

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ
Государственное учреждение
«Республиканский центр гигиены, эпидемиологии и общественного
здоровья»
Научно-исследовательский институт
гигиены, токсикологии, эпидемиологии, вирусологии и микробиологии

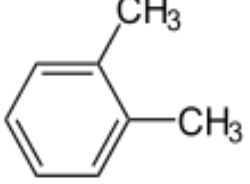
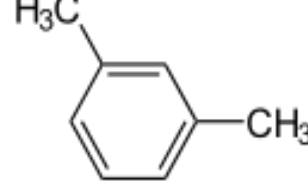
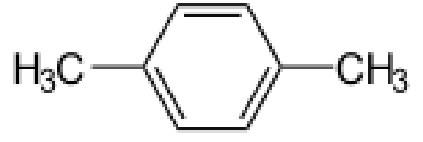
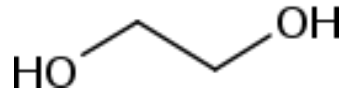
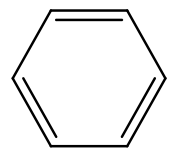
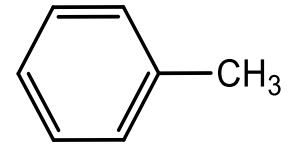
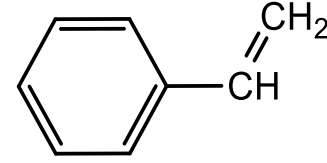
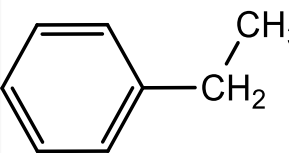
Условия газохроматографического анализа для совместного
определения летучих органических соединений в воздухе рабочей зоны :
толуол, м-, п- и о-ксилолы, бензол, этилбензол, стирол и этиленгликоль

Научная сессия БГМУ, 30 января 2025 г

Секция «Гигиенические науки и радиационная медицина»

Авторы: Лебединская К.С., Крымская Т.П.,
Гук Д.Л., Чеботкова Д.В., Казакевич Е.Л.

Актуальность

Структурная формула								
Систематическое название	о-ксилол	м-ксилол	п-ксилол	этандиол-1,2	бензол	метилбензол	винилбензол	этилбензол
Традиционное название	орто-ксилол	мета-ксилол	пара-ксилол	этиленгликоль	бензол	толуол	стирол	этилбензол
Название по IUPAC	1,2-диметилбензол	1,3-диметилбензол	1,4-диметилбензол	этандиол-1,2	бензол	метилбензол	этинилбензол	этилбензол
Описание	бесцветная жидкость со сладковатым запахом	бесцветная жидкость со сладковатым запахом	бесцветная жидкость со сладковатым запахом	прозрачная бесцветная жидкость с консистенцией сиропа	бесцветная прозрачная жидкость с характерным ароматическим запахом	бесцветная прозрачная жидкость с характерным ароматическим запахом	бесцветная маслянистая жидкость с ароматическим запахом	бесцветная прозрачная жидкость с ароматическим запахом
Молекулярная формула	C_8H_{10}	C_8H_{10}	C_8H_{10}	$C_2H_6O_2$	C_6H_6	C_7H_8	C_8H_8	C_8H_{10}
Молярная масса, г/моль	106,16	106,16	106,16	62,07	78,11	92,14	104,15	106,16
Плотность (при 20 °С), г/см³	0,88	0,86	0,86	1,113	0,879	0,867	0,906	0,867
Точка кипения, °С	144	139	138	197	80	111	145	136
Точка плавления, °С	-25	-48	13	-13	5,5	-95	-31	-95
Давление пара (при 20 °С), мм рт.ст.	7	3,6	3,7	0,092	76	21	5	7
Растворимость в воде (при 20 °С)	0,018 г / 100 см ³	0,016 г / 100 см ³	0,016 г / 100 см ³	-	1,6 г/100 см ³	0,53 г/100 см ³	0,035 г/100 см ³	0,047 г/100 см ³

Этиленгликоль по степени воздействия на организм человека относится к 3-му классу опасности. Этиленгликоль **быстро абсорбируется организмом (включая через кожу)** и в течение нескольких часов циркулирует в крови в неизменном состоянии, достигая пиковой концентрации через 2–5 часов, после чего **накапливается в тканях**.

Основная причина отравлений в настоящее время – **использование технических жидкостей** и этиленгликоля в качестве суррогатов алкогольных напитков. В связи с этим наибольшее количество отравлений этиленгликолем связано с **поступлением через желудочно-кишечный тракт**.

В производственных условиях основным путем проникновения бензола в организм является **вдыхание его паров**. При работе с жидким бензолом возможно его **проникновение через кожу** вследствие высокой липофильности. **Бензол метаболизируется преимущественно в печени**, куда поступает через кровоток.

Стирол принадлежит ко 2-ому классу опасности. Это в подавляющем большинстве **вдыхание его паров, потребление загрязненной им пищи и воды, курение, попадание через кожу или перорально при контакте с веществом в жидком виде**. Негативное воздействие стирола связано с его действием на нервную систему.

