

МІНІСТЕРСТВО ОХОРОНИ ЗДОРОВ'Я УКРАЇНИ
ХАРКІВСЬКА МЕДИЧНА АКАДЕМІЯ ПІСЛЯДИПЛОМНОЇ ОСВІТИ
Кафедра клінічної біохімії, судово-медичної токсикології та фармації

**ТОКСИКОЛОГІЧНИЙ АНАЛІЗ ГРУПИ
РЕЧОВИН, ЯКІ ІЗОЛЮЮТЬСЯ ПЕРЕГОНКОЮ
З ВОДЯНОЮ ПАРОЮ («ЛЕТКІ ОТРУТИ»)**

Навчально-методичний посібник для самостійної роботи слухачів

**Харків
ХМАПО
2019**

*Затверджено на засіданні Вченої ради Харківської медичної
академії післядипломної освіти
(протокол № ____ від _____ 2019 р.).*

Укладачі:

І.О. Журавель – д-р хім. наук, професор;

О.В. Чубенко – канд. фарм. наук, доцент;

О.В. Чорна – канд. фарм. наук, асистент;

Н.В. Гузенко – канд. фарм. наук, доцент

Рецензенти:

С.В. Баюрка – завідувач кафедри аналітичної та лікарської токсикології
Національного фармацевтичного університету, д-р фарм. наук, доцент;

О.М. Гуров – завідувач кафедри судово-медичної експертизи Харківської
медичної академії післядипломної освіти, д-р мед. наук, професор.

Токсикологічний аналіз групи речовин, які ізолюються перегонкою з водяною парою («леткі отрути»): навчально-методичний посібник для самостійної роботи / І. О. Журавель, О. В. Чубенко, О. В. Чорна. – Харків: ХМАПО, 2019. – 26 с.

Посібник містить навчальний матеріал для самостійної підготовки до занять за темою «Леткі отрути». Навчальний посібник для самостійної роботи розраховано для судово-медичних експертів-токсикологів та лікарів-лаборантів.

ЗМІСТ

ПЕРЕЛІК СКОРОЧЕНЬ	4
ПИТАННЯ ПЕРВИННОГО КОНТРОЛЮ ЗНАНЬ	5
I. ВСТУП	6
II. ОБ'ЄКТИ ДОСЛІДЖЕННЯ	7
III. УМОВИ ГАЗОХРОМАТОГРАФІЧНОГО ДОСЛІДЖЕННЯ.....	7
IV. КАЛІБРОВКА ГАЗОВОГО ХРОМАТОГРАФА.....	8
V. ПЕРЕВІРКА ВІДТВОРЮВАНОСТІ РЕЗУЛЬТАТІВ ДОСЛІДЖЕННЯ ..	10
VI. ІДЕНТИФІКАЦІЯ РЕЧОВИН ЩО ДОСЛІДЖУЮТЬСЯ	10
ВІЯВЛЕННЯ ТА ВИЗНАЧЕННЯ СПИРТІВ МЕТОДОМ ГРХ.....	12
1. АНАЛІЗ РІВНОВАЖНОЇ ПАРОВОЇ ФАЗИ	14
2. ПЕРЕГОНКА З ВОДЯНОЮ ПАРОЮ (ДИСТИЛЯЦІЯ).....	15
3. ЕКСТРАКЦІЯ ОРГАНІЧНИХ РОЗЧИННИКІВ	15
ДОДАТКОВІ ХІМІЧНІ РЕАКЦІЇ ДЛЯ ПІДТВЕРДЖЕННЯ ПЕВНОГО КЛАСУ ОРГАНІЧНИХ СПОЛУК	16
Приготування сорбенту для хроматографічних колонок	18
Тести для заключного контролю знань	20
СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ	23
Додаток. ОРІЄНТОВНІ ВІДНОСНІ ЧАСИ ЗАТРИМАННЯ ДЕЯКИХ ЛЕТКИХ СПОЛУК	25

ПЕРЕЛІК СКОРОЧЕНЬ

ГХ – газова хроматографія

РХ – рідинна хроматографія

ГРХ – газорідинна хроматографія

ПД – полуменево-іонізаційний детектор

НРФ – нерухома рідка фаза

ПГФ – паро-газова фаза

ПИТАННЯ ПЕРВИННОГО КОНТРОЛЮ ЗНАНЬ

1. На яких процесах базується метод газорідинної хроматографії (ГРХ)?
[5]
2. Які основні вузли газового хроматографа. Вкажіть їх призначення. [5,7]
3. Назвіть типи детекторів, їх принцип роботи та дайте їх порівняльну характеристику. [5,7]
4. Які хроматографічні параметри використовують при якісному виявленні речовин при аналізі методом ГРХ і яку залежність покладено в основу кількісного визначення отрут вказаним методом? [6,14]
5. Що таке внутрішній стандарт і яке його призначення при ГРХ - аналізі?
[8,9]
6. Які переваги та недоліки має ГРХ – метод? Надайте оцінку чутливості і специфічності методу при хіміко-токсикологічних дослідженнях.
[8,9,14]

I. ВСТУП

Леткі отрути часто стають причиною гострих інтоксикацій та смертельних випадків. Для лабораторної діагностики гострих інтоксикацій “леткими отрутами” в клінічній токсикології використовується метод ГРХ. За допомогою цього методу можна розділити “леткі отрути” та провести їх якісний та кількісний аналіз. Цей метод також широко використовується в профілактичній і судовій токсикології для виявлення летких речовин в повітрі робочої зони, харчових продуктах, біологічних рідинах і тканинах трупів людей і тварин.

