

# МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЦЕТОФЕНОНА В ВОЗДУХЕ

В. А. Хрусталева

Из Московского научно-исследовательского института гигиены имени Ф. Ф. Эрисмана

Ацетофенон является продуктом побочных реакций в производстве фенола и ацетона кумольным способом. Он применяется при получении парфюмерных средств, в производстве атофана—антиревматического препарата, хлорацетофенона и др.

В процессе производства синтетических фенола и ацетона наряду с ацетофеноном в воздух попадают пары бензола, изопропилбензола, гидроперекиси изопропилбензола,  $\alpha$ -метилстирола, диметилфенилкарбинола, фенола, ацетона и других соединений. Такое сложное сочетание токсических веществ затрудняет определение ацетофенона в воздухе.

Метод определения ацетофенона в воздухе не разработан.

Ацетофенон относится к простейшим жирно-ароматическим кетонам ( $C_6H_5COCH_3$ ). Химические его свойства связаны с наличием, с одной стороны, кетонной функции, проявляющейся в ряде реакций, свойственных кетонам, с другой—бензольного ядра, которое сообщает ему ряд свойств ароматических соединений.

Одновременное присутствие в воздухе веществ, содержащих ароматическое ядро, не позволило нам использовать метод нитрования, широко применяемый в санитарно-промышленной химии для определения бензола и его гомологов. Мы стремились подыскать цветную реакцию для определения ацетофенона, основанную на действии кетонной группы пировки. Это диктовалось еще и тем, что основная задача решалась для производства фенола и ацетона, в воздухе которого может присутствовать лишь один представитель кетонов—ацетон.

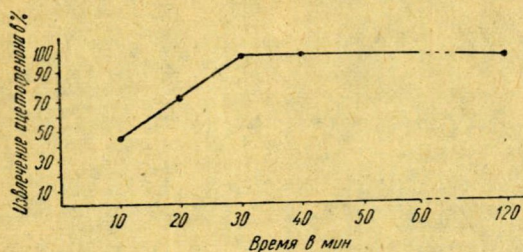
Ознакомившись с данными литературы, мы решили применить реакцию кетонов с м-динитробензолом, которая была предложена Яновским (Janowsky) еще в 1891 г. Д. Г. Юрко предполагает, что в результате взаимодействия кетонов с м-динитробензолом происходит образование комплексной соли, которая, находясь в ионном состоянии, обуславливает окрашивание раствора.

Данную реакцию мы изучали при помощи электрофотокolorиметра с растворами, содержащими точные количества ацетофенона в этиловом спирту. Мы убедились, что интенсивность окраски и концентрация ацетофенона находятся в прямой зависимости и подчиняются закону Бера. Время оказывает влияние на образование окраски; большое значение в ходе реакции имеют также количества употребляемых реагентов.

На основании ряда экспериментов мы разработали оптимальные условия проведения указанной реакции для определения микроколичеств ацетофенона в воздухе. Дополнительные исследования показали, что бензол, этил, бутилбензолы, изопропилбензол, гидроперекись изопропилбензола, диметилфенилкарбинол,  $\alpha$ -метилстирол, фенол не мешают определению ацетофенона. В реакцию вступает ацетон, но реакция менее чувствительная, и ацетон мешает лишь в количестве 100  $\mu$  и более, чувствительность реакции для ацетофенона 1  $\mu$  в объеме 2 мл.



Поглощение ацетофенона из воздуха мы проводили в этиловый спирт, помещенный в U-образный поглотитель с пористой пластинкой № 1. Известно, что этиловый спирт обладает значительной летучестью, что обязывает аналитика проводить отбор проб при охлаждении и значительно ограничивает области его применения. Поэтому мы решили



Полнота извлечения ацетофенона этиловым спиртом в зависимости от времени.

использовать для отбора проб твердый сорбент-силикагель, лишенный указанного недостатка.

Силикагель используют в санитарной практике для поглощения тетраэтилсвинца. Последний метод предложен В. П. Вендт и Т. А. Лебедевой<sup>1</sup>, которые

проводят отбор проб на неподвижный слой силикагеля, помещенный в гофрированную трубку. Применение его позволяет авторам увеличить скорость отбора до 8 л/мин. Однако следует отметить, что твердый неподвижный слой силикагеля обладает значительным сопротивлением до 400 мм вод. ст., что усложняет условия отбора проб.

Интересный способ для улавливания хлорорганических соединений из воздуха предлагает С. Ф. Яворовская (1959). Для этой цели автор применяет зерненный активированный уголь и силикагель, которые потоком воздуха приводятся во взвешенное состояние и во время отбора проб находятся в непрерывном циркуляционном движении. Это способствует хорошему контакту сорбента с газовой фазой и повышает его сорбционную способность. Кроме того, взвешенный слой силикагеля обладает сравнительно малым сопротивлением, при скорости 5 л/мин оно равно 40 мм вод. ст., а при скорости 10 л/мин — 60 мм вод. ст. Мы применяли силикагель марки АСК и АСМ зерненностью 0,25—0,5 мм. Предварительно его промывали соляной и азотной кислотами, затем водой до удаления хлор- и нитрат-ионов.