Население может подвергаться остаточной миграции толуола путем **вдыхания атмосферного воздуха**, содержащего пары толуола, **при курении сигарет и потреблении загрязненных продуктов питания и воды**. Пары толуола хорошо **всасываются через дыхательные пути** и попадают в кровообращение, откуда вещество перемещается в мозг и оказывают токсическое воздействие на центральную нервную систему. При контакте в жидком виде с кожей и глазами вызывает сильное раздражение, а при попадании внутрь может вызывать отек легких.

Ксилолы попадают в человеческий организм **ингаляционным путем**. При этом наблюдается высокий коэффициент поглощения, что приводит к быстрому токсическому отравлению.

Этилбензол, как и толуол, преимущественно попадает в **организм через дыхательные пути и всасывается в кровоток**. Относится к 3-ему классу опасности, пагубно влияет на ЦНС, вызывает повреждение почек, печени, обладает гематотоксичностью.

Основные источники попадания в организм человека

ПОСТАНОВЛЕНИЕ СОВЕТА МИНИСТРОВ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

25 января 2021 г. № 37

Об утверждении гигиенических нормативов

На основании части четвертой статьи 13 Закона Республики Беларусь от 7 января 2012 г. № 340-З «О санитарно-эпидемиологическом благополучии населения», подпункта 2.2 пункта 2 общих санитарно-эпидемиологических требований к содержанию и эксплуатации капитальных строений (зданий, сооружений), изолированных помещений и иных объектов, принадлежащих субъектам хозяйствования, утвержденных Декретом Президента Республики Беларусь от 23 ноября 2017 г. № 7, Совет Министров Республики Беларусь ПОСТАНОВЛЯЕТ:

1. Утвердить:

гигиенический норматив «Показатели безопасности и безвредности атмосферного воздуха» (прилагается);

гигиенический норматив «Показатели безопасности и безвредности воды водных объектов для хозяйственно-питьевого и культурно-бытового (рекреационного) использования и воды в ванне бассейна» (прилагается);

гигиенический норматив «Показатели безопасности питьевой воды» (прилагается);

гигиенический норматив «Показатели безопасности и безвредности почвы» (прилагается);

гигиенический норматив «Гигиенические и санитарно-микробиологические показатели безопасности воздушной среды помещений, организаций, организаций»

Содержание толуола, м-о-п-ксилолов, бензола, этилбензола, стирола, этиленгликоля в воздухе рабочей зоны регламентируется санитарными нормами, правилами и гигиеническими нормативами Республики Беларусь.

ПДК в воздухе рабочей зоны составляют

Вещество	ПДК _{мр} , мг/м ³	ПДК _{сс} , мг/м ³
Стирола	30	10
Ксилолов	150	50
Толуола	150	50
Бензола	15	5
Этиленгликоля	10	5
Этилбензола	150	50

Цель работы – подбор условий для **совместного** хроматографического анализа толуола, м-о-п-ксилолов, бензола, этилбензола, стирола и этиленгликоля в воздухе рабочей зоны

Задачи:

- Выбор капиллярной колонки и детектора
- Выбор газа-носителя и скорости потока газа-носителя
- Оптимизация температурной программы колонок
- Метод ввода пробы

