

FACULTATEA DE CHIMIE APLICATĂ ȘI ȘTIINȚA MATERIALELOR
TITLUL TEZEI: Compuși de interes pentru CONVENȚIA PRIVIND INTERZICEREA ARMELOR CHIMICE

Autor: Ing. Gabriel Epure

Coordonator: Prof. Dr. Ing. Laurențiu Filipescu

Cu toate că folosirea armelor chimice în timpul unui conflict pare din ce în ce mai puțin probabilă, pericolul pe care îl reprezintă aceste substanțe toxice nu poate fi eliminat în totalitate, existând posibilitatea atacurilor teroriste cu substanțe toxice de luptă și a deversărilor accidentale în timpul transportului de substanțe chimice periculoase.

Cercetările întreprinse în cadrul tezei au avut drept scop studiul posibilităților de identificare a compușilor de interes pentru Convenția privind Interzicerea Armelor Chimice ce nu pot fi analizați direct prin cromatografie de gaze cuplată cu spectrometrie de masă (GC-MS): levizite, produși de degradare ai agenților neuroparalitici. În acest scop au fost utilizate diferite reacții de derivatizare pentru tehnica GC-MS, precum și tehnici moderne RMN unidimensionale și bidimensionale (experimente ^1H - ^{31}P HSQMBC, HSQC și HSQC decouplat de ^{31}P , 2D Fast-HMQC).

În prima parte a lucrărilor experimentale sunt prezentate rezultatele studiilor privind identificarea prin GC-MS a levizitelor: determinarea limitei de detecție prin GC-MS, metode de pregătire a probelor în scopul detecției și identificării levizitelor ce au la bază silanizarea și reacțiile levizitelor cu tiolii, determinarea spectrelor de masă pentru compuși rezultați din reacția levizitelor cu propantiol și butantiol și utilizarea acestora în procesul de identificare.

Partea a doua a lucrărilor experimentale cuprinde un amplu studiu privind posibilitățile de identificare prin RMN a produșilor de degradare ai agenților neuroparalitici și vezicanti aflați în probe de apă, solvent organic și sol.

În cea de-a treia parte experimentală, metodele de identificare GC-MS dezvoltate anterior sunt utilizate în studiul proceselor de degradare fotocatalitică a agenților neuroparalitici. Sunt prezentate lucrările efectuate privind verificarea activității fotocatalitice a formelor N-TiO₂ anatas și rutil pe un agent neuro real, soman, precum și unele contribuții originale la stabilirea mecanismelor de degradare fotocatalitică a somanului.

Metodele analitice dezvoltate au fost verificate în urma participării cu succes la testele de competență organizate de către OIAC, în care alături de tehnica GC-MS/EI a fost utilizată ca a doua tehnică spectrometrică de identificare ionizarea chimică cu lichide (metanol).

FACULTY OF APPLIED CHEMISTRY AND MATERIAL SCIENCE
THESIS TITLE: Compounds of interest for the CHEMICAL WEAPONS CONVENTION (CWC)

Author: Eng. Gabriel Epure

Coordinator: Prof. Eng. Laurențiu Filipescu, PhD

Although the use of chemical warfare agents during a military conflict seems to be less and less probable, the threat that these toxic chemicals represent cannot be entirely eliminated, the possibility of terrorist attacks involving chemical warfare agents and accidental spills during transportation still existing.

The goal of the researches carried out during this thesis was to study the possibilities of identification of compounds of interest for Chemical Weapons Convention, which cannot be analyzed directly using gas chromatography coupled with mass spectrometry (GC-MS): lewisites, degradation products of nerve agents. There were used different derivatization reactions for GC-MS, and also one-dimensional and bi-dimensional RMN techniques (^1H - ^{31}P HSQMBC, HSQC and HSQC uncoupled by ^{31}P , but also 2D Fast-HMQC experiments).

The results of the studies on lewisites identification using GC-MS are presented in the first part of experimental work: measurement of detection limit using GC-MS, sample preparation methods for detection and identification of lewisites, based on silanization and lewisites reactions with thiols, acquisition of mass spectra for the compounds resulted from lewisites reactions with propane-thiol and butane-thiol and their use in the identification process.

The second part of experimental work consist in a thorough study on the possibilities to identify the degradation products of nerve and vesicant agents in water, organic solvent and soil samples using RMN.

The GC-MS identification methods previously developed are used in the third part of experimental work, the study of photocatalytic degradation of nerve agents. The researches on photocatalytic activity verification of N-TiO₂, anatas and rutil, using a live chemical warfare agent (soman), but also some original contributions to identification of mechanisms for photocatalytic degradation of soman are presented.

The analytical methods I have developed were verified during the successful participation on proficiency tests organized by OPCW, where the identification using liquid chemical ionization (with methanol) was the second spectrometric technique used, beside GC-MS/EI technique.