



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) **UA**

(11) **96200**

(13) **U**

(51) МПК

A61L 101/02 (2006.01)

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: **u 2014 07038**

(22) Дата подання заявки: **23.06.2014**

(24) Дата, з якої є чинними
права на корисну
модель: **26.01.2015**

(46) Публікація відомостей **26.01.2015, Бюл.№ 2**
про видачу патенту:

(72) Винахідник(и):

**Тарасюк Олександра Олександрівна
(UA),
Андрейко Олена Юріївна (UA),
Мисак Леся Михайлівна (UA),
Бідниченко Юрій Іванович (UA)**

(73) Власник(и):

**ДЕРЖАВНА УСТАНОВА "ЛЬВІВСЬКИЙ
НАУКОВО-ДОСЛІДНИЙ ІНСТИТУТ
ЕПІДЕМІОЛОГІЇ ТА ГІГІЄНИ
МІНІСТЕРСТВА ОХОРОНИ ЗДОРОВ'Я
УКРАЇНИ",
вул. Зелена, 12, м. Львів, 79005 (UA)**

(54) СПОСІБ ГАЗОХРОМАТИЧНОГО ВИЗНАЧЕННЯ СУМІШІ ЛЕТКИХ КОМПОНЕНТІВ (МОНОМЕРІВ) ФЕНОЛФОРМАЛЬДЕГІДНОЇ СМОЛИ

(57) Реферат:

Спосіб одночасного визначення суміші летких органічних компонентів (мономерів) фенолформальдегідної смоли (фенолу, формальдегіду, метанолу, ацетальдегіду), які виділяють в повітря, методом газорідинної хроматографії. У даному способі проводять концентрування та відбір проб повітря протягом 30 хвилин зі швидкістю 5 дм³/хв у два послідовно з'єднані поглиначі з пористою скляною пластинкою (що заповнені по 5 см³ пропанолу), а також використанням однієї колонки та одного детектора, що значно спрощує проведення досліджень.

UA 96200 U

Корисна модель належить до галузі санітарно-хімічного дослідження виробів із застосуванням фенолформальдегідної смоли при гігієнічній експертизі будівельних матеріалів, меблів, а також повітря житлових приміщень та робочої зони.

При санітарно-хімічних дослідженнях фенолформальдегідних смол, а саме для визначення формальдегіду і фенолу традиційно використовують методи газової тонкошарової хроматографії та фотометричні. Найбільш чутливими та точними з них є хроматографічні методи. За новими Державними санітарними нормами та правилами № 87/22619 "Полімерні та полімервмісні матеріали, вироби і конструкції, що застосовуються у будівництві та виробництві меблів. Гігієнічні вимоги" чутливість визначення концентрації фенолу та формальдегіду в повітрі повинна бути не меншою, ніж $0,003 \text{ мг/м}^3$, що відповідає допустимому рівню концентрації цих речовин у повітрі житлових приміщень та атмосферному повітрі. Для моделювання натурних умов повітря житлових приміщень використовуються камери (термостати), створюючи в них відповідну насиченість полімерним матеріалом ($\text{м}^2/\text{м}^3$). Досягти такої чутливості методом визначення є досить тяжко. У повітрі завжди одночасно присутні декілька летких забруднювачів. Методики санітарно-хімічного аналізу атмосферного повітря, що на даний час діють в Україні, не передбачають можливість одночасного відбору проби повітря на присутність декількох речовин. Зокрема для газохроматографічного аналізу повітря на наявність фенолу та формальдегіду слід використовувати різні хроматографічні колонки та детектори, що дуже ускладнює дослідження. Крім цього завдяки леткості та хімічній активності досліджуваних компонентів уже під час відбору проб повітря (впродовж 20-30 хв.) може суттєво змінюватися склад та концентрація забруднювачів у ньому.

Слід також зауважити, що затверджені методики є неселективними та недостатньо чутливими, а одержані результати не завжди є достовірними через велику кількість проміжних операцій пробопідготовки (що призводить до втрат відібраних проб) та неповну розчинність досліджуваних компонентів у поглинаючих рідинах.

Суть корисної моделі полягає в уніфікації способу виявлення та визначення фенолу і формальдегіду в одній пробі при їх сумісній присутності, а саме: у виборі способу концентрування та використанні єдиного методу відбору проби атмосферного повітря або повітря в модельованих умовах з камери, використанні одної хроматографічної колонки та одного детектора.

Для підвищення чутливості методу розроблено спосіб концентрування фенолу та формальдегіду з атмосферного повітря на спеціально підібраний розчин-поглинач. Відбір проб атмосферного повітря (або з камери) проводиться протягом 30 хвилин зі швидкістю $5 \text{ дм}^3/\text{хв.}$ у два послідовно з'єднані поглиначі з пористою скляною пластинкою, що заповнені по 5 см^3 пропанолу.