Установление условий хроматографирования

○ Выбор капиллярной колонки

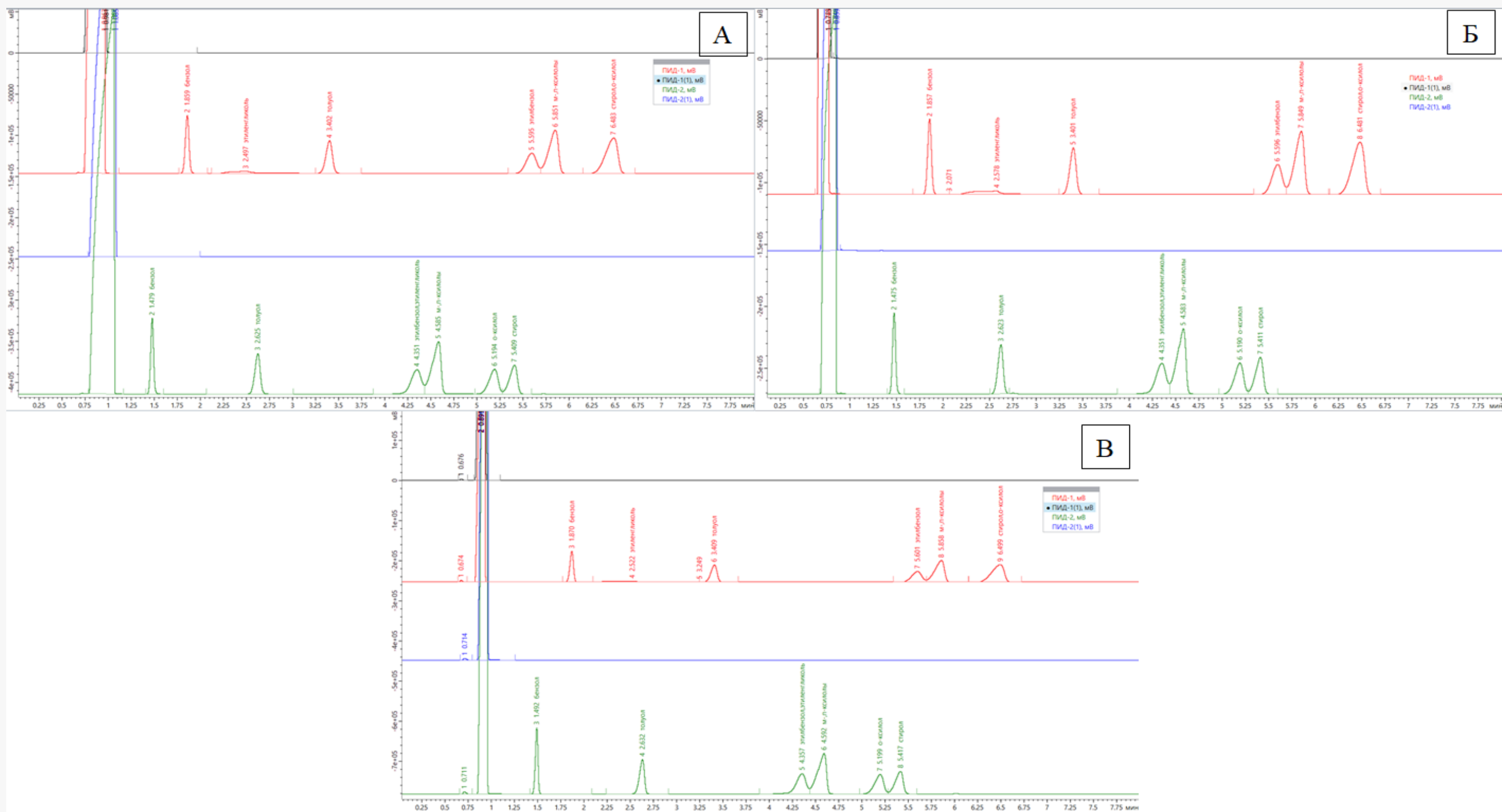
В ходе исследований проводили хроматографический анализ пробы сразу на нескольких капиллярных разделительных колонках с разной длиной и стационарными фазами:

- ZB-Wax длиной 60 м, внутренним диаметром 0,53 мм, со слоем неподвижной жидкой фазы карбовакс 20 М, толщиной 1,0 мкм;
- DB-624 длиной 60 м, внутренним диаметром 0,53 мм, со слоем неподвижной жидкой фазы из 6 % цианопропил-фенила и 94 % диметилполисилоксана толщиной 3,0 мкм;
- DB-5 длиной 30 м, внутренним диаметром 0,53 мм, со слоем неподвижной жидкой фазы из 5 % фенил-полисилоксана и 95 % диметилполисилоксана толщиной 1,5 мкм;
- DB-1701 длиной 30 м, внутренним диаметром 0,53 мм, со слоем неподвижной жидкой фазы из 14 % цианопропилфенилполисилоксана и 86 % диметилполисилоксана толщиной 1,0 мкм.

В ходе выполнения испытаний использовались стандартные растворы содержащие одновременно смесь толуола, м-о-п-ксилолов, бензола, этилбензола, стирола, этиленгликоля концентрацией 10 мг/см³, приготовленные в различных органических растворителях (метиловый спирт, этиловый спирт, ацетон).

