

О.М.Щербина, канд.фарм.н., доцент, А.А.Маланчук (Львівський інститут пожежної безпеки МНС України)

ВИВЧЕННЯ УМОВ ВИЯВЛЕННЯ ВОГНЕГАСНИХ РЕЧОВИН (ХЛОРВМІСНИХ ВУГЛЕВОДНІВ) МЕТОДОМ ГАЗОРІДИННОЇ ХРОМАТОГРАФІЇ

Розглянуто умови розділення деяких хлорвмісних вуглеводнів методом газорідинної хроматографії. Проведений якісний аналіз на різних нерухомих фазах і сорбентах.

Речовини, які відносяться до „летких” отрут, мають широке застосування в народному господарстві і тому дуже часто стають причиною гострих та хронічних отруень. До „летких” отрут належать вуглеводні, спирти, хлорпохідні вуглеводнів [1,2].

Деякі хлорпохідні вуглеводнів є ефективними інгібіторами горіння. Але галогеновуглеводні та продукти їх розкладу і перетворень мають токсичні властивості, негативно впливають на організм людини, атмосферу, ґрунт, воду, тобто на навколишнє середовище. [3,4]

Тому швидка і надійна ідентифікація хлорпохідних вуглеводнів має велике значення для подальшого їх використання [5].

При проведенні досліджень на леткі речовини доцільно використовувати метод газової хроматографії, який має ряд переваг над хімічним методом. За допомогою цього дуже чутливого методу можна розділити леткі речовини та провести їх якісний і кількісний аналіз при наявності навіть незначних їх кількостей в досліджуваному об’єкті [6,7].

Мета даного дослідження – розробка методики аналізу дихлоретану, хлороформу та чотирхлористого вуглецю методом газорідинної хроматографії.

Апаратура, умови та об’єкти хроматографування: хроматограф ЛХМ-8МД, детектор полум’яно-іонізаційний, I колонка металева (250 см x 0,3 см), рідка фаза – 15% сквалану на твердому носії – хроматон А (0,16 – 0,20 мм); II колонка металева (250 см x 0,3 см), рідка фаза 15% карбоваксу 20 М на хезосорбі А (0,20 – 0,36 мм), температура термостата випаровувача – 150°C, температура термостата колонок – 90°C, газ-носії – азот технічний, швидкість газу-носія – 80 мл/хв, швидкість повітря – 300 мл/хв, швидкість водню – 30 мл/хв, швидкість діаграмної стрічки – 10 мм/хв. Об’єкти дослідження: хлорпохідні вуглеводнів (дихлоретан, хлороформ і чотирхлористий вуглець)

Перевірка чутливості детектора. В пеніциліновий флакон вносять 0,5 мл 0,02%-ого розчину н-пропанолу, флакон закривають гумовим корком, поміщають у фіксатор і

нагрівають 5 хв на водяному нагрівнику при 80°C. За допомогою медичного шприца шляхом проколювання корка набирають 2 мл парогазової фази і вводять в камеру випаровувача хроматографа.

На хроматограмі виписується 2 піки – повітря і н-пропанолу. При відхиленні висот піків або часу утримування більше ніж 5-10 % від їх стандартних значень необхідно перевірити герметичність всієї системи з’єднань і стабільність швидкості газу-носія. При задовільному розділенні розраховують виправлений час утримування н-пропанолу (внутрішній стандарт).

Дослідження стандартної суміші. Для виготовлення стандартної суміші в мірну колбу на 100 мл вносять 50 мл диметилсульфоксиду, 0,4 мл дихлоретану, 0,8 мл хлороформу, 0,2 мл чотирхлористого вуглецю і доводять вміст колби диметилсульфоксидом до мітки.

В пеніциліновий флакон вносять 2 мл цієї суміші, додають 0,5 мл внутрішнього стандарту (н-пропанолу), флакон закривають гумовим корком, поміщають у фіксатор і нагрівають 5 хв на водяному нагрівнику при 80°C. Потім шприцом набирають 2 мл парогазової фази (шляхом проколювання корка) і вводять пробу у камеру випаровувача

хроматографа. Визначають параметри утримування стандартних речовин з якими потім порівнюють параметри утримування речовин в досліджуваній суміші.

Аналіз досліджуваної суміші. В два пеніцилінових флакони вносять по 0,5 мл н-пропанолу (внутрішній стандарт), по 2 мл досліджуваної проби, яка може містити дихлоретан, хлороформ або чотирихлористий вуглець) і додають 2,5 г безводного сульфату натрію. Один флакон нагрівають 5 хв на киплячому водяному нагрівнику. Потім, проколюючи корок шприцом, набирають 2 мл парогазової суміші, вводять в камеру випаровувача колонки №1 і записують хроматограму.

Потім аналогічно вміст другого флакона вводять у випаровувач колонки №2 і записують хроматограму.

Одержані параметри утримування порівнюють з параметрами утримування компонентів стандартної суміші.

При дослідженні стандартної суміші було встановлено, що відносний час утримування (відносно н-пропанолу) становить на сквалані для: хлороформу 1,21 с, дихлоретану – 1,49 с, чотирихлористого вуглецю – 2,12 с. На карбоваксі 20 М для: хлороформу – 0,87 с, дихлоретану – 1,23 с, чотирихлористого вуглецю – 0,41 с.

При відсутності піків на хроматограмах (колонки №1 і №2) проби досліджуваного об'єкта можна зробити висновок про відсутність дихлоретану, хлороформу і чотирихлористого вуглецю в цій пробі.

При виписуванні хроматографічних піків у пробах досліджуваного об'єкта їх порівнюють за параметрами утримування із піками стандартних речовин і роблять висновки про присутність хлорпохідних вуглеводнів в даній пробі.

Висновки

1. Розглянуто умови розділення деяких хлорпохідних вуглеводнів методом газорідинної хроматографії.

2. Розраховані відносні параметри утримування досліджуваних речовин на двох сорбентах.

3. Зроблено висновок про доцільність використання фази карбоваксу 20 М на хезосорбі А

ЛІТЕРАТУРА

1. Пецев Н., Коцев Н. *Справочник по газовой хроматографии.* – М.: Мир, 1987.– 260 с.
2. Столяров Б.В., Савинов И.М., Витенберг А.Г. *Руководство к практическим работам по газовой хроматографии.* – Л.: Химия, 1988. – 336 с.
3. Крамаренко В.П. *Токсикологічна хімія,* - К.: Вища школа, 1995. – 423 с.
4. Щербина О.М., Данильчук А.В. *Токсичність вогнегасних речовин (галоїдовуглеводнів). Пожежна безпека. ЛПБ, Укр. НДПБ МВС України, 2002, №2, С.72-73.*
5. Мицухин В.А., Фелицин Ф.Т. *Газохроматографическое обнаружение хлорсодержащих углеводородов в биологическом материале.* – Суд.-мед. экспертиза, 1988, №2, С.30-33.
6. Айвазов Б.В. *Основы газовой хроматографии.* – М.: Высшая школа, 1977. – 184 с.
7. Бабилев Ф.В., Тряпицина Т.А. *Газожидкостная хроматография в фармацевтическом анализе.* – Кишинев: Штиинца, 1978. – 136 с.