



Vojenský výzkumný ústav, s. p.

OVĚŘENÍ DEKONTAMINAČNÍ ÚČINNOSTI SYSTÉMU HYDROfogg OD FIRMY DETECTAIR

(zakázka č. 302324/027; objednávka č. 202382)

Zpracoval:

Ing. Marek ANDRLE, Ph.D.

Ing. Karel MAZANEC, Ph.D.

Brno 2023

1 OBSAH

| | | |
|-----|---|---|
| 1 | Obsah..... | 2 |
| 2 | Použité pomůcky a pracovní postup | 3 |
| 2.1 | Přístroje a pracovní pomůcky | 3 |
| 2.2 | Bojové chemické látky | 3 |
| 2.3 | Chemikálie | 3 |
| 2.4 | Pracovní postup..... | 3 |
| 3 | Výsledky a diskuze..... | 7 |
| 4 | Závěr..... | 9 |

PŘÍLOHY

CWA-Certificate of analysis (1 strana)

Na základě smlouvy, uzavřené mezi Vojenským výzkumným ústavem, s. p. a firmou Tesla DETECTAIR s. r. o., bylo dne 1. 11. 2023 provedeno ověření dekontaminační účinnosti vůči látce VX systémem HYDROfogg.

2 POUŽITÉ POMŮCKY A PRACOVNÍ POSTUP

2.1 PŘÍSTROJE A PRACOVNÍ POMŮCKY

- (a) plynový chromatograf 8890, *Agilent Technologies*, s duálním FPD detektorem;
- (b) analytické váhy, *KERN*, ABJ220-4NM;
- (c) elektronická pipeta, *Eppendorf Research*, objem 0,5 ÷ 10 µl;
- (d) pipety s nastavitelným objemem dávkování, *Eppendorf Research*, objem 10, 20, 100, 200, 1 000, 5 000 µl;
- (e) vzdušný termostat, typ FTD100, *Isco*;
- (f) dávkovač Dispensette, *BRAND*, dávkovací objem 5 ÷ 50 ml;
- (g) adsorbční materiál: přířezy (5 × 5 cm) Al-fólie s vrstvou jemně zrněného silikagelu pro TLC (DC Alufolien Kieselgel 60W), *MERCK*;
- (h) třepačka VS 15 O, *Lauda*;
- (i) raznice s hroty o průměru 0,8 mm, *VVÚ*, s. p.;
- (j) závaží 500 g;
- (k) skleněné vzorky 5 × 5 cm;
- (l) vzorky s nátěrovým systémem pro vnitřní povrchy 5 × 5 cm, *COLORLAK a.s.* (S2008/0600, S2320/0600, U2056/1000);
- (m) stopky, *Roth*.

2.2 BOJOVÉ CHEMICKÉ LÁTKY

- (a) látka VX, S-[2-(diisopropylamino)ethyl]-O-ethyl-methylfosfonothioát. Pro práce byla použita látka o čistotě 70,13 %.