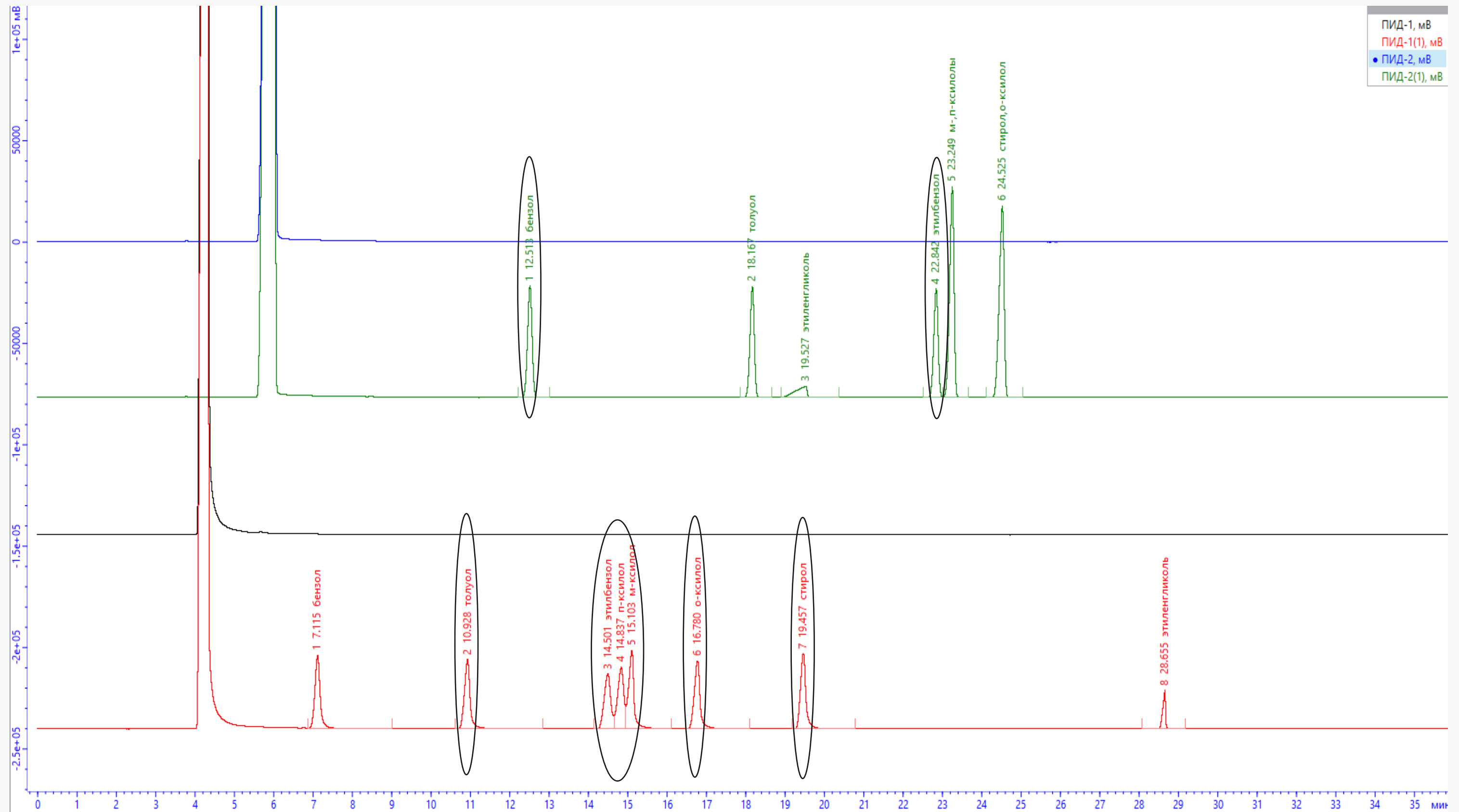


Наименование колонки	Соединение	Время удерживания, R _f , мин			Высота эквивалентной теоретической тарелки, см			Коэффициент асимметрии A _s			Число теоретических тарелок, N		
		Ac	MeOH	EtOH	Ac	MeOH	EtOH	Ac	MeOH	EtOH	Ac	MeOH	EtOH
DB-5	Толуол	3,409	3,401	3,402	0,34408	0,38491	0,39124	0,681	0,750	0,760	8719	7794	7668
	М-ксилол	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	О-ксилол	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	П-ксилол	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	Бензол	1,870	1,857	1,859	0,52530	0,60472	0,56797	0,797	0,894	0,877	5711	4961	5282
	Стирол	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	Этилбензол	5,601	5,596	5,595	0,30309	0,32758	0,34184	0,759	0,765	0,786	9898	9158	8776
	Этиленгликоль	2,522	2,578	2,497	20,0000	14,7783	10,8696	-	-	-	150	203	276
DB-1701	Толуол	2,632	2,623	2,625	0,41946	0,49205	0,50134	0,604	0,709	0,738	7152	6097	5984
	М-ксилол	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	О-ксилол	5,199	5,190	5,194	0,27561	0,27663	0,29022	0,609	0,663	0,629	10885	10845	10337
	П-ксилол	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	Бензол	1,492	1,475	1,479	0,54035	0,79344	0,67950	0,755	0,925	0,885	5552	3781	4415
	Стирол	5,417	5,411	5,409	0,20071	0,19843	0,19578	0,472	0,506	0,497	14947	15119	15323
	Этилбензол	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	Этиленгликоль	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
ZB-Wax	Толуол	10,928	10,951	10,985	0,32206	0,359626	0,297693	0,890	0,874	0,907	18630	16684	20155
	М-ксилол	15,103	15,119	15,101	0,136196	0,139736	0,148053	0,809	0,796	0,794	44054	42938	40526
	О-ксилол	16,780	16,796	16,781	0,116335	0,118175	0,117364	0,815	0,768	0,860	51575	50772	51123
	П-ксилол	14,837	14,859	14,827	0,227161	0,257787	0,245188	0,607	0,537	0,617	26413	23275	24471
	Бензол	7,115	7,074	-	0,22367	1,281504	-	1,058	0,985	-	6505	4682	-
	Стирол	19,457	19,477	19,471	0,072423	0,071559	0,072308	1,157	1,014	1,095	82847	83847	82978
	Этилбензол	14,501	14,503	14,475	0,25277	0,269493	0,312272	0,783	0,864	0,854	23737	22264	19214
	Этиленгликоль	28,655	29,665	28,665	0,008985	0,009625	0,009461	0,329	0,323	0,325	667814	623409	634171
DB-624	Толуол	18,167	18,171	18,172	0,063536	0,066362	0,065632	0,813	0,811	0,804	94435	90413	91419
	М-ксилол	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	О-ксилол	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	П-ксилол	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	Бензол	12,513	12,503	12,500	0,17333	0,177352	0,171944	0,896	0,833	0,895	34616	33831	34895
	Стирол	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	Этилбензол	22,842	22,848	22,853	0,039383	0,04109	0,040199	0,782	0,833	0,766	152350	146022	149257
	Этиленгликоль	19,527	19,542	19,551	0,466418	0,451637	0,46332	0,134	0,133	0,153	12864	13285	12950