До токсикологічно важливих летких органічних сполук відносяться - одноатомні спирти, кетони, альдегіди, прості і складні ефіри, хлорорганічні, ароматичні вуглеводні, визначення яких проводиться методом газорідинної хроматографії рівноважної парової фази.

Газохроматографічний аналіз рівноважної парової фази є непрямим методом визначення летких сполук в рідких або твердих об'єктах шляхом газохроматографічного аналізу парової фази, що знаходиться в динамічній рівновазі з аналізованою пробєю в замкнутій системі.

Газохроматографічний аналіз рівноважної парової фази дає інформацію про компонентний склад суміші що досліджується на присутність летких органічних сполук.

Слід враховувати, однак, що число піків на хроматограмі не завжди відповідає числу компонентів даної суміші. Деякі з них можуть реєструватися загальним піком (через збіг характеристик утримування) або зовсім не реєструватися хроматографічним детектором (через недостатню чутливість, не специфічність).

З метою підвищення об'єктивності якісного аналізу пропонується застосовувати декілька (не менше двох) нерухомих рідких фаз різної полярності і селективності.

Ідентифікація досліджуваних сполук, ізольованих з біологічного матеріалу здійснюється за відносним часом затримання.

Метод особливо зручний для аналізу летких компонентів в об'єктах, пряме введення яких в газовий хроматограф неможливо через небажане забруднення колонок нелеткими сполуками.

II. ОБ'ЄКТИ ДОСЛІДЖЕННЯ

Об'єктами дослідження можуть бути кров, сеча, внутрішні органи і дистилати з внутрішніх органів, які не зазнали гнилісних змін, технічні рідини, розчинники та інші речовини в рідкому стані або розчиненому вигляді.

III. УМОВИ ГАЗОХРОМАТОГРАФІЧНОГО ДОСЛІДЖЕННЯ

Газохроматографічне дослідження проводиться на газових хроматографах, які мають у своєму комплекті полум'яно-іонізаційні детектори (ПД) для роботи на паралельних колонках.

Колонки металеві довжина 200-300 см, внутрішній діаметр 0.3 см.

(неполярна фаза, полярність 0)

Колонка N 1 довжина 200 x 0.3 см, носій хроматон N-AW, нерухома рідка фаза 15% Сквалан (АПЕЗОН L, ПМС-100, ВКЖ-94 полярність 7-9)

(Слабо полярна фаза, полярність 26)

Колонка N 2 довжина 200 x 0.3 см, носій хроматон N-AW, нерухома рідка фаза 15% ДІНОНІЛФТАЛАТ

(Середньо полярна фаза, полярність 78)

Колонка N 3 довжина 300 x 0.3 см, носій хроматон N-AW, нерухома рідка фаза 15% поліетиленгліколю м.м. 20 000

(Карбовакс 1500, карбовакс 20 M)

(Супер полярна фаза, полярність 98)

Колонка N 4 довжина 300 x 0.3 см, носій хроматон N-AW, нерухома рідка фаза 15% 1,2,3-трис (бета-ціанетоксі) пропан

Температура:

термостата колонок: +90 гр.С і +110 гр.С

інжектора (випарника) +140 гр.С

детектора +150 гр.С

Витрата газу носія-гелію (азоту) - 30 мл / хв

водню - 30 мл / хв

повітря - 300 мл / хв

Швидкість діаграмної стрічки 200-600 мм / год

IV.КАЛІБРОВКА ГАЗОВОГО ХРОМАТОГРАФА

Газохроматографічний аналіз починають з аналізу проб повітря з калібрувальними речовинами. Спочатку виконується аналіз стандартної речовини, потім речовини що аналізують. Після завершення кожної аналізованої речовини шприц продувають не менше 5 разів.

Обробка хроматограм починається з вимірювання часу від моменту введення проби до максимуму виходу піку речовини. Цей час називається абсолютним часом затримання аналізованої речовини і позначається як $t(R)$.

Для розрахунку відносного часу затримання береться частка від ділення абсолютного часу затримання аналізованої речовини і стандарту.

