

© Т.В. НУРИСЛАМОВА, У.С. БАКУЛИНА

nurtat@fcrisk.ru

УДК 543.544.43

## **РАЗРАБОТКА МЕТОДА ОПРЕДЕЛЕНИЯ АКРИЛОНИТРИЛА В ВЫДЫХАЕМОМ ВОЗДУХЕ**

**АННОТАЦИЯ.** Рассмотрены вопросы количественного определения акрилонитрила в выдыхаемом воздухе методом капиллярной газовой хроматографии. Подобраны оптимальные газохроматографические параметры для определения акрилонитрила, изучены условия пробоподготовки и проведена апробация методики. Метод позволяет достоверно определять концентрацию акрилонитрила на уровне 0,0002 мкг при объеме воздуха 1000 см<sup>3</sup> со степенью извлечения 97,7%.

**SUMMARY.** In the given article the authors consider the issues concerning the development of gas chromatography methods for the determination of acrylonitrile in exhaled air. The optimal parameters for gas chromatographic determination of acrylonitrile are given. Under this study, sample preparation conditions were investigated and the developed methods were tested. The suggested method allows to determine acrylonitrile concentrations with the detection threshold of 0.0002 µg in a 1000-cm<sup>3</sup> volume of air and the completeness of extraction of 97,7%.

**КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА.** Капиллярная газовая хроматография, акрилонитрил, термодесорбция, выдыхаемый воздух

**KEY WORDS.** Capillary gas chromatography, acrylonitrile, thermal desorption, exhaled air.

В настоящее время актуальным является развитие диагностического направления, связанного с анализом микросостава выдыхаемого воздуха, что позволит более детально проводить исследования по изучению протекания патологических процессов в организме [1].

Известно, что человек выделяет через легкие в среднем около 600 микропримесей летучих органических соединений. Поэтому любое летучее вещество, которое количественно определяется в выдыхаемом воздухе, можно использовать как биологический маркер состояния организма [2].

Несмотря на интенсивные исследования, закономерности механизма образования и фармакокинетики для большинства биологически активных газообразных соединений выдыхаемого воздуха еще недостаточно хорошо изучены. К таким соединениям относится и акрилонитрил.

Анализ имеющихся литературных данных о токсичности и характере биологического действия акрилонитрила позволяет заключить, что изучаемое соединение является высокотоксичным соединением. Акрилонитрил является ядом крови и мутагеном, наблюдается развитие опухолей центральной нервной системы, языка, щитовидной железы, желудка, тонкого кишечника и молочной железы. Акрилонитрил является канцерогеном согласно классификации Международного агентства по изучению рака (International Agency for Research on



Cancer (IARC): группы 2A [3]. Присутствие этого соединения в окружающей среде может негативно влиять на состояние здоровья населения.

Определение микросостава выдыхаемого воздуха относится к числу наиболее сложных аналитических задач и возможно благодаря развитию высокочувствительных и селективных газохроматографических методов.

В связи с этим целью данного исследования явилась разработка газохроматографического метода определения акрилонитрила в выдыхаемом воздухе. В процессе исследований был выбран и обоснован метод анализа содержания акрилонитрила — метод капиллярной газовой хроматографии, подобраны оптимальные газохроматографические параметры для определения акрилонитрила, изучены условия пробоподготовки и проведена апробация методики.

Отработка оптимальных газохроматографических параметров для определения акрилонитрила в выдыхаемом воздухе осуществлялась на базе газового хроматографа «Кристалл-5000» с термоионным детектором (ТИД). При разработке метода апробированы капиллярные колонки с нанесенными неподвижными жидкими фазами — Optima-5, DB-624, FFAP. Эффективное разделение акрилонитрила с другими углеводородами было достигнуто на капиллярной колонке DB-624-30m\*0,32mm\*1,8  $\mu\text{m}$ . В процессе исследований был подобран температурный режим колонки: от 50°C до 200°C; и расход газа носителя 2(азот) — 20  $\text{cm}^3/\text{мин}$ . Идентификацию акрилонитрила и проверку мешающего влияния сопутствующих веществ проводили на стандартных растворах по величинам времен удерживания. Хроматограмма стандартного раствора акрилонитрила, полученная при оптимальных условиях, показана на рис. 1.