а) этанол; б) метанол; в) ацетон

Рисунок 8 – Хроматограммы чистых растворителей и совместного раствора с использованием капиллярных колонок DB-5 и DB-1701. Температура испарителя – 280 °С; температура детектора – 280 °С; давление на вход в капиллярную колонку – 61,5 кПа

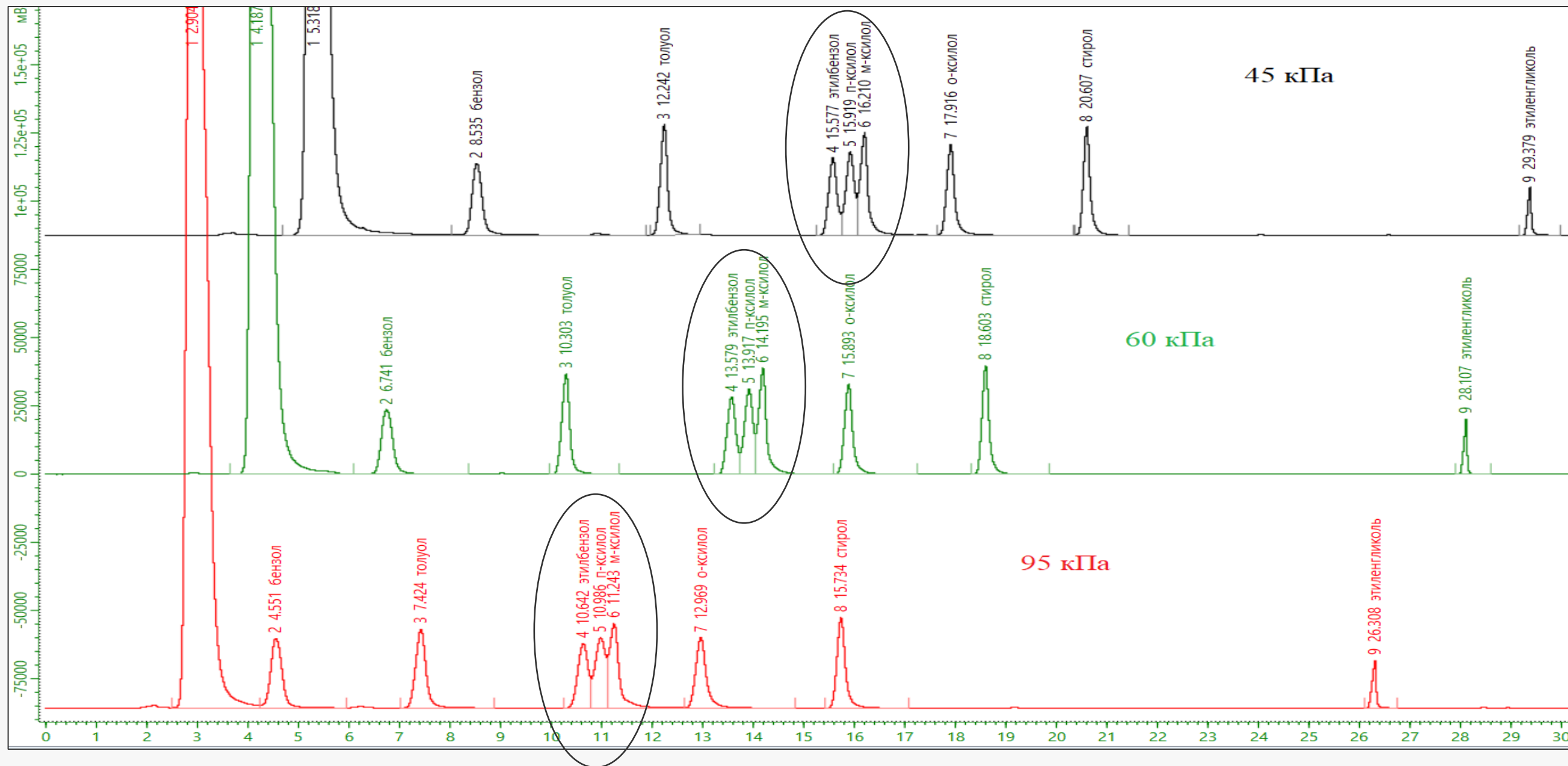


Хроматограммы чистого ацетона и совместного раствора определяемых веществ с использованием капиллярных колонок DB-624 и ZB-Wax. Температура испарителя – 220 °С; температура детектора – 250 °С;