Розрахунок роблять за формулою: (1)

$$t(\text{відн}) = \frac{t(R)}{t(cm)}$$

$t(R)$ - абсолютний час затримання аналізованої речовини

$t(cm)$ - абсолютний час затримання стандартного розчину (пропанолу).

Значення t (відп) розраховують з точністю до 0.01.

Розраховані відносні часи затримання калібрувальних речовин вносять у таблиці 1 і 2.



V. ПЕРЕВІРКА ВІДТВОРЮВАНОСТІ РЕЗУЛЬТАТІВ ДОСЛІДЖЕННЯ

Надійним показником зміни умов роботи приладу є: температури (детектора, випарника, термостата колонок), а витрати газу-носію - хроматограма, яка показує зміну часу виходу речовин, які досліджуються.

Отже, перевіряти умови дослідження треба в усіх випадках, коли змінився час виходу речовин у порівнянні з тим, яким він був під час калібрування. Тому, він повинен бути записаний для двох або більше компонентів, що не виходять поруч, а калібрувальні хроматограми повинні зберігатися.

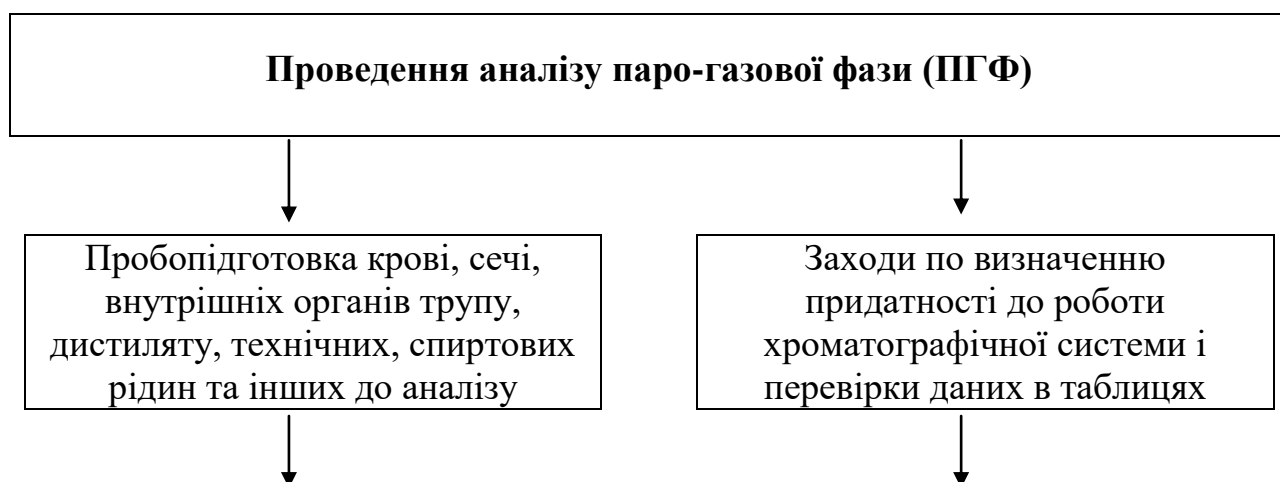
Калібрувальні суміші в вазеліновій олії, диметилсульфоксиде:

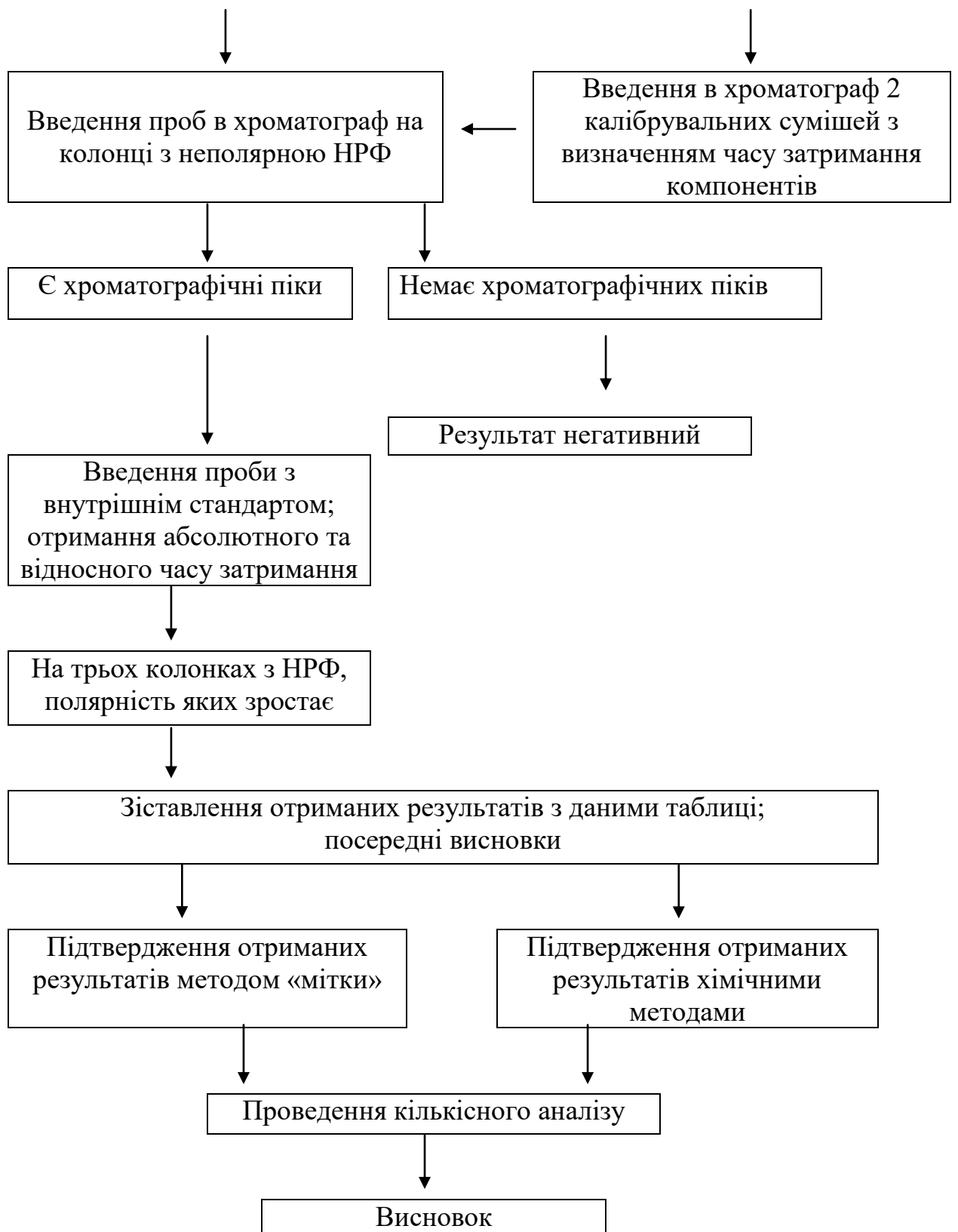
1 - хлороформ, діхлоретан, 4-х хлористий вуглець.

2 - бензол, толуол, м, о-ксилол.

VI. ІДЕНТИФІКАЦІЯ РЕЧОВИН ЩО ДОСЛІДЖУЮТЬСЯ

Ідентифікацію досліджуваних сполук здійснюють, визначаючи відносний час затримання. В якості стандартної речовини можна використовувати пропіловий спирт, діоксан або будь-яке інше відповідне з'єднання.





ВИЯВЛЕННЯ ТА ВИЗНАЧЕННЯ СПИРТІВ МЕТОДОМ ГРХ





Для ізолювання досліджуваних сполук можуть бути використані методи:

1. Аналіз рівноважної парової фази;
2. Дистиляція з водяною парою;
3. Екстракція органічним розчинником.

1. АНАЛІЗ РІВНОВАЖНОЇ ПАРОВОЇ ФАЗИ

1.1 У флакон з-під пеніциліну поміщають 0.5 - 2 мл рідких досліджуваних проб (кров, сеча, дистилат, шлунковий вміст і ін.) або 5 г внутрішніх органів (шлунка, тонкого кишківника, печінки, нирок та ін.). Горло флакона закривають гумовою пробкою і зверху заочують алюмінієвим ковпачком або закручують металевим затискачем. Флакон занурюють на 2/3 висоти в водяну (гліцеринову) нагріту до $t = 80$ С баню на 5 хвилин. Після закінчення 5 хв відбирають шприцом з обігрівом (температура його повинна дорівнювати або навіть перевищувати температуру рівноважної парової фази) 0.5-2 мл парогазової проби і вводять в інжектор хроматографа (колонка з неполярною рідкою фазою). При появленні на хроматограмі нового зв'язку, у флакон вносять 0.5 мл 0.2% стандартного розчину (пропанол, діоксан). Флакон закривають, нагрівають і надходять як описано вище.

- Вимірюють абсолютний час затримання стандарту і досліджуваного розчину.
- За формулою (1) обчислюють відносний час затримання.
- Порівнюють відносний час затримання досліджуваної сполуки, що міститься в досліджуваному об'єкті з табличними даними, отриманими при калібруванні досліджуваних органічних речовин.
- Якщо відносний час затримання нового зв'язку збігається з даними таблиці для відомої сполуки на колонці з неполярною рідкою фазою, то

проводять аналогічний аналіз ще на двох-трьох колонках з різною полярністю. При збігів часів затримання на всіх колонках можна зробити висновок про знаходження досліджуваної речовини.

ПОПЕРЕДЖЕННЯ

Для підтвердження газохроматографічного дослідження слід проводити хімічні реакції, характерні для відповідного класу органічних речовин.