Прототипами запропонованої методики є: визначення фенолу в атмосферному повітрі за РД 52.04.186-89 від 1991 р. методика газохроматографічного визначення концентрації фенолу в промислових газових викидах (Сборник методик по определению концентраций загрязняющих веществ в промышленных выбросах). ГОСТ Р ИСО 16000-6-2007 "Воздух замкнутых помещений", ISO 16000-6: 2004.

Новою ознакою методики є вибір поглинаючого розчину для одночасного відбору проб на фенол та формальдегід, використання капілярної колонки довжиною 30 м і внутрішнім діаметром 0,32 мм, внутрішня поверхня якої вкрита шаром 100 % диметилполісілоксану завтовшки 3.00 мкм і підбір оптимальних умов хроматографування (температурного режиму розділення, швидкості подачі газу-носія).

Для визначення формальдегіду і фенолу використовують методи газової та тонкошарової хроматографії [1, 2, 3], а також фотометричні [4, 5]. Аналогом хроматографічної методики для фенолу є метод з паранітроаніліном [6] та методика концентрування фенолу адсорбцією на силікагелі з подальшою екстракцією пропіловим спиртом [7].

Серед хроматографічних методів визначення формальдегіду найбільш прийнятним є метод А.Л. Перцовського і Л.М. Кремко [8], який полягає в попередньому перетворенні формальдегіду в 2,4-динітрофенілгідрозон і визначенні останнього за допомогою детектора по захопленню електронів. Сучасний рівень техніки дає можливість визначати суму органічних сполук у атмосферному повітрі шляхом застосування капілярних колонок для розділення компонентів складних сумішей та використання мас-спектрометричних детекторів для виявлення та ідентифікації цих компонентів [9, 10].

В основу корисної моделі поставлена задача уніфікації способу виявлення та визначення фенолу, формальдегіду, метанолу та ацетальдегіду в одній пробі при їх сумісній присутності.

Відбір проб:

Відбір проб повітря з камери проводять шляхом аспірації зі швидкістю 5 дм³/хв. впродовж 30 хвилин у два послідовно з'єднані поглиначі з пористою скляною пластинкою, що заповнені по 5 см пропанолу. Після закінчення відбору поглинальний розчин зливають із поглиначів в одну пробірку і вимірюють об'єм утвореної проби.

5 Аналіз проб:

1 мкл утвореної проби вводять в дозатор хроматографа за допомогою мікрошприца або автоматичного дозуючого пристрою.

Реактиви і апаратура:

10 - Формальдегід, фенол, метанол, ацетальдегід свіжоперегнаний (зберігати в холодильнику не більше 3 діб);

- вихідні стандартні розчини формальдегіду, фенолу, метанолу, ацетальдегіду в пропанолі 100 мкг/дм³; 10 мкг/дм³; 1 мкг/дм³ відповідно.

- стиснуті гази: азот найвищої чистоти або гелій, водень, повітря;

15 - газовий хроматограф з полум'яно-іонізаційним детектором (ПІД);

- мікрошприц з ціною поділки не більше 0,1 мкл;

- скляні поглиначі з пористими пластинками;

- склянки місткістю 40 см³.

Умови хроматографування:

20 - капілярна хроматографічна колонка довжиною не менше 30 м і внутрішнім діаметром 0,32 мм, внутрішня поверхня якої вкрита шаром 100 % диметилполісилоксану завтовшки 3,00 мкм,

- температура термостату колонки - + 50 °C впродовж 5 хв. з подальшим підвищенням температури до + 250 °C із швидкістю 20 °C/хв.

- температура випарника - + 200 °C, температура детектора - + 250 °C,

- швидкість руху газів, см³/хв.

25 - газ-носії - 2,5,

- водень - 30,

- повітря - 300.

Приготування стандартних розчинів і побудова калібрувального графіку.

30 Вихідні стандартні розчини формальдегіду, фенолу, метанолу, ацетальдегіду в пропанолі 100 мкг/дм³; 10 мкг/дм³; 1 мкг/дм³ відповідно.

Для побудови калібрувального графіка готують стандартні розчини з концентрацією 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 мкг/дм³.

Стандартний розчин об'ємом 1 мкл вводять в дозатор хроматографа за допомогою мікрошприца або автоматичного дозуючого пристрою.

35 Будують графік залежності площі піка (S, мм²) від концентрації розчину C, мкг/дм³. S=f(C).

Хід визначення.