Установление условий хроматографирования

○ Выбор газа-носителя и скорости потока газа-носителя

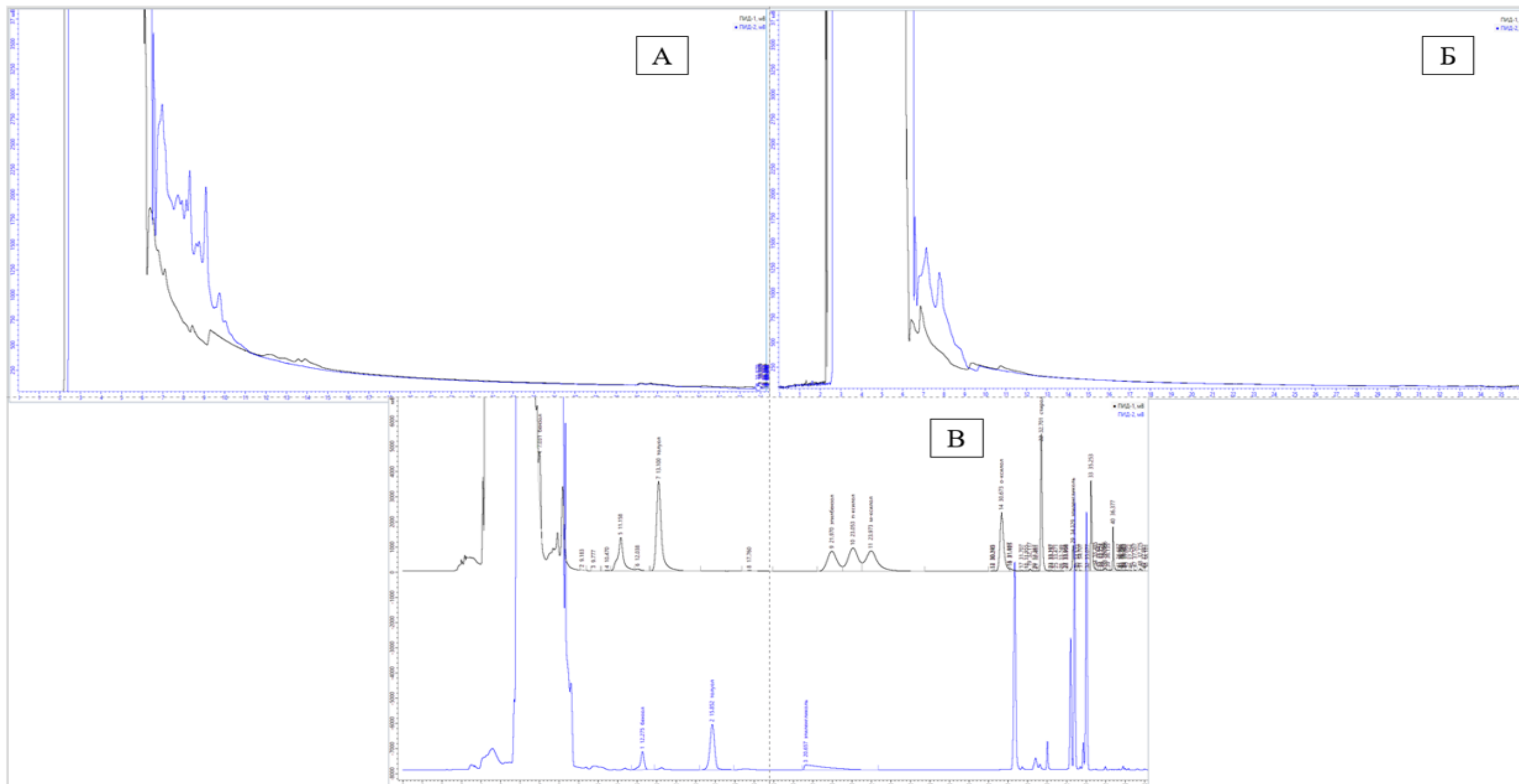
Наименование колонки	Давление, кПа	Время удерживания, R _f , мин							
		толуол	м-ксилол	о-ксилол	п-ксилол	бензол	э/б	стирол	э/г
ZB-Wax	45	12,242	16,210	17,916	15,919	8,535	15,577	20,607	29,379
	60	10,303	14,195	15,893	13,917	6,741	13,579	18,603	28,107
	95	7,424	11,243	12,969	10,986	4,551	10,642	15,734	26,308
DB-624	45	19,585	-	-	-	14,009	24,231	-	20,748
	60	17,303	-	-	-	11,833	21,883	-	18,661
	95	14,027	-	-	-	8,724	18,560	-	15,715
Наименование колонки	Давление, кПа	Высота эквивалентной теоретической тарелки, см							
		толуол	м-ксилол	о-ксилол	п-ксилол	бензол	э/б	стирол	э/г
ZB-Wax	45	0,27674	0,16442	0,11889	0,26939	1,53312	0,21511	0,06388	0,00892
	60	0,45457	0,20577	0,16045	0,34131	3,09239	0,32134	0,08193	0,00836
	95	1,35827	0,53773	0,35914	0,88915	6,17741	0,79248	0,15114	0,01291
DB-624	45	0,05727	-	-	-	0,20994	0,03314	-	0,28461
	60	0,08356	-	-	-	0,35609	0,04580	-	0,40078
	95	0,18268	-	-	-	0,99506	0,08722	-	0,48841