Далее его высушивали и активировали при 600° в течение 30 минут. Обработанный таким образом силикагель помещали в поглотители типа Зайцева, в верхней части которых в два ряда расположены шипы, способствующие падению взвешенных частиц.

Исследования, проведенные нами, показали, что ацетофенон полностью извлекается из силикагеля путем обработки его этиловым спиртом в течение 30 минут при интенсивном встряхивании. Полнота извлечения ацетофенона в зависимости от времени показана на рисунке.

Таблица 1

Поглощение ацетофенона этиловым спиртом

| Скорость<br>(в л/мин) | Количество (в г) |                               | Процент во<br>втором поглотителе | Концентрация<br>(в г/л) |
|-----------------------|------------------|-------------------------------|----------------------------------|-------------------------|
|                       | поглоти-<br>теле | во втором<br>поглоти-<br>теле |                                  |                         |
| 0,5                   | 600              | 2,0                           | 3,2                              | 40,2                    |
| 0,5                   | 400              | 0                             | 0                                | 30,6                    |
| 0,5                   | 100              | 0                             | 0                                | 6,6                     |
| 0,5                   | 30               | 0                             | 0                                | 2,0                     |
| 1,0                   | 190              | 0                             | 0                                | 6,3                     |
| 1,0                   | 100              | 0                             | 0                                | 5,3                     |
| 1,0                   | 88               | 0                             | 0                                | 4,0                     |
| 1,0                   | 70               | 2                             | 2,8                              | 7,2                     |
| 2,0                   | 100              | 5                             | 5,0                              | 5,2                     |
| 2,0                   | 80               | 3                             | 3,6                              | 4,1                     |
| 2,0                   | 22               | 2,5                           | 7,0                              | 1,7                     |
| 2,0                   | 12               | 0                             | 0                                | 0,62                    |
| 3,0                   | 100              | 30                            | 23,0                             | 40,0                    |
| 3,0                   | 40               | 10                            | 20,0                             | 1,7                     |
| 3,0                   | 45               | 12                            | 21,0                             | 1,9                     |
| 3,0                   | 20               | 4                             | 16,6                             | 0,8                     |

<sup>1</sup> Инструкция Киевского института гигиены труда и профессиональных болезней, 1958.



Наши изыскания были также направлены на подбор оптимальных условий для отбора проб ацетофенона из воздуха как в этиловый спирт, так и на силикагель. Некоторые данные по поглощению ацетофенона в этиловый спирт приведены в табл. 1.

Приведенные в табл. 1 данные свидетельствуют о том, что при поглощении ацетофенона в 5 мл этилового спирта при скорости до 2 л/мин происходит практически полное его улавливание в первом поглотителе (90—100%). Увеличение скорости поглощения до 3 л/мин влечет за собой появление ацетофенона и во втором контрольном поглотителе до 16—23%, кроме того, происходит механический переброс жидкости.

Результаты, полученные при поглощении ацетофенона на 2 г силикагеля марки АСК и АСМ, приведены в табл. 2.

Таблица 2

Поглощение ацетофенона силикагелем

| Скорость<br>(в л/мин) | АСК                  |                       |                               |                      | АСМ                  |                       |                               |                      |
|-----------------------|----------------------|-----------------------|-------------------------------|----------------------|----------------------|-----------------------|-------------------------------|----------------------|
|                       | получено (в γ)       |                       | процент во втором поглотителе | концентрация (в γ/л) | получено (в γ)       |                       | процент во втором поглотителе | концентрация (в γ/л) |
|                       | в первом поглотителе | во втором поглотителе |                               |                      | в первом поглотителе | во втором поглотителе |                               |                      |
| 4                     | 250                  | 10                    | 3,9                           | 9,3                  | —                    | —                     | —                             | —                    |
| 4                     | 75                   | 0                     | 0                             | 1,9                  | —                    | —                     | —                             | —                    |
| 4                     | 30                   | 0                     | 0                             | 1,5                  | —                    | —                     | —                             | —                    |
| 5                     | 120                  | 25                    | 14,5                          | 7,0                  | 1 000                | 0                     | 0                             | 20                   |
| 5                     | 40                   | 10                    | 20,0                          | 1,0                  | 500                  | 0                     | 0                             | 5                    |
| 5                     | 20                   | 4                     | 12,5                          | 1,2                  | 100                  | 0                     | 0                             | 2                    |
| 10                    | —                    | —                     | —                             | —                    | 1 000                | 0                     | 0                             | 20                   |
| 10                    | —                    | —                     | —                             | —                    | 800                  | 0                     | 0                             | 8                    |
| 10                    | —                    | —                     | —                             | —                    | 100                  | 0                     | 0                             | 2,5                  |

Из табл. 2 видно, что силикагель марки АСК хорошо поглощает ацетофенон лишь при скорости протягивания воздуха до 4 л/мин. Отмечено, что увеличение скорости протягивания воздуха приводит к механическому перебросу легких частиц крупнопористого силикагеля (АСК) во второй поглотитель, где мы обнаружили до 20% ацетофенона. При использовании мелкопористого силикагеля (АСМ) поглощение ацетофенона можно проводить даже при скорости 10 л/мин, при этом во втором, контрольном поглотителе ацетофенона не обнаруживается.