2. ПЕРЕГОНКА З ВОДЯНОЮ ПАРОЮ (ДИСТИЛЯЦІЯ)

2.1 Пробу (1-5 г внутрішнього органу) поміщають в перегонну колбу на 50 - 250 мл, яка містить 25 мл дистильованої води, 3 мл 50% - ого розчину вольфрамату натрію і 5 мл 1 н. розчину сірчаної кислоти. До колби під'єднують ректифікаційну колонку довжиною близько 55 см з діаметром 1 см. Колбу нагрівають і відбирають в охолоджуваний льодом приймач 20-25 мл дистиляту. Далі надходять так, як описано п.1.1.

3. ЕКСТРАКЦІЯ ОРГАНІЧНИХ РОЗЧИННИКІВ

3.1 Пробу (1-5 г (мл)) поміщають у флакон, який містить 1-5 мл толуолу і 1 г карбонату калію. Флакон закривають, енергійно струшують і центрифугують при 2000-3000 об / хв протягом 3-5 хв. Відбирають органічну фазу і досліджують.

3.2 Пробу (1-5 г (мл)) поміщають у флакон, який містить 1-5 мл 2.5% водного розчину діоксану (попередньо слід переконатися у відсутності зазначеної речовини в пробі). Флакон закривають пробкою, яку фіксують до горла флакона і встановлюють в баню при температурі 70 С на 10-15 хв. Потім шприцом відбирають 1-2 мл парогазової проби та досліджують.

УВАГА !

Вибір методу ізолювання залежить від об'єкта, який досліджується, від концентрації і складу сполуки, яка досліджується та мети дослідження.

ДОДАТКОВІ ХІМІЧНІ РЕАКЦІЇ ДЛЯ ПІДТВЕРДЖЕННЯ ПЕВНОГО КЛАСУ ОРГАНІЧНИХ СПОЛУК

Проба Е.КОСТ на ацетонові тіла

До 100 мг сухого реактиву, який міститься на предметному склі (нітропрурид натрію, амонію сульфат і карбонат натрію в співвідношенні 1:20:20) додають 1-2 мл досліджуваного дистилляту або рідини. При наявності ацетону спостерігається фіолетове забарвлення порошку.

Проба ЛЕ-Розена на ароматичні вуглеводні

До 1-2 мл реактиву, що складається з формаліну і концентрованої сірчаної кислоти в співвідношенні 1:10 в порцеляновій чашці додають кілька крапель досліджуваної рідини або дистилляту. При наявності ароматичних вуглеводнів з'являється миттєве винно-червоне забарвлення, що зникає при надлишку досліджуваних речовин в пробі.

Проба Д.БАУЕРА на вищі одноатомні аліфатичні спирти

До 1-2 мл досліджуваної рідини, дистилляту додають кілька крапель реактиву, що складається з 0,5% розчину вініліну в концентрованій сірчаній кислоті. Потім додають 10-15 крапель дистильованої води. При наявності вищих спиртів з'являється фіолетово-червоне забарвлення з відтінком.

Реакція відщеплення хлору на хлорсодержащие вуглеводні.

0,5 мл досліджуваної рідини або дистилляту і 0,5 мл 10% розчини карбонату натрію нагрівають в запаяній ампулі в киплячій водянній бані

протягом 4 годин. Ампулу розтинають, рідина випаровується на водяній бані досуха, залишок розчиняють в 1 мл дистильованої води, підкисленої 10% розчином азотної кислоти до кислої реакції середовища (по універсальному індикатору) і додають 2 краплі 10% розчину нітрату срібра. При наявності хлорвмісного вуглеводню спостерігається утворення білого, творожистого осаду хлориду срібла.

Прилади і реактиви

1. Хроматографи з ПД
2. Центрифуга
3. Цифровий інтегратор або секундомір
4. Ректифікаційна колонка
5. Водяна або гліцеринова лазня
6. Медичні шприци на 1-5 мл
7. Скляні флакони об'ємом 15 мл
8. Металеві затиски (фіксатори)
9. Мірні колби об'ємом 25, 50, 100 мл
10. Піпетки на 1, 2, 5, 10 мл
11. Хлорорганічні вуглеводні: хлороформ (хч), 4-х хлористий вуглець (чда), діхлоретан (чда)
12. 50% розчин вольфрамату натрію
13. 1н розчин сірчаної кислоти
14. Карбонат калію
15. Діоксан
16. Вазелінове масло

Приготування калібрувальної суміші: в 25 мл вазелінового масла (діметилсульфоксиду) розчиняється по 0.4 мл діхлоретану і хлороформу,

0,1 мл 4-х хлористого вуглецю. Об'єм доводиться до 50 мл і зберігається в колбі з притертою пробкою.

Приготування калібрувальної суміші: в 25 мл вазелінового масла (діметилсульфоксид) розчиняється 0.01 мл бензолу, 0.03 мл толуолу, 0.2 мл м, о-ксилолу. Обсяг доводиться до 50 мл.