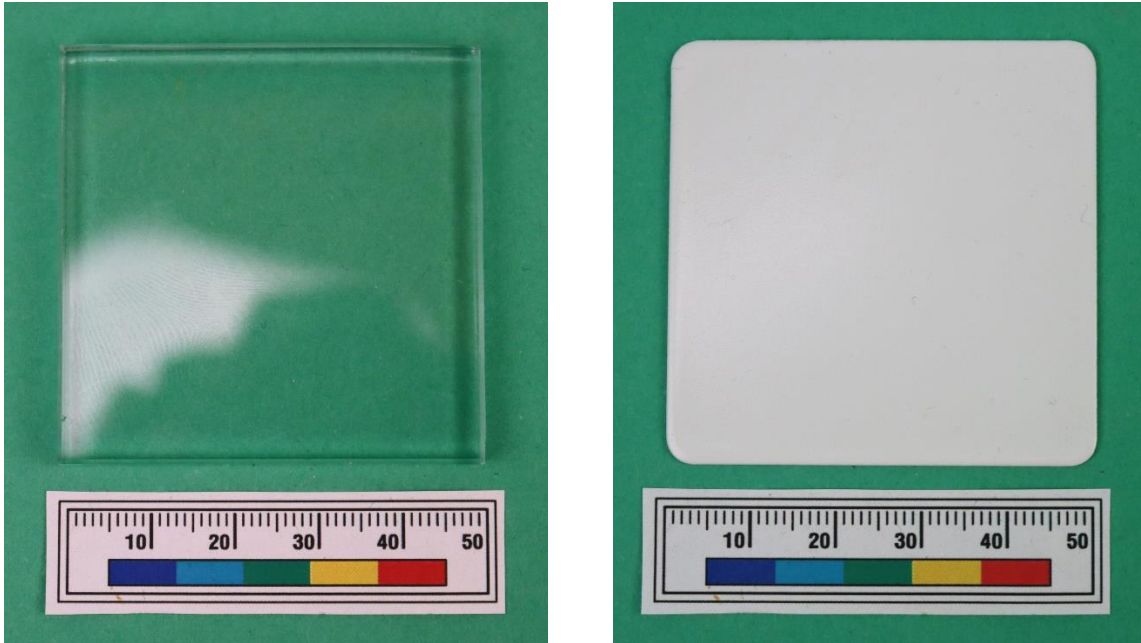
2.3 CHEMIKÁLIE

- (a) isopropylalkohol, p.a. *Merci*;
- (b) heptan, p.a., *Penta*;
- (c) aceton, p.a., *Penta*.

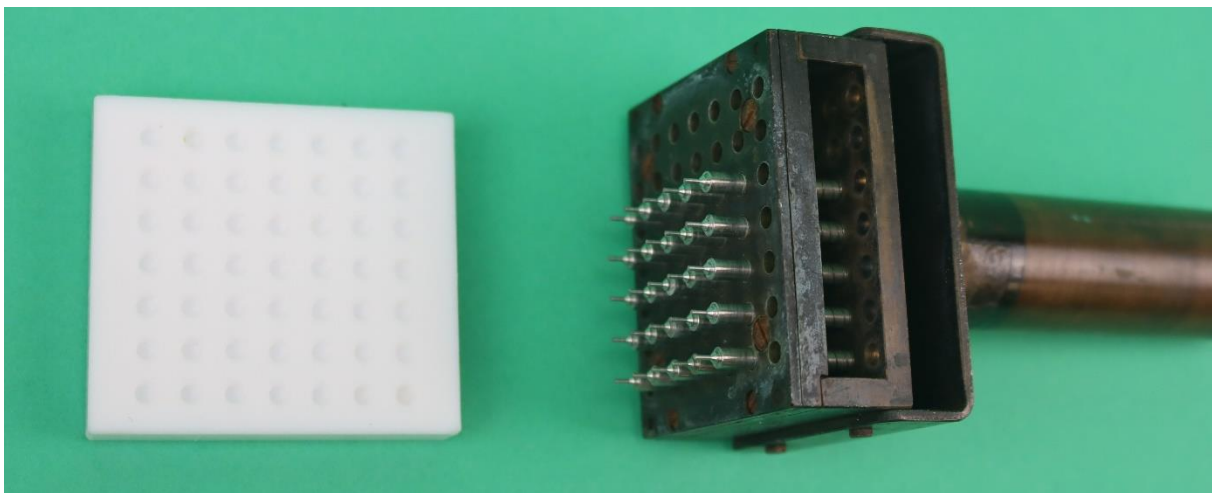
2.4 PRACOVNÍ POSTUP

Testované zkušební vzorky (obrázek 1) byly kontaminovány kapkami látky VX pomocí „raznice“ (obrázek 2) s počáteční plošnou hustotou kontaminace 0,2 g.m⁻², což je předepsaná kontaminace pro vnitřní povrchy vojenské techniky. Vzorky byly ihned vloženy do testovací komory o rozměrech 79 × 30 × 32 cm (75,8 litrů). Následně byla spuštěn přístroj HYDROfogg a do testovací komory byla aplikována suchá mlha peroxidu vodíku (obrázek 3). Jeden kontaminovaný vzorek nebyl vystaven účinku mlhy (blank). Operační parametry aplikované mlhy byly nastaveny přímo zákazníkem. Doba působení mlhy byla stanovena na 30 minut.

Po uplynutí doby působení mlhy byly na vzorky přiloženy přířezy se silikagelem, zatíženy závažím (obrázek 4) a na 15 minut vloženy do termostatu při teplotě 30 °C (± 0.5 °C). Poté byly vzorky i přířezy přeneseny do extrakčních nádob, převrstveny 20 ml směsí heptan-aceton (poměr 9:1) a extrahovány na třepačce po dobu 60 minut. V extraktech pak byla stanovena koncentrace látky VX na plynovém chromatografu.



