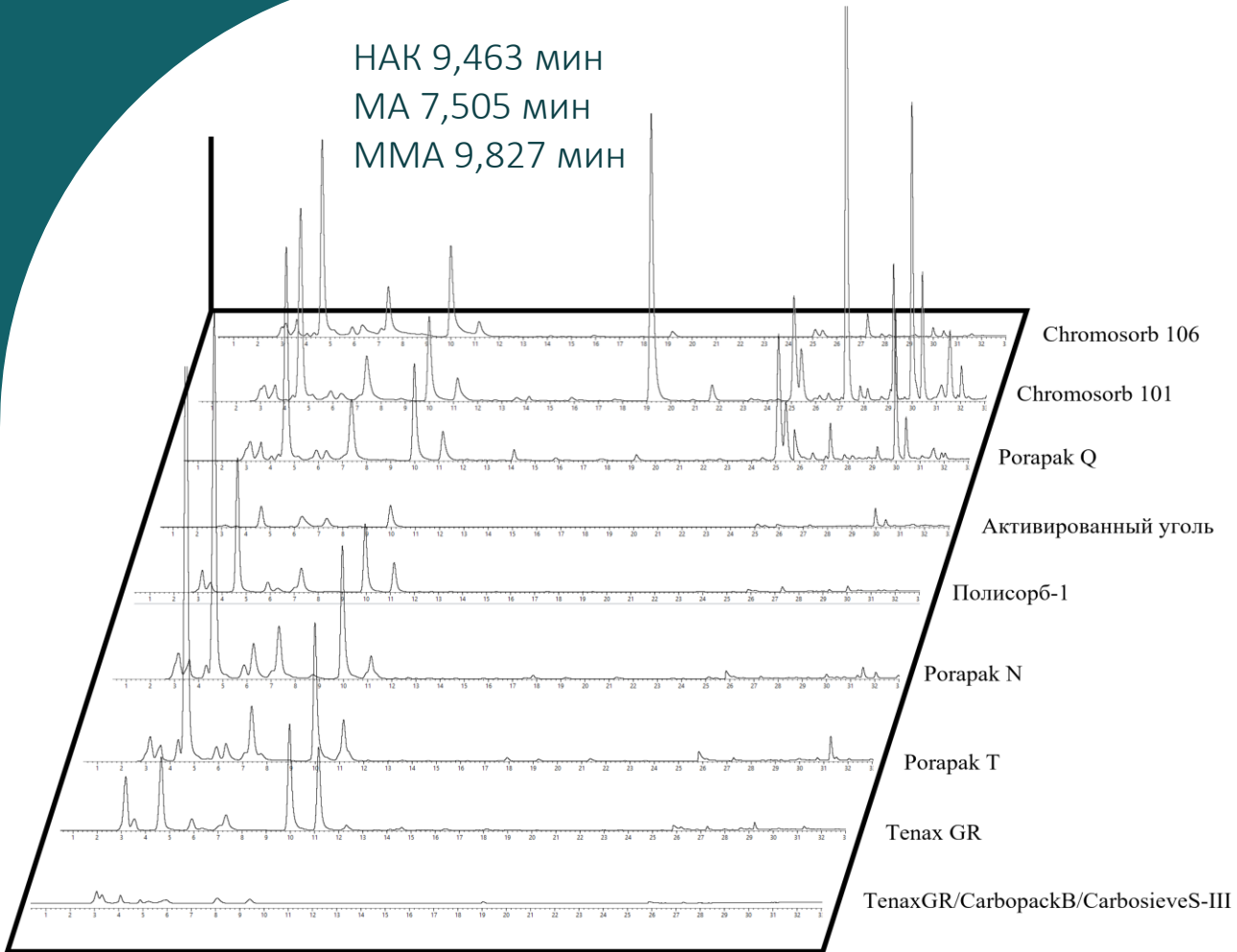
Хроматэк Кристалл 5000 с автоматическим термодесорбером TDA