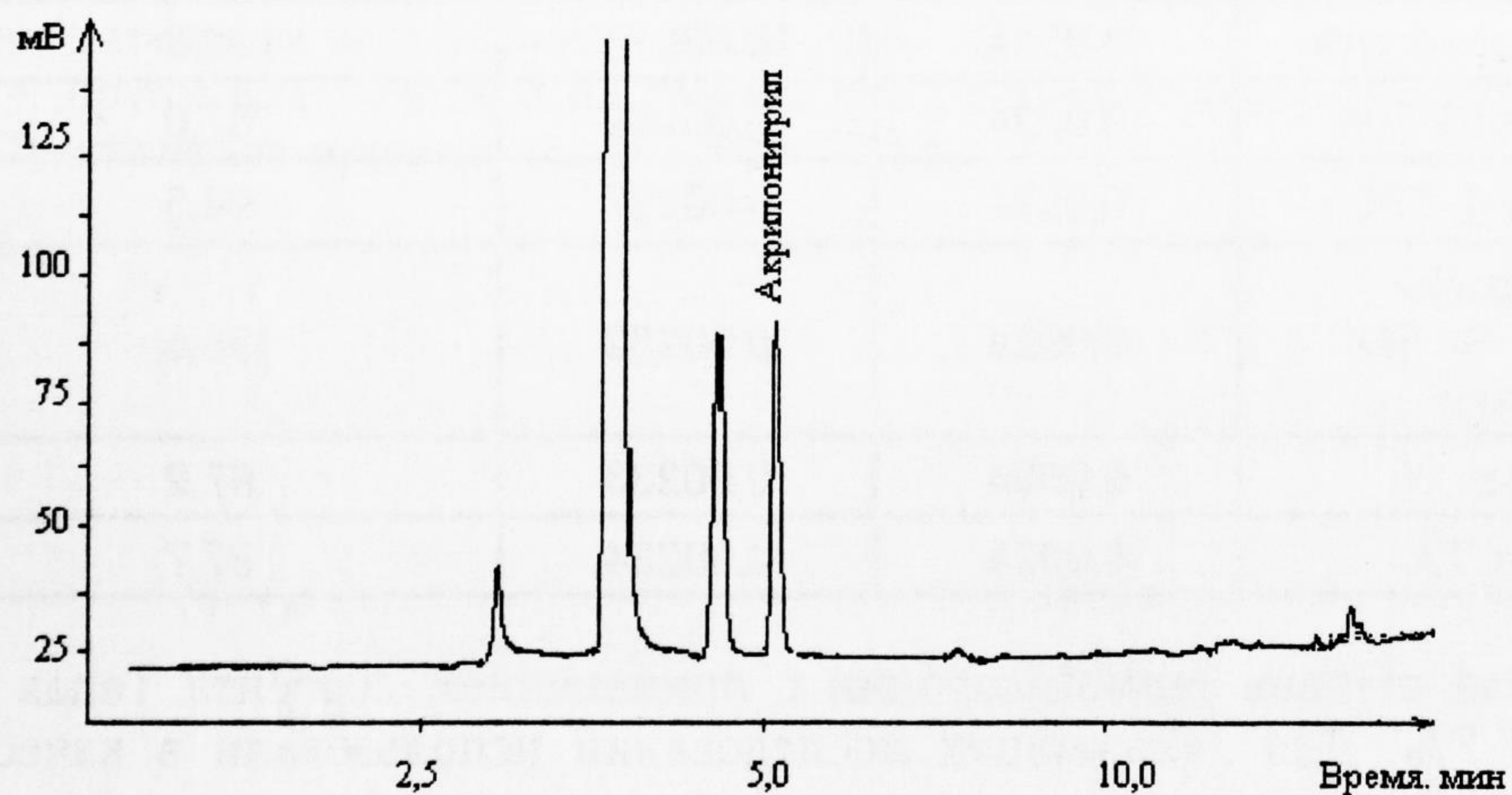


Рис. 1. Хроматограмма стандартного раствора акрилонитрила ( $C_{\text{АН}}=0,0029 \text{ мкг}/\text{см}^3$ )

Градуировочную зависимость устанавливали методом абсолютной калибровки по шести сериям градуировочных растворов в диапазоне 0,0012-0,0072  $\text{мкг}$  в 1  $\text{мм}^3$ .

Градуировочную характеристику признавали стабильной при выполнении следующего условия:  $|X - a| \leq K_{\text{сп}}$ , где



$a$  — аттестованное значение образца для градуировки;

$X$  — результат измерения массовой концентрации акрилонитрила в образце для градуировки;

$K_{ep}$  — норматив контроля стабильности градуировочной характеристики.

