

УДК 543.54 : 547.322

Аннс ЭРМ, Ирина ХЯРСИНГ, Яан ПЕНЧУК, Калле ИЛЬМОЯ,
Койт ЛЭЭТС**МЕТОД ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ
ГИДРОХЛОРИДА ИЗОПРЕНА В ВОЗДУХЕ**

Аннс ERM, Irina HÄRSING, Jaan PENTSUK, Kalle ILMOJA, Koit LÄÄTS. GAASIKROMATOGRAAFILINE MEETOD ISOPREENI HÜDROKLORIIDI MÄÄRAMISEKS OHUS

Аннс ERM, Irina HÄRSING, Jaan PENTCHUK, Kalle ILMOJA, Koit LÄÄTS. A METHOD OF GAS CHROMATOGRAPHIC DETERMINATION OF ISOPRENE HYDROCHLORIDE IN THE AIR

Синтез терпеноидных соединений методом теломеризации изопрена с его гидрохлоридом [1] налажен на Опытном заводе Института химии АН Эстонии. В связи с тем, что гидрохлорид изопрена (смесь изомеров 1-хлор-3-метил-2-бутена (I) и 3-хлор-3-метил-1-бутена (II)) действует раздражающе на слизистую оболочку глаз и, по данным ВНИИ гигиены и токсикологии пестицидов, полимеров и пластических масс, относится к среднетоксичным веществам (ЛД₅₀ 1150 мг/кг), необходимо разработать санитарно-гигиенические нормы на его содержание в воздухе рабочих помещений. С этой целью нами предложен чувствительный газохроматографический метод определения гидрохлорида изопрена в воздухе.

В работе использовали следующие реактивы, материалы и приборы: гидрохлорид изопрена — смесь (I) и (II) в соотношении 9 : 1; *n*-гептан ч.; сжатые азот, водород и воздух в соответствии с требованиями ГЖХ; стеклянная колонка 2,5 м × 3 мм, наполненная Инертоном AW DMCS (0,16—0,20 мм), пропитанным жидкой фазой Reoplex-400 (5%); хроматограф «Сhrom 5» с ПИД, микрошприц, электроаспиратор М-822, поглощательные сосуды с пористой пластинкой, пикнометры на 5 мл, ингаляционная камера.

Условия хроматографирования: температура колонки 80 °С, испарителя 150 °С, детектора 150 °С; температурный режим — изотермический; расход азота 50 мл/мин, водорода 60 мл/мин, воздуха 600 мл/мин; скорость диаграммной ленты 300 мм/мин; объем вводимой пробы 1—5 мкл, время удерживания (I) 6 мин, продолжительность анализа 10 мин.

Отбор проб воздуха проводили путем аспирации 10 л воздуха со скоростью 0,5 л/мин через поглощательные приборы, заполненные 5 мл *n*-гептана и помещенные в смесь воды со льдом. Анализируемый раствор количественно переносили в пикнометр и дополняли *n*-гептаном до метки.

Калибровочные растворы готовили с содержанием гидрохлорида изопрена в *n*-гептане от 5 до 100 мкг/мл. Градуировочный график строили в координатах высота пика (I) — концентрация гидрохлорида изопрена. Концентрацию гидрохлорида изопрена, отобранного из воздуха (мг/м³, мкг/л), определяли по формуле

$$C = \frac{q \cdot B}{b \cdot V_{\text{ст}}},$$

где q — количество гидрохлорида изопрена в анализируемом объеме поглощательного раствора, мкг; b — объем поглощательного раствора, взятого для анализа, мл; B — общий объем поглощательного раствора, мл; $V_{\text{ст}}$ — анализируемый объем воздуха, приведенный к стандартным условиям в соответствии с ГОСТ от 12.1.005-76, л.

$V_{ст}$ рассчитывали по формуле

$$V_{ст} = \frac{V_t \cdot 273 \cdot p}{(273 + t) \cdot 760}$$

где V_t — объем воздуха при температуре t в месте отбора пробы, л;
 p — атмосферное давление, мм. рт. ст.

Количественное определение гидрохлорида изопрена в воздухе
($n=3$, $P=0,95$)

Задано, мг/м ³	Обнаружено, мг/м ³	Обнаружено, % к заданному
1,0	0,8±0,1	80
2,5	2,0±0,2	80
10,0	9,0±0,4	90
100,0	90,0±0,9	90

В таблице представлены результаты определения гидрохлорида изопрена в воздухе, аспирированного в заданном количестве через ингаляционную камеру.

Предложенный метод определения гидрохлорида изопрена в воздухе имеет предел обнаружения 0,5 мг/м³, ошибка определения — 20%.

ЛИТЕРАТУРА

1. Лээтс К. Синтез терпеновых производных из изопрена методом теломеризации // Изв. АН ЭССР. Хим. Геол., 1968, 17, № 4, 355—360.

Институт химии
Академии наук Эстонии

Поступила в редакцию
1/XII 1989