# Условия хроматографирования

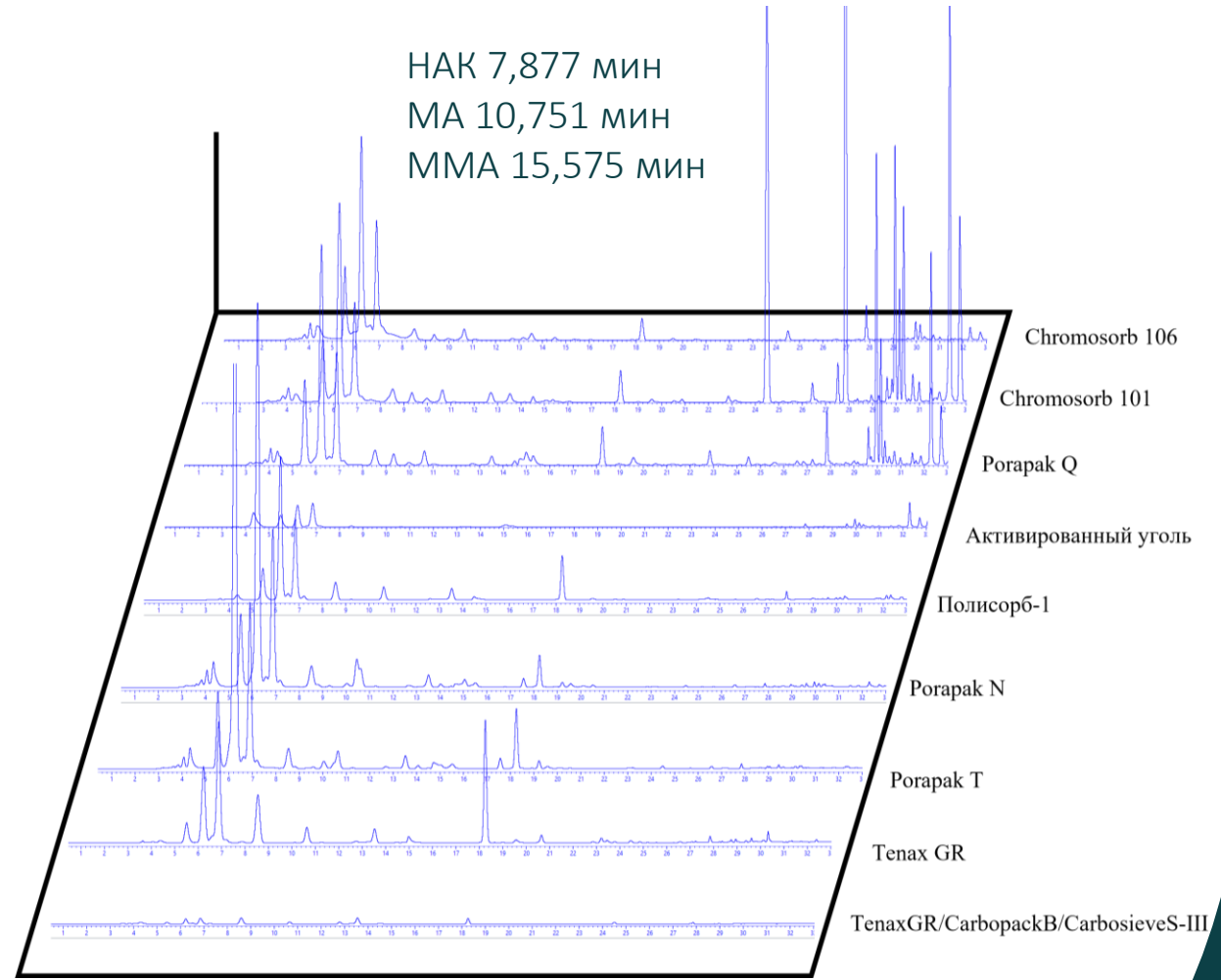
| Условие                                           | Значение                                                               |                |            |
|---------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------|----------------|------------|
| Газ-носитель, продувочный газ                     | Азот                                                                   |                |            |
| Температура детектора (ПИД)                       | 250 °С                                                                 |                |            |
| Температура испарителя                            | 220 °С                                                                 |                |            |
| Режим ввода пробы                                 | Без деления, с экономией газа                                          |                |            |
| Сброс газа-носителя с испарителя                  | Скорость, мл/мин                                                       | Расход, мл/мин | Время, мин |
|                                                   | -                                                                      | 0              | 3          |
|                                                   | 0                                                                      | 30             | 3          |
|                                                   | 200                                                                    | 10             | 0          |
| Давление на входе в колонку                       | 52,694 кПа                                                             |                |            |
| Температурная программа термостата колонок        | 45 °С (7 мин); 5 °С/мин до 135 °С (0 мин); 20 °С/мин до 220 °С (7 мин) |                |            |
| Объемный расход газа-носителя на поддув детектора | 50 см <sup>3</sup> /мин                                                |                |            |
| Объемный расход водорода                          | 50 см <sup>3</sup> /мин                                                |                |            |
| Объемный расход воздуха                           | 500 см <sup>3</sup> /мин                                               |                |            |
| Общее время анализа                               | 36,25 мин                                                              |                |            |