На основании сказанного рекомендуется следующий способ определения ацетофенона в воздухе. Пробу отбирают в этиловый спирт, помещенный в поглотитель с пористой пластинкой № 1, со скоростью 2 л/мин (отбор проб можно производить в силикагель марки АСМ зернистостью 0,25—0,5 мм, активированный при 600°, в течение 30 минут). Предварительно силикагель промывают соляной и азотной кислотами. Помещают силикагель в поглотитель типа поглотителя Зайцева, отбор проб производят со скоростью 10 л/мин. Затем его переносят в пробирки с притертыми пробками и обрабатывают 5 мл этилового спирта при интенсивном встряхивании в течение 30 минут. Для определения 2 мл пробы помещают в колориметрические пробирки. Одновременно готовят колориметрическую шкалу в объеме 2 мл с содержанием 1—20 γ ацетофенона с интервалом 2 γ. Стандартный раствор ацетофенона готовят растворением его в этиловом спирту с содержанием 10 γ в 1 мл раствора. В каждую пробирку шкалы и пробы одновременно добавляют по 0,1 мл 1% спиртового раствора м-динитробензола и по 0,2 мл 30% раствора едкого кали (водного). Через 60 минут сравнивают окраски в шкале и пробах.



## Выводы

1. Предложен метод определения ацетофенона в воздухе, основанный на реакции взаимодействия его с м-динитробензолом в щелочной среде. Чувствительность метода 1  $\gamma$  в определяемом объеме. Ацетон в количестве 100  $\gamma$ , а также бензол, изопропилбензол, гидроперекись изопропилбензола, диметилфенил-карбинол,  $\alpha$ -метилстирол, фенол не мешают определению.

2. Рекомендовано два способа отбора проб воздуха: в этиловый спирт, помещенный в V-образный поглотитель с пористой пластинкой № 1, со скоростью 2 л/мин и во взвешенный слой силикагеля марки АСМ зернистостью 0,25—0,5 мм со скоростью 10 л/мин.

## ЛИТЕРАТУРА

Яворовская С. Ф. Хим. пром. СССР, 1959, № 4, стр. 77. Janowsky J. V., Ber. dtsch. chem. Ges., 1891, Bd. 24, S. 971.

Поступила 17/II 1961 г.



## О НАКОПЛЕНИИ РАДИОЭЛЕМЕНТОВ В ПЕНЕ И ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛЕНКЕ ВОДНЫХ РАСТВОРОВ<sup>1</sup>

Кандидат физических наук В. Ф. Жевержеева

Из Института общей и коммунальной гигиены имени А. Н. Сысина АМН СССР

Проф. С. М. Драчевым и младшим научным сотрудником А. А. Былинкиной было обнаружено накопление  $\beta$ -активности в пене и поверхностной пленке природных вод. В нашей лаборатории при исследовании радиоактивного загрязнения природных вод также наблюдалось значительное концентрирование  $\alpha$ -излучателей в пене и поверхностных пленках ряда водохранилищ и рек, причем  $\alpha$ -активность пены иногда в десятки, сотни и более раз превышала  $\alpha$ -активность воды, взятой из слоя, прилегающего к поверхности. Так,  $\alpha$ -активность пены водохранилища составляет  $34 \cdot 10^{-11}$  к/л, воды водохранилища — 0 (порядка фона), поверхностной пленки реки —  $127 \cdot 10^{-11}$  к/л воды реки около берега —  $2,7 \cdot 10^{-11}$  к/л.

Изследование распределения загрязнений, попадающих в водоем, по толще объема воды имеет весьма важное значение для гигиенической науки, так как дает возможность заранее знать места скопления загрязнений, попадающих в природные воды.

Свойства поверхностных пленок и пены не только воды, но и различных жидкостей и растворов широко используются в медицине и в технологических процессах некоторых производств.

Для изучения процесса концентрирования радиоактивных веществ в пене нами была разработана методика лабораторных опытов, дающая возможность экспериментально воспроизвести накопления радиоактивных изотопов в пене. Первые результаты этих опытов описаны в настоящей статье. Накопление радиоэлементов в пене мы производили следующим образом. Водный раствор, содержащий пенообразователь, взбалтывали в закрытом цилиндрическом сосуде емкостью 1,5—2 л в течение 2 часов.

<sup>1</sup> Статья была сдана в журнал «Медицинская радиология» 20/VI 1960 г.—Ред.