Приготування внутрішнього стандарту: 0.2% розчин пропилового спирту.

Приготування сорбенту для хроматографічних колонок

Встановлюють об'єм порожньої колонки ($V = (\pi d^2 / 4) * L$, де $\pi = 3.14$, d -внутрішній діаметр колонки, L -довжина колонки) і відміряють мірним циліндром необхідний обсяг носію, який приблизно на 25% повинен перевищувати обсяг порожньої колонки. Щоб шар носія в циліндрі був щільним, по циліндру злегка постукують. Далі носій сушать в сушильній шафі 2-3 г при температурі 150 - 160 С, після чого зважують необхідну (встановлюють розрахунковим шляхом) кількість НРФ, розчиняють її в потрібному летучому розчиннику (зазвичай хлороформі) в отриманий розчин додають наважку твердого носія. Загальний обсяг розчину повинен бути достатнім для повного змочування носія (носій повинен бути покритий шаром рідини). Отриману суспензію залишають на ніч, вживши заходів, щоб розчинник не випаровувався.

Після закінчення витримки суміш повільно нагрівають на водяній бані, щоб розчинник поступово випаровувався; при цьому суміш періодично перемішують обертанням з утворенням воронки в рідині. Після того, як твердий носій висохне і стане сипучим (не буде спостерігатися злипання часточок) його нагрівають в сушильній шафі до зникнення запаху

розчинника (але не менше 2 годин) при температурі приблизно на 50 С нижче максимальної робочої температури нерухомою рідкої фази.

Після заповнення колонки носієм, колонка кондиціонується для видалення залишків розчинника і летючих домішок з нерухомої фази. Колонку встановлюють в термостат хроматографа, але не підключають до детектора для уникнення його забруднення. Продувають колонку газом-носієм протягом 20-30 хв, потім нагрівають до температури на 10-15 С вище робочої температури колонки під слабким струмом газу-носія і витримують при цій температурі протягом 8-40 годин.

ПОПЕРЕДЖЕННЯ

Для деяких фаз, наприклад полієфірів і полігліколей, температура кондиціонування не повинна перевищувати р о б о ч у більш ніж на 10-15 С, щоб уникнути зміни властивостей.

Для термостійких нерухомих фаз добрі результати дає витримка колонки без струму газу-носія при температурі на 10-15 С вище верхньої температурної межі протягом 1-2 год з подальшим звичайним кондиціонуванням.

ТЕСТИ ДЛЯ ЗАКЛЮЧНОГО КОНТРОЛЮ ЗНАНЬ

1. Об'єктом, який не підлягає дослідженню за методом рівноважної парової фази є:

А. біоматеріал

В. кров, сеча та інший біоматеріал, які не підлягли гнильному розкладу

С. кров

2. Аналіз рівноважної парової фази це

А. інтервал часу від моменту виходу з колонки несорбовної речовини максимальної концентрації до моменту виходу досліджуваної речовини максимальної концентрації

В. прямий метод визначення летких компонентів в твердих матеріалах шляхом газохроматографічного аналізу парової фази, що знаходиться в термодінамічній рівновазі з пробєю в замкненій системі

С. безрозмірна розрахункова величина, що характеризує якість розділення двох речовин і дорівнює відношенню різниці тривалості їхнього затримання до суми ширин піків, виміряних на середині їхніх висот

3. Аналіз рівноважної парової фази можна використовувати для визначення домішок в

А. продуктах харчування та лікєро – горілчаних виробках

В. біоматеріалі

С. продуктах харчування, лікєро – горілчаних виробках, біологічних рідинах, твердих речових доказах

Д. біоматеріалі та твердих речових доказах

4. Для проведення досліджень за методом рівноважної парової фази використовують

А. полумєново-іонізаційний детектор

В. нормально-фазний механізм розподілу

С. обернено-фазний механізм розподілу

5. Для ідентифікації речовини за методом рівноважної парової фази слід одержати значення параметрів утримування, які співпадають на

А. двох колонках з НРФ різної полярності

В. трьох колонках з НРФ однакової полярності

С. чотирьох колонках з НРФ різної полярності

6. Аналіз рівноважної парової фази незалежно від способу ізолювання проводять

А. в герметичній склянці

В. на водяній (гліцериновій) бані при t 100 град, при нагріванні понад 5 хвил

С. в герметичній закритій склянці на водяній (гліцериновій) бані при t 80 град, при нагріванні понад 5 хвил користуючись пробою, яка дорівнює 0,5-2 мл

Д. в герметичній закритій склянці на водяній (гліцериновій) бані при t 80 град, при нагріванні до 3 хвил користуючись пробою, яка дорівнює 0,5-2 мл

7. Відносно(газохроматографічне) затримання речовини це

А. відношення значень виправленої тривалості затримання двох речовин, визначених за однакових умов хроматографування