НАК 9,463 мин  
МА 7,505 мин  
ММА 9,827 мин



Фон газыделений из различных сорбентов на колонке ZB-Wax

НАК 7,877 мин  
МА 10,751 мин  
ММА 15,575 мин



Фон газыделений из различных сорбентов на колонке DB-624

Диаграмма площадей пиков НАК

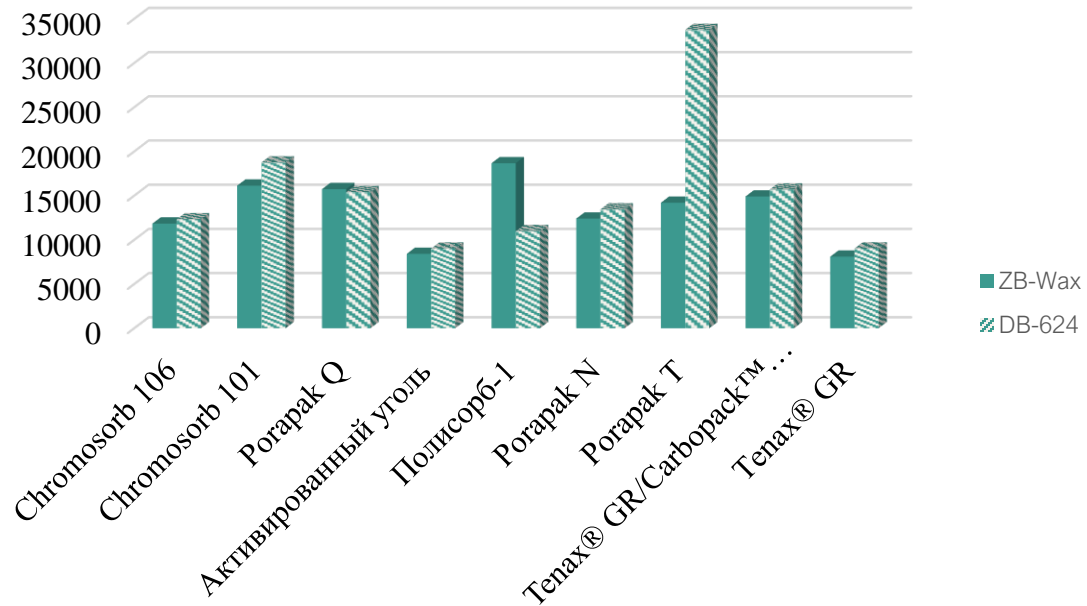


Диаграмма площадей пиков МА

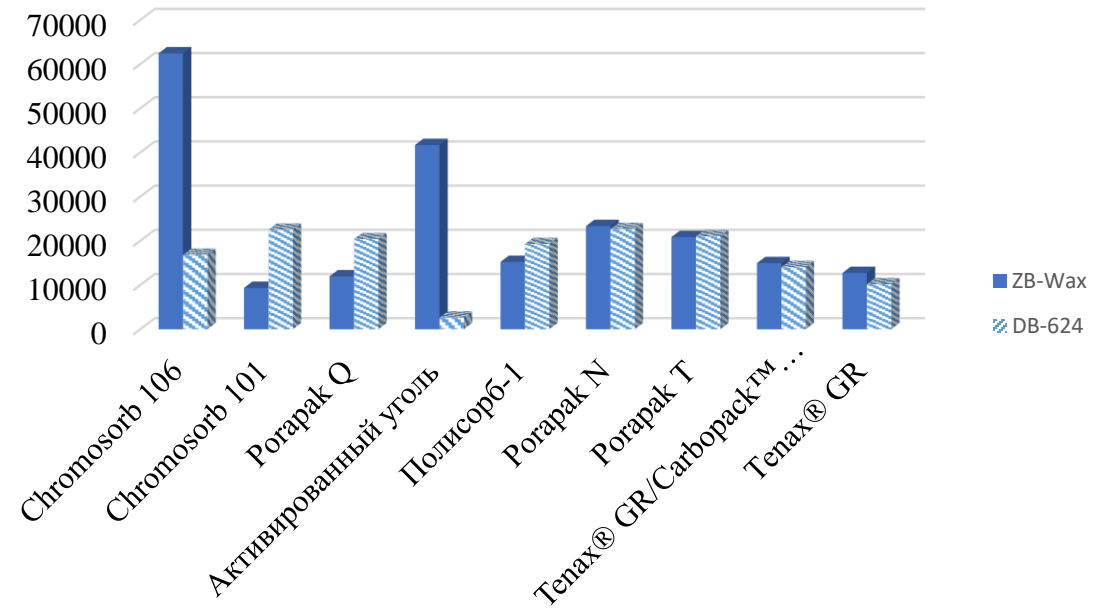
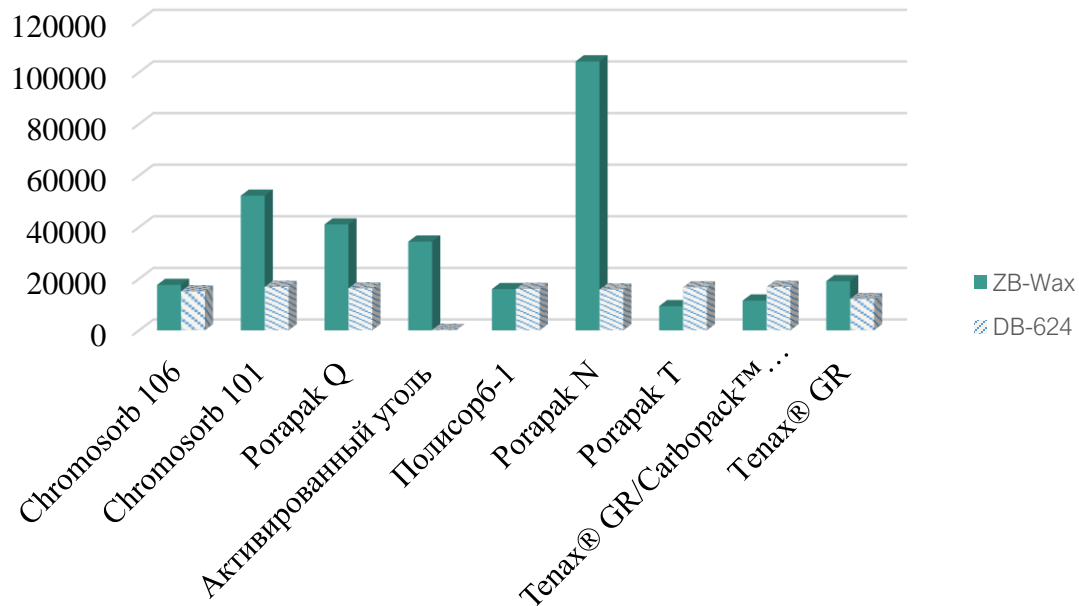


