ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ
(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(19) **BY** (11) **23806**
(13) **C1**
(46) **2022.08.30**
(51) МПК
G 01N 30/02 (2006.01)

(54) СПОСОБ КОЛИЧЕСТВЕННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕТАЛЬДЕГИДА В АТМОСФЕРНОМ ВОЗДУХЕ МЕТОДОМ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

(21) Номер заявки: a 20200132
(22) 2020.05.04
(43) 2021.12.30
(71) Заявитель: Республиканское унитарное предприятие "Научно-практический центр гигиены" (BY)
(72) Авторы: Ивашкевич Людмила Станиславовна; Шилова Наталья Александровна (BY)
(73) Патентообладатель: Республиканское унитарное предприятие "Научно-практический центр гигиены" (BY)

(56) PLONKA M. et al. Determination of Metaldehyde in Different Commercial Pesticide Formulations Using Green Analytical Procedure and Gas Chromatography Flame Ionization Detection. Acta Chromatographica, 2019, v. 31, is. 4, p. 286-290. Найдено на [https://akjournals.com/view/journals/1326/31/4/article-p286.xml].
Измерение концентраций химических веществ в атмосферном воздухе населенных мест. Сборник методических указаний МУК 4.1.2283-07; 4.1.2291-07; 4.1.2333-08; 4.1.2345-08. Москва, Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2008, с. 6-16.
Измерение концентраций флутриафола в атмосферном воздухе населенных мест методом капиллярной газожидкостной хроматографии. Методические указания МУК 4.1.2408-08. Москва, Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009, с. 3-11.
PAOLO M. et al. Determination of Metaldehyde in Workroom Air. Bull. Environ. Contam. Toxicol., 1983, № 30, p. 479-484.

(57)
Способ количественного определения метальдегида в атмосферном воздухе, заключающийся в том, что воздух со скоростью 20 дм^3/мин в течение 15 мин пропускают через бумажный фильтр "синяя лента", фильтр трижды обрабатывают ацетоном при встряхивании каждый раз в течение 15 мин, из объединенного ацетонового экстракта отгоняют растворитель до объема 0,1-0,2 см^3 при температуре не выше 30 °C, остаток растворителя удаляют в токе воздуха, сухой остаток растворяют в 1,0 см^3 ацетона и анализируют на га-

BY 23806 C1 2022.08.30

зовом хроматографе "Agilent" с пламенно-ионизационным детектором, оснащенном капиллярной колонкой DB-5 длиной 30 м, диаметром 0,32 мм и зернением 0,25 мкм, в течение 1 мин при начальной температуре термостата колонки 70 °С с дальнейшим подъемом температуры со скоростью 50 °С/мин до 190 °С, при которой выдерживают в течение 1 мин, и последующим подъемом температуры со скоростью 30 °С/мин до 300 °С, при которой выдерживают в течение 1 мин, в качестве газа-носителя используют гелий, подаваемый со скоростью 4,0 см^3/мин, объем вводимой пробы составляет 2 мм^3, после чего осуществляют количественное определение метальдегида методом абсолютной градуировки.

Изобретение относится к аналитической химии и медицинской экологии, а именно к способу количественного определения метальдегида в атмосферном воздухе.

Метальдегид является одним из широко используемых пестицидов, используемых в качестве моллюскоцида для борьбы со слизнями на посевах овощных, плодовых, цветочных культур, ягодниках, виноградной лозе. Ориентировочно безопасный уровень воздействия метальдегида в атмосферном воздухе населенных мест составляет 0,003 мг/м^3.

Известен способ определения метальдегида в атмосферном воздухе [1], заключающийся в отборе проб воздуха на бумажные фильтры, экстракции его с фильтром эфиром, упаривании экстракта и определении метальдегида в остатке после упаривания методом тонкослойной хроматографии. Недостатком метода является его очень низкая чувствительность - 0,2 мг/м^3.

Известен способ определения метальдегида в атмосферном воздухе [2], основанный на отборе проб воздуха на бумажные фильтры "синяя лента", экстракции метальдегида с фильтров смесью гексан: диэтиловый эфир (1:1 по объему), деполимеризации метальдегида соляной кислотой до ацетальдегида, получении по реакции с 2,4-динитрофенилгидразином производного, выделившегося из ацетальдегида - 2,4-динитрофенилгидразон ацетальдегида, и измерении концентрации полученного производного методом газовой хроматографии с термоионным детектированием. Указанный способ является прототипом по отношению к заявляемому.

Общими признаками для заявляемого способа и прототипа являются: отбор проб на бумажные фильтры "синяя лента", извлечение метальдегида органическим растворителем и детекция его методом газовой хроматографии.

Однако указанный способ-прототип обладает следующим недостатком. Он включает стадию дериватизации образца, что усложняет анализ, увеличивает его длительность и погрешность.

