

ложение *Б* проба из поглотительной колонки потоком газа-носителя переносится в хроматографическую колонку. Пламенно-ионизационный детектор, установленный на выходе хроматографической колонки, регистрирует хорошее разделение пиков йодистого метила и ЭМХУК. Хлорпроизводные метана, этана и монохлоруксусная кислота не мешают определению ЭМХУК². Погрешность определения ХАХ составляет 22 % в диапазоне концентраций от 0,4 до 200 мг/м³.

Таким образом, усовершенствование газохроматографической аппаратуры и применение при анализе ХАХ реакции взаимодействия его с этиловым спиртом, а также операций экстракции и концентрирования полученного ЭМХУК позволили разработать чувствительную и селективную методику определения ХАХ в воздухе с пределом обнаружения 0,13 мг/м³ при объеме пробы воздуха 18 л.

Предлагаемая методика может быть рекомендована для контроля за содержанием ХАХ в воздухе рабочей зоны.

Для проведения токсикологических исследований была отработана высокочувствительная газохроматографическая методика анализа ХАХ в воздухе с использованием хроматографа ЛХМ-80 с детектором по захвату электронов.

Согласно [5], воздух, содержащий ХАХ, барботируют через раствор толуола с 2,4,6-трихлорфенолом и пиридином. При этом образуется производное 2,4,6-трихлорфенилхлорацетат, который анализируют на хроматографе. Для увеличения выхода продукта реакции в исходном растворе берут избыток 2,4,6-трихлорфенола. Пиридин является катализатором реакции.

В два последовательно соединенных поглотителя заливают по 10 мл реакционной смеси, содержащей 20 мл толуола, 0,14 г 2, 4, 6-трихлорфенола и 0,1 мл пиридина. С помощью компрессора ВК-1 исследуемый воздух пропускают со скоростью 0,5 л/мин в течение 30 мин. После отбора пробы остаток непрореагировавшего 2, 4, 6-трихлорфенола извлекают из раствора двойной экстракцией 10 мл 1 н. NaOH. Затем реакционную смесь используют для анализа. Пробу объемом 10 мкл вводят в испаритель хроматографа,

режим работы которого следующий: стеклянная колонка (длиной 0,7 м с внутренним диаметром 3 мм) заполнена насадкой, содержащей 3 % полиметафенилового эфира РРЕ-20, нанесенного на супелкопорте [4]; температура колонки 160°, испарителя 170°С, детектора 230°С. Скорость газа-носителя (азота) через колонку 40 мл/мин и на продувку детектора 20 мл/мин, шкала усилителя 2·10⁻¹⁰. Время удерживания компонентов реакционной смеси: пиридина 15 с, 2, 4, 6-трихлорфенола 50 с и трихлорфенилхлорацетата 170 с.

При использовании метода абсолютной калибровки по исходному веществу были приготовлены растворы ХАХ в толуоле в диапазоне от 3·10⁻⁵ до 1,5·10⁻³ мг/мл в присутствии остальных реагентов, что соответствует условиям отбора проб воздуха с ХАХ объемом 15 л при его концентрациях от 0,02 до 1 мг/м³. После выдержки растворов в течение 10 мин и удаления избытка 2, 4, 6-трихлорфенола в последующем хроматографическом анализе показано, что между концентрацией ХАХ в исходных растворах и высотой хроматографического пика продукта реакции существует прямо пропорциональная зависимость.

Погрешность определения ХАХ в воздухе в диапазоне концентраций от 0,04 до 1,0 мг/м³ составляет 15 %.

Таким образом, использование реакции взаимодействия ХАХ с 2, 4, 6-трихлорфенолом и детектора электронного захвата позволило достигнуть предела обнаружения ХАХ в воздухе 0,01 мг/м³ при объеме пробы воздуха 15 л.

Литература

1. Вредные вещества в промышленности / Под ред. Э. Н. Левиной, И. Д. Гадаскиной: Справоч. пособие. — Л., 1985.
2. Король А. Н. Неподвижные фазы в газожидкостной хроматографии: Справочник. — М., 1985.
3. Костюковский Я. Л. // Журн. аналит. химии. — 1970. — Т. 25, вып. 11. — С. 2228—2230.
4. Методические указания по определению вредных веществ в воздухе: МЗ СССР. — М., 1979. — Вып. 15. — С. 86—88.
5. Langvarett P. W., Nestrick T. I., Hermann E. A., Braun W. H. // J. Chromatogr. — 1978. — Vol. 153, N 3. — P. 443—451.

Поступила 12.04.88

² В работе принимала участие И. И. Воробьева.