Одним из основных элементов анализа качества выдыхаемого воздуха является отбор проб. Главными моментами пробоотбора являются получение представительной пробы и накопление в ловушке-концентраторе достаточного для аналитического определения количества определяемого соединения [4].

Для исследований микросостава выдыхаемого воздуха наиболее оптимальным сочетанием аналитических параметров является такое, при котором реализуется концентрационная чувствительность на уровне  $0,01 \text{ млрд}^{-1}$  и быстродействие  $0,1 \text{ с}$  при объеме газовой пробы  $500\text{-}1000 \text{ см}^3$ .

Исследование полноты сорбции методом «введено-найденно» паров акрилонитрила различными твердыми сорбентами (молекулярное сито, Chromosorb 106, Spherocarb TM, Tenax, Porapak N, трехслойный сорбент Carborack/Carbosieve S-III/Carboxen) показало, что лучшим по изучаемым характеристикам является полимерный сорбент Tenax TA.

Средние значения степени термодесорбции изучаемого соединения с применением ряда сорбентов представлены в табл. 1.

Таблица 1

**Средние значения степени термодесорбции акрилонитрила  
с применением ряда сорбентов**

Сорбент	Введено, мкг	Найдено, мкг	Степень десорбции, %
1. Молекулярное сито	0,0024	0,00218	91,0
2. Chromosorb 106	0,0024	0,00209	87,0
3. Spherocarb TM	0,0024	0,00227	94,5
4. Carborack/ Carbosieve S- III/ Carboxen	0,0024	0,00232	96,6
5. Porapak N	0,0024	0,00233	97,2
6. Tenax TA	0,0024	0,00234	97,7

Наибольшая степень термодесорбции с применением сорбента Tenax TA составляет  $97,7\%$ . Для дальнейших исследований использовали в качестве сорбента Tenax TA.

Метод отбора проб выдыхаемого воздуха заключается в следующем: в пластиковый пакет объемом  $1000 \text{ см}^3$  отбирали пробы выдыхаемого воздуха, который помещали в термостат на  $30 \text{ мин.}$  при температуре  $60 \pm 4 \text{ }^\circ\text{C}$ . Затем пакет соединяли с помощью резиновой трубки с сорбционной трубкой и паровоздушную смесь прокачивали через трубку с помощью аспиратора со скоростью  $0,2 \text{ л/мин}$   $10 \text{ минут}$ .

Проведена апробация методики по определению акрилонитрила в выдыхаемом воздухе детей ( $n=25$ ), проживающих в районе экспозиции промышленного предприятия, в пылегазовых выбросах которого содержатся как общепринятые,



так и специфические загрязняющие вещества, в том числе акрилонитрил, и детей, проживающих в условно чистом районе (n=25).

В процессе исследований установлено, что средние концентрации акрилонитрила в выдыхаемом воздухе у обследуемых детей отмечены на уровне  $0,001 \pm 0,0005$  мкг/см<sup>3</sup>, что достоверно выше в 6 раз, чем у детей контрольной группы ( $0,00016 \pm 0,00009$  мкг/см<sup>3</sup>).

Таким образом, разработан и методически обоснован метод определения акрилонитрила в выдыхаемом воздухе, основанный на сорбции изучаемого соединения на сорбент Терах ТА, в сочетании с оптимальными условиями пробоподготовки, термодесорбции и применением капиллярной газожидкостной хроматографии. Определение акрилонитрила в выдыхаемом воздухе возможно на уровне 0,0002 мкг при объеме воздуха 1000 см<sup>3</sup> со степенью извлечения 97,7% селективно, достоверно, с высокой чувствительностью в соответствии с задачами социально-гигиенического мониторинга. Несомненным достоинством разработанного метода является то, что метод относится к неинвазивным методам диагностики неблагоприятного экологического воздействия.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Шилов В.Н., Яковченко В.А., Сергиенко В.И. Диагностическая ценность газохроматографического исследования выдыхаемого воздуха // Клини. лаб. диагн. 1994. Т. 5. С. 9-10.
2. Хишектиев Б.С., Хишектиева Н.А., Иванов В.Н., Даренская С.Д., Новиков С.В. Диагностическая ценность исследования конденсата выдыхаемого воздуха при раке легкого // Вопр. онкологии. 1994. Т. 40. № 4-6. С. 161-164.
3. Канцерогенные вещества: Справочник / под ред. В.С. Турусова. М-лы Международного агентства по изучению рака. М., 1987. 143 с.
4. Другов Ю.С., Родин А.А., Кашмет В.В. Пробоподготовка в экологическом анализе: Практическое руководство. М., 2005. 754 с.