В. різниця між об'ємами затримання даної речовини і несорбованої речовини

С. виправлений об'єм затримання речовини, визначений з урахуванням перепаду тиску на колонці

Д. відношення виправленої тривалості затримання досліджуваної речовини до відповідної характеристики речовини, яку беруть за стандарт для порівняння, хроматографованої в тих самих умовах

8. Метод рівноважної парової фази не застосовують для "летких отрут", які мають

- A. температуру кипіння понад 60 град, С
- B. температуру кипіння понад 70 град, С
- C. температуру кипіння понад 80 град, С
- D. температуру кипіння понад 90 град, С

9. Методом "добавки" речовину ідентифікують за

- A. збільшенням висоти піка
- B. відносним часом затримання
- C. виправленою тривалістю затримання

10. Кондиціонування сорбента, який містить мономірну НРФ, проводиться при максимально допустимій робочій температурі протягом

- A. 5 годин
- B. 10 годин
- C. 12 годин
- D. 20 годин

ВІДПОВІДІ ДО ТЕСТОВИХ ЗАВДАНЬ

№ зап.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Правильна відповідь	B	B	C	A	C	C	D	C	A	B

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. Clarke's Analysis of Drugs and Poisons / [edited by] Anthony C Moffat, M David Osselton, Brian Widdop. — 4th ed. — London. : Pharmaceutical Press, 2011. — p. 476–477, 2463.
2. Ghorbani H., Nezami A., Sheikholeslami B., Hedjazi A., Ahmadimanesh M. Simultaneous measurement of formic acid, methanol and ethanol in vitreous and blood samples of postmortem by headspace GC-FID. Journal of Occupational Medicine and Toxicology 2018; 13:1
3. Manandhar E., Pay A.L., Veress L.A., Logue B.A.. Rapid analysis of sulfur mustard oxide in plasma using chemical ionization – gas chromatography mass spectrometry for diagnosis of sulfur mustard exposure. Journal of Chromatography A 2018; 1572:106-11
4. Nisbet L.A., Wylie F.M., Logan B.K., Scott K.S.. Gas Chromatography-Mass Spectrometry Method for the Quantitative Identification of 23 New Psychoactive Substances in Blood and Urine. Journal of Analytical Toxicology 2019; 43:346–52
5. Хахенберг Х., Шмид Г.А. Газохроматографический анализ равновесной паровой фазы. Изд."Мир". Пер. с англ.- М.,1979.
6. Крамаренко В.П. Токсикологічна хімія. – К.: Вища школа,1995. – с. 117-131.
7. ДСТУ 3985 – 2000. Хроматографія газова. Терміни та визначення. Київ, 2001. – 36 с.
8. Токсикологическая химия. Метаболизм и анализ токсикантов : учебное пособие / Под. ред. Проф. Н. И. Калетиной. – М. : ГЭОТАР–Медина, 2008. – 1016 с.
9. Нужный В.П., Рожанец В.В., Савчук С.А. Химия и токсикология этилового спирта и напитков, изготовленных на его основе. Токсикологический анализ спиртных напитков. URSS. М. 2017. - 200с.
- 10.Порядок відбору від живих осіб зразків біологічного матеріалу, поводження з ними та організація проведення токсикологічних

досліджень з метою виявлення стану алкогольного, наркотичного, чи іншого сп'яніння або перебування під впливом лікарських препаратів, що знижують увагу та швидкість реакції. Петюнін Г.П., Дмитрієвська Ж.В., Чубенко О.В., Луцик В.В. Методичні рекомендації. Київ. 2011.

11. Петюнін Г.П., Кривобок В.И., Чубенко О.В. Правовые и организационные пробелы в медицинском освидетельствовании на состояние опьянения в Украине В Матеріалах III Міжнародної науково практичної конференції «Проблеми підвищення рівня безпеки, комфорту та культури дорожнього руху», 16 – 17 квітня 2013 р., м.Харків. – С.131.
12. Чубенко О.В. Сучасний стан лабораторної діагностики алкогольного та наркотичного сп'яніння в Україні. В Матеріалах III Міжнародної науковопрактичної конференції «Проблеми підвищення рівня безпеки, комфорту та культури дорожнього руху», 16 – 17 квітня 2013 р., м. Харків. – С.131.
13. Філіпчук О.В. Гуров О.М. Судово-медична криміналістика. Підручник. Харків. 2013. 639 с.
14. Ніженковська І.В., Вельчинська О.В., Кучер М.М. Токсикологічна хімія. Київ. ВСВ «Медицина» 2012. 371с.

Додаток.