40 Відбирають мікрошприцом 1 мкл проби та вводять в дозатор хроматографа. Після цього аналіз проводять так, як описано при побудові калібрувального графіку. Концентрацію шкідливих речовин в пробі визначають за градувальним графіком. Необхідно відмітити, що нульовий розчин може давати невеликий фоновий пік, який необхідно враховувати при побудові калібрувального графіка. СКО не повинно перевищувати 2 %.

Концентрацію забруднюючих ідентифікованих летких органічних сполук в пробі повітря розраховують за формулою (для кожного компонента зокрема):

$$C \text{ (мг/м}^3\text{)} = m \times u_1 / u_2 \times V_0$$

45 Де: C - концентрація забруднюючої речовини в повітрі, мг/м³;

m - маса забруднюючої речовини, що визначена за градувальним графіком в об'ємі розчину, взятого на аналіз, мкг;

u₁ - загальний об'єм розчину проби, см³;

u₂ - об'єм розчину, взятого на аналіз, см³;

50 V₀ - об'єм проби повітря, приведений до нормальних умов, дм³ (при t=0 °C і тиску P₀=101,3 кПа).

Запропонована методика підвищує чутливість визначення шкідливих речовин, скорочує час проведення досліджень, економить реактиви.

55 Нова ознака: вибір поглинального розчину для одночасного відбору проб на органічні сполуки, які виділяються з фенолформальдегідної смоли, використання капілярної колонки довжиною 30 м і внутрішнім діаметром 0,32 мм, внутрішня поверхня якої вкрита шаром 100 % диметилполісилоксану товщиною 3,00 мкм та підбір оптимальних умов хроматографування (температурного режиму розділення, швидкості подачі газу-носія).

60 Використання: Корисна модель належить до галузі санітарно-хімічного дослідження виробів із застосуванням фенолформальдегідної смоли.

Рекомендовано для використання при гігієнічній експертизі будівельних матеріалів, меблів, а також повітря житлових приміщень, при дослідженнях атмосферного повітря в модельованих та натурних умовах.

Висновок: Запропонована методика забезпечує найбільш оптимальні умови відбору проб та хроматографічного аналізу повітря для визначення вмісту шкідливих речовин при використанні фенолформальдегідної смоли і сприяє контролю повітря житлових приміщень та робочої зони для гігієнічного нагляду за вмістом шкідливих хімічних речовин, що негативно впливають на здоров'я людини.

Перелік літератури:

1. Бабичева А.Ф., Дрегваль Г.Ф. Газохроматографическое определение фенола и формальдегида в воде, водных вытяжках и воздухе. // Гигиена и санитария. - 1990. - № 5. -С. 90-91.
2. Давыдова Е.А., Столярова А.Г., Островская Е.Г., Калашник А.А. // Гигиена и санитария. - 1968. - № 3.- С. 56.
3. Кузнецов В.Н., Дрегваль Г.Ф. // Охрана окружающей среды и очистка промышленных выбросов.- М.: НИИТЭХИМ, 1982. - Вып. 11. - С. 16-18.
4. Борисова В.П., Попков М.Ю., Эльберг Л.Б., Ланина С.Я. // Гигиена и санитария. - 1986. -№ 1. - С. 33.
5. Дементьева Н.И., Каграманян Н.П., Богдасева В.Н. // Гигиена и санитария. - 1986. - № 12. - С. 47-49.
6. РД 52.04.186-89. Руководство по контролю загрязнения атмосферы. - М., 1991. - С. 265-267.
7. Сборник методик по определению концентраций загрязняющих веществ в промышленных выбросах. - М.: Гидрометеиздат. 1987. - 272 с.
8. Перцовский А.Л., Кремко Л.М. Газохроматографическое определение микроколичеств формальдегида в водных вытяжках и модельных средах, имитирующих пищевые продукты. // Журнал аналитической химии. - 1985. -Т. 50. -Вып. 6. -С. 1115-1117.
9. ГОСТ Р ИСО 16000-6-2007. Воздух замкнутых помещений. Часть 6.
10. ISO 16000-6: 2004. Indoor air-Part 6: Determination of volatile organic compounds in indoor and test chamber air active sampling on Tenax TA sorbent, thermal desorption and gas chromatography using MS/ FID.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

- Спосіб одночасного визначення суміші летких органічних компонентів (мономерів) фенолформальдегідної смоли (фенолу, формальдегіду, метанолу, ацетальдегіду), які виділяють в повітря, методом газорідинної хроматографії, який **відрізняється** тим, що в даному способі проводять концентрування та відбір проб повітря протягом 30 хвилин зі швидкістю 5 дм³/хв у два послідовно з'єднані поглиначі з пористою скляною пластинкою (що заповнені по 5 см³ пропанолу), а також використанням однієї колонки та одного детектора, що значно спрощує проведення досліджень.

Комп'ютерна верстка Л. Литвиненко

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601