Диаграмма площадей пиков ММА



Разница в величине площади пика на двух колонках не должна превышать 10 %

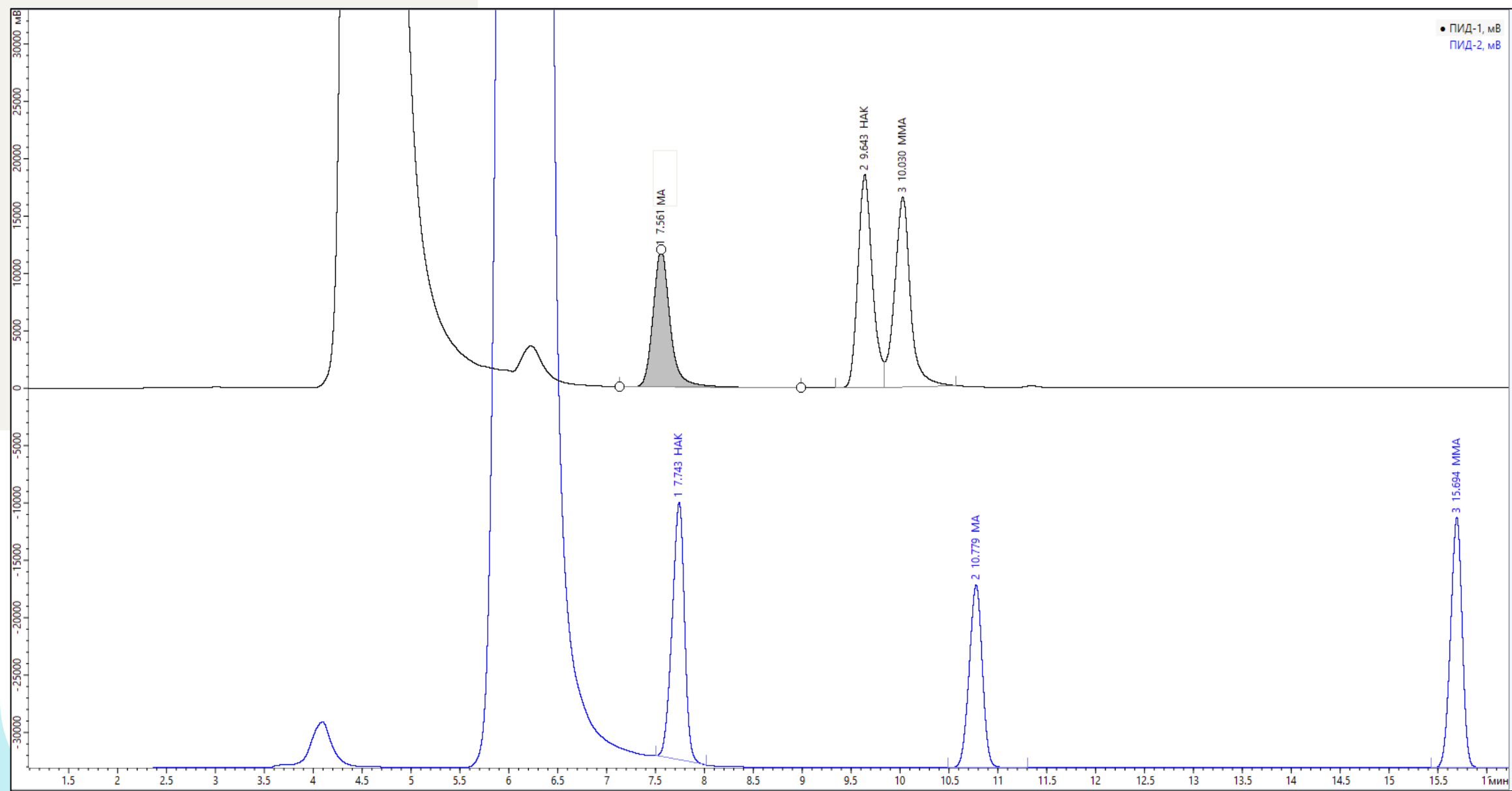
# Комбинированный сорбент на основе Tenax GR/Carborack B/Carbosieve S-III

Данные хроматограмм стандартного раствора НАК, МА и ММА в концентрации 1 мг/см<sup>3</sup>, полученных при эксперименте на эффективность десорбции

| Вещество | ZB-Wax    | DB-624    | ZB-Wax    | DB-624    | Эффективность десорбции, % |             |
|----------|-----------|-----------|-----------|-----------|----------------------------|-------------|
|          | S, мВ·мин | S, мВ·мин | S, мВ·мин | S, мВ·мин | ZB-Wax                     | DB-624      |
| НАК      | 19139     | 15692     | 22494     | 23208     | 85,08491                   | 67,61461565 |
| МА       | 14951     | 14060     | 18851     | 16392     | 79,31144                   | 85,77354807 |
| ММА      | 16491     | 16835     | 19460     | 19118     | 84,74306                   | 88,05837431 |

Данные хроматограмм стандартного раствора НАК, МА и ММА в концентрации 10 мг/см<sup>3</sup>, полученных при эксперименте на эффективность десорбции

| Вещество | ZB-Wax    | DB-624    | ZB-Wax    | DB-624    | Эффективность десорбции, % |             |
|----------|-----------|-----------|-----------|-----------|----------------------------|-------------|
|          | S, мВ·мин | S, мВ·мин | S, мВ·мин | S, мВ·мин | ZB-Wax                     | DB-624      |
| НАК      | 171326    | 166424    | 237689    | 235191    | 72,0799                    | 70,7612111  |
| МА       | 161818    | 126201    | 165462    | 167122    | 97,79768                   | 75,51429495 |
| ММА      | 218527    | 155691    | 236043    | 202106    | 92,57932                   | 77,03432852 |



Хроматограмма стандартного раствора НАК, МА и ММА с концентрацией веществ 10 мкг/мм<sup>3</sup>, нанесенного на трубку с комбинированным сорбентом



# Спасибо за внимание!

*220012, г. Минск  
ул. Академическая, 8  
Тел. 375 (17)284-13-70  
факс: 375 (17) 284-03-45  
E-mail: [rspch@rspch.by](mailto:rspch@rspch.by)*