Хроматограммы при изменении давления на входе в капиллярную колонку ZB-Wax

Давление, кПа	Разрешение, R_s	
	этилбензол – п-ксилол	п-ксилол – м-ксилол
45	1,048	0,926
60	0,985	0,877
95	0,772	0,613

➔ 60 кПа на каждую разделительную колонку

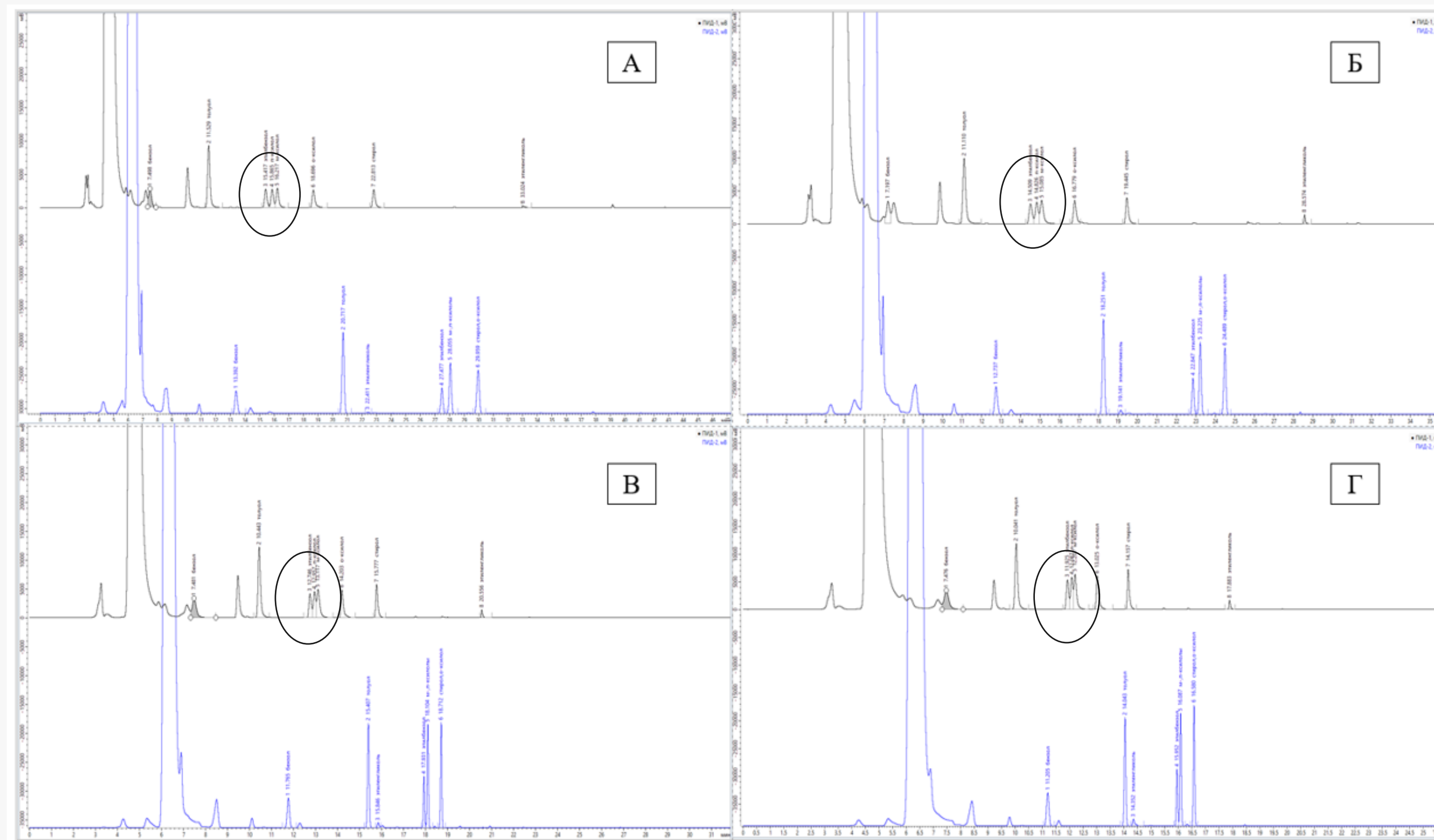


А) Изотерма 135 °С; Б) Изотерма 145 °С; В) Изотерма 45 °С
 Хроматограммы совместного раствора с использованием капиллярных колонок DB-624 и ZB-Wax. Температура испарителя – 220 °С; температура детектора – 250 °С

Наименование колонки	Скорость увеличения температуры	Разрешение, R	
		э/б – п-ксилол	п-ксилол – м-ксилол
ZB-Wax	3 °C/мин	1,436522	1,107627
	5 °C/мин	0,992202	0,802152
	10 °C/мин	0,912015	0,627243
	15 °C/мин	0,910286	0,623789

Вещество	Время удерживания, R _t , мин	
	ZB-Wax	DB-624
толуол	11,110	18,251
м-ксилол	15,085	-
п-ксилол	14,826	-
о-ксилол	16,779	-
бензол	7,490	12,745
э/б	14,509	22,847
стирол	19,445	-
э/г	28,574	19,567