УДК 614.777:628.191:66.062.412.11-13

Л. В. Кузнецова

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХЛОРИСТОГО ЭТИЛА В ВОДЕ

Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний

Хлористый этил находит широкое применение в производствах тетраэтилсвинца, кремнийорганических соединений, синтетических каучуков. Для контроля за содержанием хлористого этила в воде водоемов разработан газохроматографи-

ческий метод определения хлористого этила в воде. Поскольку хлористый этил высоколетучее соединение ($T_{кип}$ 13,2°С) [2], то для его анализа был применен метод равновесной паровой фазы [1] с использованием хроматографа «Цвет»,

снабженного пламенно-ионизационным детектором. При разработке условий хроматографирования учитывали возможные сопутствующие хлористому этилу примеси: хлористый винил, ацетон, дихлорэтан, метанол, хлороформ, метилхлорид, формальдегид. При определении хлористого этила в воде водоемов и очищенных сточных водах для надежной идентификации разделение рекомендуется проводить на 3 колонках с полисорбом-1, 10 % ПЭГА на хроматоне N-AW-HMDS и 10 % $\beta\beta'$ -оксидипропионитрилом на хроматоне N-AW-HMDS; колонки стеклянные длиной 2—3 м.

Для определения хлористого этила в сточных водах производства хлористого этила достаточно любой одной колонки, поскольку в составе сточных вод, мешающих анализу хлористого этила, примесей нет.

Определение проводится в следующей последовательности: 3 мл анализируемой воды вносят в пенициллиновый пузырек, закрывают крышкой, под крышку вставляют кусочек тефлоновой ленты. Пузырек помещают в металлический пенал с завинчивающейся крышкой, в которой имеется отверстие под иглу. Пенал выдерживают 15 мин в термостате при температуре 30 °С, затем 1 мл паровой фазы отбирают слегка подогретым шпри-

цем с тефлоновой прокладкой и вводят в испаритель хроматографа. Количественное определение проводят методом абсолютной градуировки, которую осуществляют по стандартным растворам хлористого этила в воде. Стандартные растворы готовят весовым методом путем последовательных разведений; используемая при этом посуда тщательно захлаживается.

Градуировочную характеристику прибора снимали в интервалах 0,1—1, 1—10, 10—100, 100—1000 мг/л на разных шкалах электрометра. Колонка с 10 % β, β' -оксидипропионитрила на хроматоне N-AW-HMDS, $T_{исп}$ 100 °С, $T_{кол}$ 60 °С, скорость газа-носителя 35 мл/мин. Нижний предел обнаружения 0,2 мг/л ($n=6$, $p=0,95$, $S_r=0,23$). Методика была использована при анализе сточных вод производства хлористого этила, где концентрации последнего колебались в интервале 20—2000 мг/л, и при оценке эффективности работы очистных сооружений.

Л и т е р а т у р а

1. Витенберг А. Г., Иоффе Б. В. Газовая экстракция в хроматографическом анализе. — Л., 1982.
2. Краткая химическая энциклопедия. — 1967. — Т. 5. — С. 1029.

Поступила 29.01.88

УДК 613.842:547.56]-074:543.544

В. М. Пожидаев, И. В. Саблукова, Н. П. Шорникова

МЕТОДИКА ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФЕНОЛОВ В ТАБАЧНОМ ДЫМЕ

Новокуйбышевский отдел ВНИИ углеводородного сырья

Вредные вещества табачного дыма (ТД) оказывают отрицательное влияние на здоровье человека. Многочисленными исследованиями качественного состава ТД в нем обнаружено около 3900 вредных веществ [4] различных классов. В этих исследованиях значительно большее внимание уделялось качественному составу ТД и почти без внимания оставались количественные его характеристики. Для табачных изделий зарубежного производства (в основном США и стран Западной Европы) в литературе уже накоплен значительный материал, касающийся методов определения и содержания различных вредных веществ в ТД. Отечественная санитарная химия такими методами пока не располагает.

Фенолы и их производные являются обязательными составляющими ТД, определяющими аромат и качественные различия разных сортов табачных изделий. Вместе с тем по своей токсичности эти вещества занимают одно из ведущих мест среди прочих загрязнителей ТД [2].

В зарубежной литературе описан ряд методик количественного определения фенолов в ТД [3, 5,

6]. Число определяемых индивидуальных соединений фенольного ряда достигает почти двух десятков [6]. Распространение зарубежного опыта в отечественной практике затруднено из-за отсутствия специфических материалов и реактивов.

Нами разработана методика газохроматографического определения фенолов в ТД. Отбор проб ТД проводят с использованием автоматической курительной машины, воспроизводящей стандартные условия курения [1]: 1 затяжка в минуту (сигарета), 2 затяжки в минуту (папироса), длительность затяжки 2 с, объем 41 мл. Количественное улавливание фенолов осуществляют в два последовательно установленных поглотителя с пористой пластиной № 4, заполненных 8 мл 1 н. водного раствора едкого натра каждый. Исследование эффективности поглощения фенолов из ТД с использованием ряда поглотительных склянок (Зайцева, Рыхтера, Дрекеля и др.) показало лучшие возможности поглотителей с пористой пластиной, обеспечивающих практически полное улавливание анализируемых соеди-