Задачей заявляемого способа является сокращение времени проведения анализа и повышение точности результатов. Поставленная задача решается следующим способом.

Предложен способ количественного определения метальдегида в атмосферном воздухе, заключающийся в том, что воздух со скоростью 20 дм^3/мин в течение 15 мин пропускают через бумажный фильтр "синяя лента", фильтр трижды обрабатывают ацетоном при встряхивании каждый раз в течение 15 мин, из объединенного ацетонового экстракта отгоняют растворитель до объема 0,1-0,2 см^3 при температуре не выше 30 °С, остаток растворителя удаляют в токе воздуха, сухой остаток растворяют в 1,0 см^3 ацетона и анализируют на газовом хроматографе "Agilent" с пламенно-ионизационным детектором, оснащенном капиллярной колонкой DB-5 длиной 30 м, диаметром 0,32 мм и зернением 0,25 мкм, в течение 1 мин при начальной температуре термостата колонки 70 °С с дальнейшим подъемом температуры со скоростью 50 °С/мин до 190 °С, при которой выдерживают в течение 1 мин, и последующим подъемом температуры со скоростью 30 °С/мин до 300 °С, при которой выдерживают в течение 1 мин, в качестве газа-носителя используют гелий, подаваемый со скоростью 4,0 см^3/мин, объем вводимой пробы составляет 2 мм^3,

после чего осуществляют количественное определение метальдегида методом абсолютной градуировки.

Пример.

Определение метальдегида в атмосферном воздухе.

Отбор проб воздуха проводят следующим образом. Воздух со скоростью 20 $дм^3$/мин в течение 15,0 мин пропускают через бумажный фильтр "синяя лента", помещенный в фильтродержатель, используя аспиратор ПУ-4Э.

Бумажный фильтр с отобранным образцом переносят в завинчивающиеся флаконы и заливают 10 $см^3$ ацетона. Встряхивают 15 мин. Экстракцию повторяют трижды. Объединенные ацетоновые экстракты сливают в колбу для отгонки растворителя. Отгоняют растворитель до объема 0,1-0,2 $см^3$ при температуре водяной бани не выше 30 °С. Остаток растворителя удаляют в токе воздуха. Сухой остаток растворяют в 1,0 $см^3$ ацетона и анализируют на газовом хроматографе "Agilent" с пламенно-ионизационным детектором при следующих условиях хроматографирования:

капиллярная колонка DB-5 длиной 30 м, диаметром 0,32 мм, зернением 0,25 мкм;

начальная температура термостата колонки - 70 °С (1,0 мин), затем подъем температуры со скоростью 50 °С/мин до 190 °С (1,0 мин), подъем температуры со скоростью 30 °С/мин до 300 °С (1,0 мин);

температура детектора - 290 °С;

температура испарителя - 160 °С;

скорость газа-носителя (гелия) - 4,0 $см^3$/мин;

скорость подачи воздуха - 300 $см^3$/мин;

скорость подачи водорода - 30 $см^3$/мин;

скорость поддувочного газа (гелия) - 20 $см^3$/мин;

объем вводимой пробы - 2 мм;

режим ввода пробы - без деления потока;

линейный диапазон детектирования - 1,0-20,0 нг;

ориентировочное время удерживания метальдегида - 2,6 мин.

Определение метальдегида проводят с использованием градуировочного графика, используют градуировочные растворы с концентрациями от 0,5 до 10,0 мкг/$см^3$.

Каждый раствор хроматографируют не менее 2 раз. Содержание метальдегида в пробе воздуха рассчитывают по формуле:

$$X = C \times V / V_t,$$

где С - концентрация метальдегида в хроматографируемом растворе, найденная по градуировочному графику в соответствии с величиной площади хроматографического пика, мкг/$см^3$;

V - объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, $см^3$;

V_t - объем пробы воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Чувствительность при отборе 300 $дм^3$ воздуха составляет 0,0017 мг/м.

Погрешность при проведении анализа по предлагаемому способу составляет 15,9 %. Погрешность прототипа - 25 %. Длительность проведения анализа по предлагаемому способу составляет 5 ч, с использованием прототипа - 8 ч.

Таким образом, предлагаемый способ отличается более низким временем проведения анализа, высокой чувствительностью, более низкой погрешностью.

Источники информации:

1. Методические указания на определение метальдегида в воздухе с помощью тонкослойной хроматографии. Найдено на [http://www.alppp.ru/law/trud-i-zanjatost-naselenija/trud/146/metodicheskie-ukazanija-na-opredelenie-metaldegida-v-vozduhe-s-pomoschyu-tonkoslojnoj-hrom.pdf].

2. Методические указания МУК 4.1.2283-07. Измерение концентраций метальдегида в атмосферном воздухе населенных мест методом газожидкостной хроматографии. Москва: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2008, 13 с. (прототип).

Национальный центр интеллектуальной собственности.
220034, г. Минск, ул. Козлова, 20.