ОРІЄНТОВНІ ВІДНОСНІ ЧАСИ ЗАТРИМУВАННЯ ДЕЯКИХ ЛЕТКИХ СПОЛУК

Таблиця №1

Умови хроматографування:

температура: детектора – 150°C

випаровувача – 140°C

колонок – 90°C

№ п/п	РЕЧОВИНА	НЕРУХОМА РІДКА ФАЗА									
		Діонил-фталат		Карбовакс 20 м		ЦЕП		ПЕГа		Сквалан	
		абс.	відн.	абс.	відн.	абс.	відн.	абс.	відн.	абс.	відн.
1	Пропанол (станд.)	150	1,00	482	1,00	210	1,00				
2	Хлороформ	211	1,41	494	1,02	124	0,59				
3	CCl ₄	195	1,30	225	0,47	63	0,30				
4	Толуол	480	3,20	–	–	196	0,94				
5	Діхлоретан	263	1,75	673	1,40	205	0,97				
6	Бензол	227	1,51	357	0,74	–	–				
7	Метанол	63	0,42	220	0,46	130	0,62				
8	Етанол	81	0,54	256	0,53	143	0,68				
9	І-пропанол	98	0,65	254	0,53	129	0,61				
10	Бутанол	317	2,11	1008	2,09	323	1,54				
11	І-бутанол	237	1,48	720	1,49	245	1,17				
12	Аміловий спирт	–	–	–	–	–	–				
13	І-аміловий сп.	–	–	–	–	–	–				
14	М-ксилол	–	–	–	–	–	–				
15	О-ксилол	–	–	–	–	–	–				
16	Ацетон	88	0,59	151	0,31	130	0,62				
17	Метилетилкетон	160	1,07	258	0,54	176	0,84				
18	Циклогексанон	–	–	–	–	–	–				
19	Метилацетат	90	0,60	159	0,33	96	0,46				
20	Етилацетат	142	0,95	228	0,47	111	0,53				
21	Бутилацетат	–	–	719	1,49	256	1,22				
22	Перхлоретилен	567	3,78	451	0,94	127	0,60				
23	Амілацетат	–	–	–	–	–	–				
24	Діетилловий ефір	67	0,45	41	0,09	43	0,20				
25	Гексан	98	0,65	34	0,07	–	–				
26	Гептан	180	1,20	69	0,14	39	0,18				
27	Циклогексан	–	–	93	0,19	–	–				
28	Трихлоретилен	–	–	451	0,94	110	0,52				
29	Діоксан	321	2,14	–	–	131	0,62				
30	Фторотан	137	0,91	–	–	–	–				

Умови хроматографування:

температура: детектора – 150°C

випаровувача – 140°C

колонок – 110°C

№ п/п	РЕЧОВИНА	НЕРУХОМА РІДКА ФАЗА									
		ЦЕП		Сквалан		Карбовакс 20 м		Дінонил- Фталат		абс.	відн.
		абс.	відн.	абс.	відн.	абс.	відн.	абс.	відн.		
1	Пропанол (станд.)	110	1,00	79	1,00	405	1,00	102	1,00		
2	Хлороформ	73	0,65	131	1,66	418	1,03	139	150		
3	CCl ₄	45	0,40	198	2,51	239	0,59	132	1,41		
4	Толуол	107	0,97	379	4,80	519	1,28	288	3,55		
5	Діхлоретан	120	1,09	149	1,89	543	1,34	169	1,92		
6	Бензол	76	0,69	190	2,41	327	0,81	155	1,73		
7	Метанол	75	0,68	50	0,63	225	0,56				
8	Етанол	81	0,74	53	0,67	362	0,65				
9	І-пропанол	74	0,67	64	0,81	249	0,62				
10	Бутанол	165	1,50	–	–	714	1,76				
11	І-бутанол	124	1,13	113	1,43	541	1,34				
12	Аміловий спирт	246	2,24	256	3,24	1252	3,09				
13	І-аміловий сп.	201	1,83	213	2,70	999	2,47				
14	М-ксилол	150	1,36	775	9,81	859	2,13				
15	О-ксилол	194	1,74	–	–	1075	2,66				
16	Ацетон	85	0,77	63	0,80	181	0,45				
17	Метилетилкетон	100	0,91	100	1,27	263	0,65				
18	Циклогексанон	691	6,28	636	8,06	1886	4,66				
19	Метилацетат	66	0,60	73	0,92	192	0,48				
20	Етилацетат	73	0,66	104	1,32	238	0,59				
21	Бутилацетат	132	1,20	345	4,37	558	1,38				
22	Перхлоретилен	75	0,68	543	6,87	473	1,17				
23	Амілацетат	188	1,71	676	8,56	921	2,27				
24	Диетиловий ефір	33	0,30	74	0,94	100	0,25				
25	Гексан	32	0,29	146	1,85	–	–				
26	Гептан	33	0,30	237	3,00	121	0,30				
27	Циклогексан	39	0,35	223	2,82	144	0,36				
28	Трихлоретилен	68	0,62	241	3,05	261	0,64				
29	Діоксан	210	1,91	263	3,33	544	1,34				
30	Фторотан	50	0,45	89	1,13	121	0,30				