

РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

1. Диэтиловый эфир для наркоза, ГОСТ 6265-74
2. Гексан очищенный, х.ч. ТУ 6-09-3375-78
3. Соляная кислота, ч. ГОСТ 3118-77
4. Натрий хлористый, х.ч., ГОСТ 4233-77
5. Стандартный раствор ЭНХ в гексане (100 мкг/мл, годен 1 месяц)
6. Стандартный раствор ДХГ в эфире (100 мкг/мл годен 1 месяц)
7. Дистиллированная вода, ТУ 6-09-2502-72
8. Натрий серноокислый безводный, чда, ГОСТ 4166-76

ОЧИСТКА ГЕКСАНА

Очистку гексана проводят для удаления примесей, мешающих определению. Для этого гексан перемешивают при нагревании на водяной бане ($T 70^{\circ}$) с серной кислотой (2 % от количества гексана) в колбе, снабженной мешалкой и обратным холодильником в течении двух часов. После охлаждения органическую фазу отделяют и повторяют нагрев с перемешиванием с новой порцией кислоты. Процесс повторяют 3 - 4 раза (пока свежая порция кислоты не перестанет окрашиваться). Очищенный гексан перегоняют при $T. 69-70^{\circ}\text{C}$.

Подготовка стандартного раствора ЭНХ

В пикнометр, закрывающийся притертой пробкой, емкостью 25 см, вносят 15 - 20 мл гексана, взвешивают с точностью до

0,0002 г. После прибавления 1 - 2 капель ЭНХ, пикнометр снова взвешивают и доводят объем растворителя до метки. Концентрацию (мг/мл) находят путем деления разности двух взвешиваний на объем пикнометра. Для работы проводят дальнейшее разбавление.

ПРИБОРЫ И ПОСУДА

1. Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором
2. Микрошприц МШ-10
3. Весы аналитические, ВЛА - 200 М
4. Весы химические, ВЛХ 500 г/10
5. Колон плоскостонные емкостью 1 000 мл, НШ, 100 мл, ГОСТ 10394-72
6. Делительные воронки емкостью 500 мл, ГОСТ 8613-75
7. Шариковый холодильник, НШ, ГОСТ 9499-70
8. Колон для утапливания (рис. стр 13).
9. Плитки электрические, ГОСТ 306-69
10. Бани водяные, ТУ 64-1-2850-76
11. Мерные пипетки, ГОСТ 1770-74
12. Азот особой чистоты, ГОСТ 9293-74
13. Водород технический, марки А, ГОСТ 3082-70
14. Воздух сжатый или подаваемый компрессором с устройством для его обезвоживания.

УСЛОВИЯ ХРОМАТОГРАФИРОВАНИЯ 1.3 -ДИЭТИЛРИНА ГЛИЦИРИНА

Колонка длиной 120 см, внутренним диаметром 0,3 см
 неподвижная фаза - 15 % карбовакс 20 М
 твердый носитель Chromosorb W (0,147 - 0,175 мм)

160.

Температура колонки - 150°

Температура испарителя - 160°

СКОРОСТЬ ВОЗДУХА 40 мл/мин.

В этих условиях удерживания 1,3-дихлоргидрина глицерина - $6 \text{ } \mu\text{m}$

Чувствительность усилителя 2 - 10^{-11} A .

ОПИСАНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Для проведения анализа готовят стандартные растворы, содержащие по 4, 3, 2, 1 мкг/мл ЭХГ.

В 200 мл дистиллированной воды, вносят 1 мл стандартного раствора. Прибавляют 5 мл соляной кислоты, 25 г хлористого натрия, кипятят в колбе, снабженной шариковым холодильником 60 мин. После охлаждения продукт реакции 1,3-дихлоргидрин глицерина трижды экстрагируют диэтиловым эфиром (30, 15, 15 мл) в течении 10 мин. каждый раз. Экстракты объединяют и присоединяют безводный натрий сернокислотный для удаления остатков влаги, унаривают на водяной бане (40°) до объема 0,2 мл. 2 мл полученного концентрата вводят в хроматограф микролитром, предварительно промытым диэтиловым эфиром.

На основании полученных данных строят калибровочный график, выводящий зависимость высоты пика ЭХГ на хроматограмме от концентрации ЭХГ в растворе.

Для определения ЭХГ в водных вытяжках поступают также, как и при построении калибровочной кривой. Содержание ЭХГ определяют по калибровочной кривой. Для достоверности результатов делают 2 параллельных опыта. В случае расхождения делают третий.