Ориентировочные времена удерживания

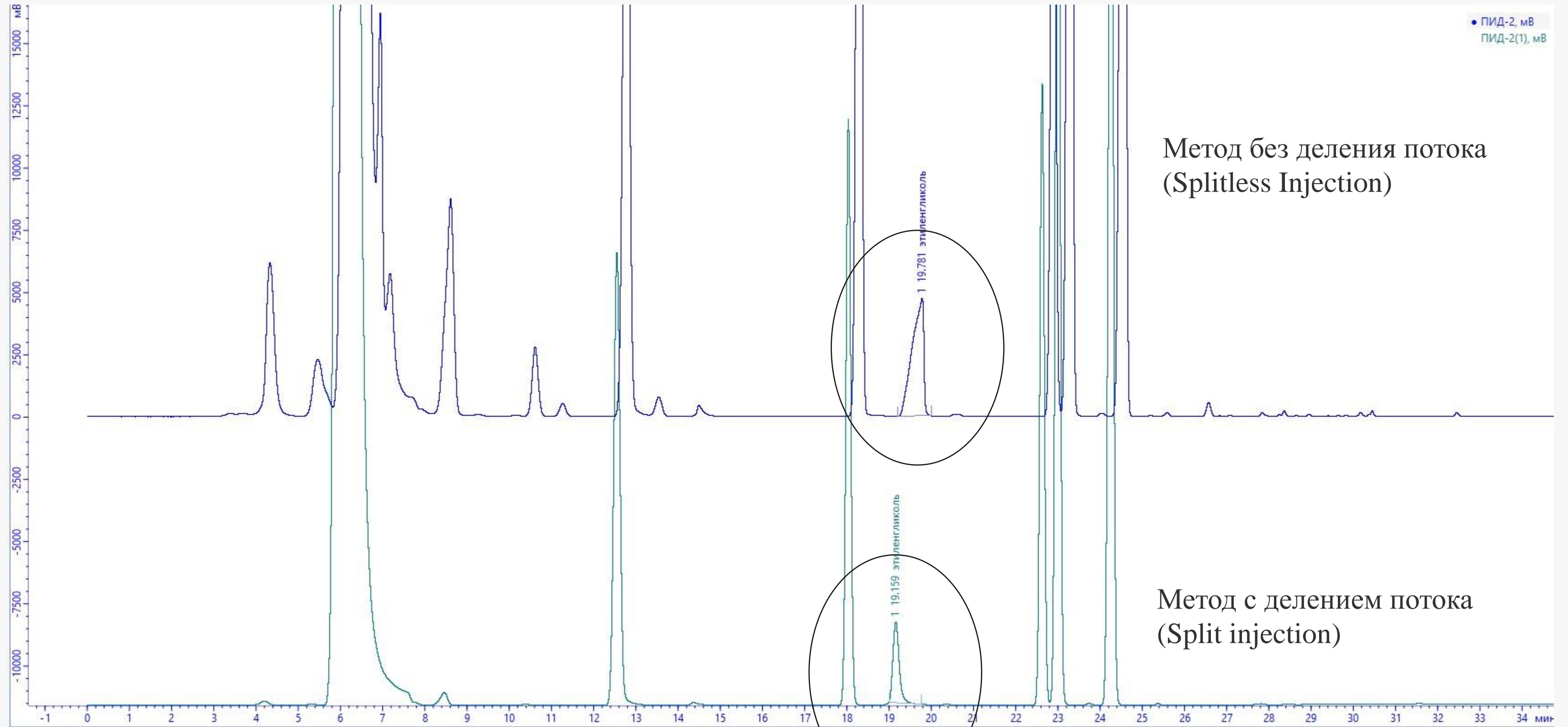


А) 3 °C/мин; Б) 5 °C/мин В) 10 °C/мин; Г) 15 °C/мин

Хроматограммы совместного раствора с использованием капиллярных колонок DB-624 и ZB-Wax. Температура испарителя – 220 °C; температура детектора – 250 °C

Установление условий хроматографирования

○ Метод ввода пробы



Условия хроматографического анализа одновременного измерения массовых концентраций толуола, м-о-п-ксилолов, бензола, этилбензола, стирола, этиленгликоля

Условие проведения газохроматографического анализа	Значение		
Температура детектора (ПИД)	250 °С		
Температура испарителя	220 °С		
Режим ввода пробы	С делением, 30:1		
Сброс газа-носителя с испарителя	Скорость	Расход, мл/мин	Время, мин
	-	183,8	0
Давление на входе в колонку	52,694 кПа		
Температура первого изотермического участка	45 °С		
Длительность первого изотермического участка	7 мин		
Скорость программирования температуры	5 °С/мин		
Температура второго изотермического участка	135 °С		
Длительность второго изотермического участка	0 мин		
Скорость программирования температуры	20 °С/мин		
Температура третьего изотермического участка	220 °С		
Длительность третьего изотермического участка	7 мин		
Объемный расход газа-носителя на поддув детектора	50 см ³ /мин		
Объемный расход водорода	50 см ³ /мин		
Объемный расход воздуха	500 см ³ /мин		
Общее время анализа	36,25 мин		