

Л. С. Кипарисова, В. Е. Степаненко

**ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕКОТОРЫХ ХЛОРИРОВАННЫХ
УГЛЕВОДОРОДОВ В ВОЗДУХЕ ПРОИЗВОДСТВЕННЫХ ПОМЕЩЕНИЙ**

Новосибирский научно-исследовательский санитарный институт

Описанные в литературе методы определения хлорированных углеводородов в воздухе (А. С. Быховская и соавт.; Е. А. Перегуд и Е. В. Гернет) неизбирательны. В настоящей работе применен газохроматографический метод. Исследования проводились на газовом хроматографе «Цвет-4»

с пламенно-ионизационным детектором. В качестве стационарной фазы была использована полиметилфенилсилоксановая жидкость (ПФМС-4), нанесенная на твердый носитель хроматон N—Aw с размером зерен 0,160—0,200 мм в количестве 15% веса носителя. Применялись металлические колонки длиной 3 м с внутренним диаметром 4 мм. Анализ выполняли при температуре колонки 100°, скорости газа-носителя (азота) 40 см³/мин, водорода — 40 см³/мин и воздуха — 400 см³/мин. Измерения проводили при входном сопротивлении электрометра 10⁹ Ом и шкале регистратора 10—50 мВ.

Основным условием высокой чувствительности прибора является стабильность потоков и чистота всех газов, а также чистота поверхности электродов и корпуса пламенно-ионизационного детектора, дозирующей трубки, крана-дозатора и колонки. Для очистки корпус детектора и коллекторный электрод с изолятором помещали на несколько минут в раствор азотной кислоты, затем тщательно промывали дистиллированной водой и высушивали. Подобным образом промывали дозирующую трубку и кран-дозатор. На резиновые кольца штока крана-дозатора аккуратно наносили небольшое количество апиезоновой смазки. Для стабильной работы хроматографической колонки ежедневно перед началом работы в течение часа ее прогревали в потоке азота при 200°.

Пробы воздуха для анализа отбирали с помощью цельностеклянных медицинских шприцев емкостью 50—100 см³. Шприц предварительно продували 10—15 раз исследуемым воздухом. После отбора пробы на шприц надевали иглу, отверстие которой закрывали резиновой пробкой. Проверка показала, что при хранении проб воздуха в шприце в течение 3—4 ч заметного изменения в содержании примесей не наблюдается. Пробу из шприца вводили в хроматограф через кран-дозатор, используя калиброванную дозирующую трубку емкостью 5 см³. Кран-дозатор и трубку нагревали до ~50° для уменьшения сорбции определяемых веществ.

Идентификацию компонентов проводили методом сравнения времени удерживания чистых компонентов и компонентов смеси. Время удерживания хлористого аллила составляло 2 мин 5 с, четыреххлористого углерода — 3 мин 50 с, 1,2-дихлорпропана — 5 мин 35 с, эпихлоргидрина — 7 мин 35 с и тетрахлорэтилена — 8 мин 55 с.

Калибровку прибора осуществляли по четыреххлористому углероду. Стандартную парогазовую смесь из четыреххлористого углерода и азота готовили методом диффузионного разбавления (В. Е. Степаненко и С. И. Кричмар). Для определения коэффициентов стандартизации готовили смесь из хлористого аллила, четыреххлористого углерода, 1,2-дихлорпропана, эпихлоргидрина и тетрахлорэтилена. Точно взвешивали 0,2—0,5 см³ веществ в бюксе с хорошо пришлифованной крышкой. После тщательного перемешивания смесь отбирали микрошприцем и вводили в испаритель хроматографа.

Газохроматографический метод позволяет определять в воздухе производственных помещений хлористый аллил с чувствительностью 0,3 мг/м³, четыреххлористый углерод — 2 мг/м³, 1,2-дихлорпропан — 2 мг/м³, эпихлоргидрин — 1 мг/м³ и тетрахлорэтилен с чувствительностью 2 мг/м³. Этим методом проанализировано более 100 проб воздуха рабочих помещений производства глицерина.

ЛИТЕРАТУРА. Быховская М. С., Гинзбург С. Л., Хализова О. Д. Методы определения вредных веществ в воздухе. М., 1966. — Перегуд Е. А., Гернет Е. В. Химический анализ воздуха промышленных предприятий. Л., 1973. — Степаненко В. Е., Кричмар С. И. — «Ж. аналит. химии», 1971, № 1, с. 147.

Поступила 4/VI 1975 г.