Obrázek 1 Zkušební vzorky: vlevo sklo, vpravo vnitřní nátěrový systém



Obrázek 2 Raznice se zásobníkem pro BChL



Obrázek 3 Zařízení HYDROfogg instalované do testovací komory



Obrázek 4 Vzorek se silikonovým přířezem a závažím

Pro analýzu extraktů byl použit plynový chromatograf Agilent 8890 s autoinjektorem 7693A, duálním FPD detektorem a kolonou HP-5 (Agilent, 5% Phenyl Methyl Siloxane) o délce 30 m, vnitřním průměru 0,32 mm a tloušťce vrstvy 0,25 μm . Dále jsou uvedeny operační podmínky plynového chromatografu.

Tabulka 1: Operační podmínky plynového chromatografu

| Inlet | | |
|---|---|---|
| Teplota 250 °C | Septum purge flow 3 ml/min | |
| Inlet mode: Splitless | Purge flow to split vent 60 ml/min | |
| Detektor | | |
| Teplota 250 °C | Emisní blok 125 °C | |
| Průtok vzduchu 60 ml/min | | |
| Průtok vodíku 60 ml/min | | |
| Průtok dusíku 60 ml/min | | |
| Kolona | | |
| HP-5, Délka 30 m, vnitřní průměr 0,32 mm, tloušťka vrstvy 0,25 µm | | |
| Průtok 3,5 ml/min | Tlak 16 psi | |
| Pec | | |
| 1 | 2 | 3 |
| Počáteční teplota (°C) a doba zdržení (min) | Ohřev s teplotním gradientem (°C/min) a konečná teplota (°C) | Ohřev s teplotním gradientem (°C/min) a konečná teplota (°C) |
| 90 / 1 | 22 / 210 | 50 / 310 |

3 VÝSLEDKY A DISKUZE

V aliančním dokumentu jsou stanoveny hodnoty kritérií X a Y. Pokud je překročena maximální přípustná hodnota pro zbytkovou kontaminaci ve vzorku, tedy hodnota kritéria X (orientační), je nutné stanovit i hodnotu kritéria Y (rozhodčí); tedy desorpční rychlost příslušné BCHL z testovaného materiálu.

Hodnota kritéria Y je v aliančním dokumentu nastavena tak, aby při jeho nepřekročení byla zajištěna bezpečnost osob, které se krátkodobě – na dobu maximálně 15 minut – mohou dostat do přímého (nechráněného) kontaktu s povrchy dekontaminovaných materiálů. Při splnění limitu kritéria Y lze testovaný dekontaminační prostředek (směs apod.), hodnotit jako vyhovující.

Hodnoty kritérií X a Y jsou uvedeny v aliančním dokumentu, který je hodnocený jako utajovaný, proto ve výsledcích bude pouze konstatováno, zda naměřené plošné kontaminace po působení mlhy, splňují nebo nesplňují tato kritéria.

V následujících tabulkách jsou uvedena naměřená data.

Tabulka 2 Naměřené koncentrace látky VX v extraktech ze skleněných vzorků

| | Vzorek | C _{Gc} ($\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$) | Vzorek (μg / vzorek) | Plošná kontam. ($\mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$) | Plošná kontam. průměr ($\mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$) | Splňuje požadavek |
|---|--------|---|-------------------------------------|---|---|----------------------|
| | blank | 23,835 | 476,700 | 19,068 | 19,068 | - |
| X | 1 | 0,176 | 3,520 | 0,141 | 0,060 | ANO |
| | 2 | 0,085 | 1,700 | 0,068 | | |
| | 3 | 0,045 | 0,900 | 0,036 | | |
| | 4 | 0,050 | 1,000 | 0,040 | | |
| | 5 | 0,021 | 0,420 | 0,017 | | |
| Y | 1 | 0,136 | 2,720 | 0,109 | 0,039 | ANO |
| | 2 | 0,045 | 0,900 | 0,036 | | |
| | 3 | 0,020 | 0,400 | 0,016 | | |
| | 4 | 0,024 | 0,480 | 0,019 | | |
| | 5 | 0,017 | 0,340 | 0,014 | | |

Tabulka 3 Naměřené koncentrace látky VX v extraktech ze vzorků s nátěrovým systémem

| | Vzorek | C _{Gc} ($\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$) | Vzorek ($\mu\text{g} / \text{vzorek}$) | Plošná kontam. ($\mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$) | Plošná kontam. průměr ($\mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$) | Splňuje požadavek |
|---|--------|---|---|---|---|----------------------|
| | blank | 24,909 | 498,180 | 19,927 | 19,927 | - |
| X | 1 | 0,103 | 2,060 | 0,082 | 0,095 | ANO |
| | 2 | 0,187 | 3,740 | 0,150 | | |
| | 3 | 0,182 | 3,640 | 0,146 | | |
| | 4 | 0,077 | 1,540 | 0,062 | | |
| | 5 | 0,045 | 0,900 | 0,036 | | |
| Y | 1 | 0,032 | 0,640 | 0,026 | 0,027 | ANO |
| | 2 | 0,030 | 0,600 | 0,024 | | |
| | 3 | 0,051 | 1,020 | 0,041 | | |
| | 4 | 0,027 | 0,540 | 0,022 | | |
| | 5 | 0,029 | 0,580 | 0,023 | | |

Z tabulek je patrné, že plošné kontaminace po působení zařízení HYDROfogg splňují alianční požadavek na minimální plošnou kontaminaci látky VX a to pro oba testované materiály (sklo a vnitřní nátěrový systém) a pro obě kritéria, tzn. pro orientační i pro rozhodčí. U skla byla stanovena koncentrace látky VX $0,06 \mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$ a v adsorpčním materiálu $0,039 \mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$. U vnitřního nátěrového systému pak $0,095 \mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$ a v adsorpčním materiálu $0,027 \mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$.

4 ZÁVĚR

Dekontaminační účinnost zařízení HYDROfogg byla ověřována na látce VX pro dva typy vzorků (sklo a nátěrový systém). Počáteční plošná kontaminace činila $0,2 \text{ g.m}^{-2}$ (vnitřní povrchy), doba kontaminace byla 0 minut a doba působení dekontaminační směsi 30 minut. Lze konstatovat, že zařízení HDYDROfogg vykazuje uspokojivou dekontaminační účinnost vůči látce VX. U obou materiálů byly splněny požadavky pro maximální plošnou kontaminaci dle aliančních předpisů.

VX – V Agent

IUPAC Name:

N-[2-[ethoxy(methyl)phosphoryl]sulfanylethyl]-N-propan-2-ylpropan-2-amine

CAS:

50782-69-9

Molecular Formula:
 $C_{11}H_{26}NO_2PS$
Molecular Weight:

 267.368 g.mol⁻¹
Density:

 1.0083 g.cm⁻³ at 25 °C

Melting Point:

-51 °C

Boiling Point:

298 °C

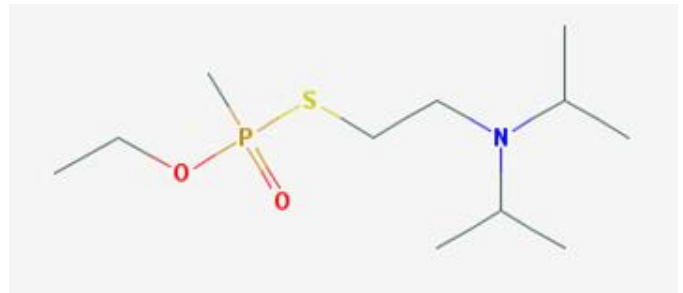
LD₅₀:

 8 mg.kg⁻¹
LC₅₀:

 35-45 mg.min.m⁻³
IC₅₀:

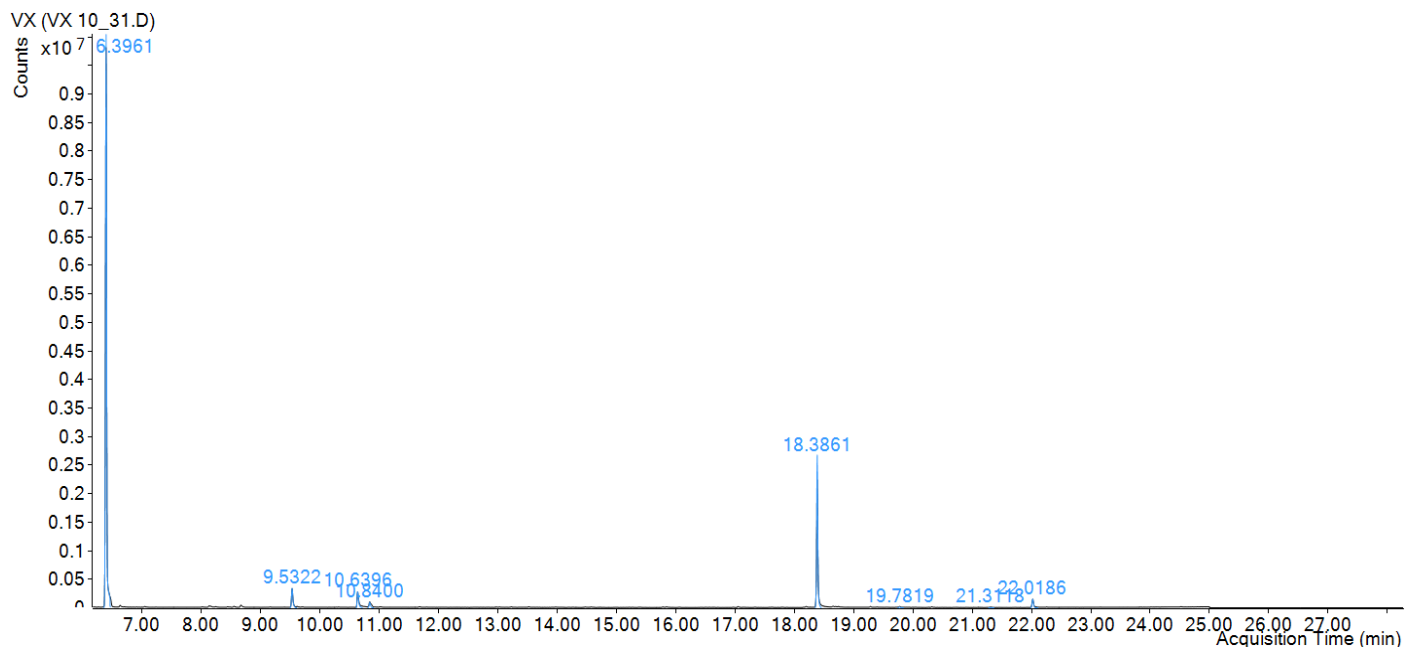
 5 mg.min.m⁻³
Color:

Colorless to straw colored liquid, similar in appearance to motor oil

Structure:

Volatility:

 1.6 mg.m⁻³
Odor:

Odorless



| Component RT | Compound Name | Match Factor | CAS# | Area % | Component Area |
|----------------|---|--------------|-------------------|--------------|------------------|
| 6,3961 | Trifluoroacetamide, 2TMS derivative | 97,7 | 21149-38-2 | - | 14758492,3 |
| 9,5322 | 2-Propanamine, N-(2-chloroethyl)-N-(1-methylethyl)- | 97,3 | 96-79-7 | 11,33 | 592818,3 |
| 10,6396 | 2-(Diisopropylamino)ethanethiol | 90,7 | 5842-07-09 | 9,60 | 502345,9 |
| 10,84 | O-Ethyl O-trimethylsilyl methylphosphonothionate | 92,4 | 1000385-77-1 | 3,15 | 164669,8 |
| 18,3861 | VX | 93,3 | 50782-69-9 | 70,13 | 3669707,3 |
| 19,7819 | Bis(2-diisopropylaminoethyl) sulfide | 81,9 | 110501-56-9 | 0,58 | 30502,3 |
| 21,3118 | 3-Hexanone, 2,5-dimethyl- | 81,9 | 1888-57-9 | 0,19 | 10072,8 |
| 22,0186 | Bis(diisopropylaminoethyl)disulfide | 96,6 | 65332-44-7 | 5,01 | 262325,7 |
| 23,3638 | Phosphonothioic acid, methyl-, O-[2-[bis(1-methylethyl)amino]ethyl]-, O-ethyl ester | 79 | 71840-25-0 | 11,33 | 14758492,3 |

Purity: 70.13 %

Batch no.: VX 10_31

Date of Analysis: October 31, 2023



Vojenský výzkumný ústav, s.p.
Veslařská 230, 637 00 Brno
DIČ: CZ29372259, IČ: 29372259



Marek Andrle, Ph.D.
Department of the Decontamination