



КонсультантПлюс
надежная правовая поддержка

"Методические рекомендации по определению
винилацетата в воде методом газожидкостной
хроматографии"
(утв. Минздравом СССР 20.01.1982 N 2915-82)

Документ предоставлен **КонсультантПлюс**

www.consultant.ru

Дата сохранения: 24.09.2018

Источник публикации

Документ опубликован не был

Примечание к документу

Документ включен в Перечень документов в области стандартизации, содержащих правила и методы исследований (испытаний) и измерений, в том числе правила отбора образцов, необходимые для применения и исполнения требований технического регламента Таможенного союза "О безопасности средств индивидуальной защиты" (ТР ТС 019/2011) и осуществления оценки соответствия объектов технического регулирования (Решение Комиссии Таможенного союза от 09.12.2011 N 878).

Документ включен в Перечень стандартов, содержащих правила и методы исследований (испытаний) и измерений, в том числе правила отбора образцов, необходимые для применения и исполнения требований технического регламента Таможенного союза "О безопасности игрушек" (ТР ТС 008/2011) и осуществления оценки соответствия объектов технического регулирования (Решение Комиссии Таможенного союза от 23.09.2011 N 798).

Документ включен в Перечень документов в области стандартизации, содержащих правила и методы исследований (испытаний) и измерений, в том числе правила отбора образцов, необходимые для применения и исполнения требований технического регламента Таможенного союза "О безопасности продукции, предназначенной для детей и подростков" (ТР ТС 007/2011) и осуществления оценки (подтверждения) соответствия продукции (Решение Комиссии Таможенного союза от 23.09.2011 N 797).

Документ включен в Перечень стандартов, содержащих правила и методы исследований (испытаний) и измерений, в том числе правила отбора образцов, необходимые для применения и исполнения требований технического регламента Таможенного союза "О безопасности упаковки" (ТР ТС 005/2011) и осуществления оценки соответствия объектов технического регулирования (Решение Комиссии Таможенного союза от 16.08.2011 N 769).

Название документа

"Методические рекомендации по определению винилацетата в воде методом газожидкостной хроматографии"
(утв. Минздравом СССР 20.01.1982 N 2915-82)

Утверждено
Заместителем Главного
Государственного
санитарного врача СССР
В.Е.КОВШИЛО
20 января 1982 г. N 2915-82

МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВИНИЛАЦЕТАТА В ВОДЕ МЕТОДОМ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Виниловый эфир уксусной кислоты (уксусновиниловый эфир, винилацетат) $\text{CH}_2 = \text{CH} - \text{COCH}_3$ (Мол. масса 86,09) при обычной температуре представляет собой бесцветную жидкость, температура кипения 72 - 73 °С, удельный вес 20

0,932 и показатель преломления $n_D^{20} = 1,4600$. Он хорошо растворим в спирте, эфире и гексане. Растворимость в воде составляет 25 мг/л.

Винилацетат при комнатной температуре полимеризуется медленно, под действием ультрафиолетового света или перекисей скорость полимеризации резко повышается. Благодаря способности полимеризоваться он нашел применение в качестве исходного вещества для получения различных полимерных материалов.

Подпороговая концентрация, определенная по токсикологическим характеристикам, составляет 0,2 мг/л.

Предельно допустимая концентрация в воде винилацетата - 0,2 мг/л.

Таким образом винилацетат является достаточно токсичным. Кроме того, при разложении полимеров могут выделяться: уксусная кислота, формальдегид и метанол, которые не мешают определению винилацетата в воде.

ПРИНЦИП МЕТОДА

Метод основан на извлечении винилацетата (ВАЦ) из водных растворов диэтиловым эфиром, упаривании полученных экстрактов и определении методом газожидкостной хроматографии.

Чувствительность метода 0,1 мг/л.

РЕАКТИВЫ И АППАРАТУРА

1. Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.
2. Диэтиловый эфир, не содержащий примесей, имеющих время удерживания 4 - 6 мин.
3. Делительные воронки емкостью 200 - 250 мл.
4. Колбы для упаривания на 100 мл.
5. Пропилацетат свежеперегнанный.
6. Винилацетат т.к. 70 - 73 °С.
7. Сульфат натрия, б, в, х.ч.
8. Гексан, х.ч. (очищенный по (1)).

ПРИГОТОВЛЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ РАСТВОРОВ

Стандартный раствор готовят взятием навески винилацетата 50 мг и растворением в 50 мл эфира. Растворы, содержащие 125, 100, 50 и 25 мкг/мл винилацетата готовят повторным разбавлением исходного стандартного раствора эфиром.

УСЛОВИЯ АНАЛИЗА

Определение ведут на хроматографе с пламенно-ионизационным детектором (например "Шимадзу"). Длина колонки - 112 см, диаметр 3 мм, заполнена 15% неподвижной фазы карбовакс - 20 М (полиэтиленгликоль), нанесенной на хезасорб (0,200 - 0,360). Температура колонки 50 °С, температура испарителя 125 °С, температура детектора - 100 °С.

Скорость азота 25 мл/мин., водорода 30 мл/мин.

-11

Чувствительность усилителя 2×100 а.

В этих условиях время удерживания винилацетата 6 мин. 48 сек.

В качестве внутреннего стандарта применяли пропилацетат (ПАЦ).

Время удерживания 12 мин. 48 сек. (или бутилацетат 115 мин. 46 сек.) при 35 мл/мин. азота.

ОПИСАНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В хроматограф вводят по 1 мкл смеси стандартного раствора и внутреннего стандарта (100 мкг/мл) 1 + 1 мл, и по полученным данным строят калибровочный график, откладывая на оси абсцисс значение концентраций винилацетата, а по оси ординат соотношение площадей или высот винилацетата и внутреннего стандарта (пропилацетата или бутилацетата).

Для определения винилацетата в воде берут 100 мл вытяжки и экстрагируют эфиром по 30 мл 3 раза. Вытяжки объединяют, сушат над безводным сернистым натрием, упаривают на водяной бане при 38 - 40 °С до объема 0,5 мл и прибавляют 0,5 мл стандартного раствора пропилацетата (100 мкг). Из полученного раствора отбирают 1 мкг и вводят в газовый хроматограф. Хроматографируют. Подсчитав отношение площадей ВАЦ и внутреннего стандарта, определяют по калибровочной кривой отношение концентрации ВАЦ и ПАЦ и рассчитывают содержание ВАЦ в воде, учитывая, что процент экстракции составляет 95%.

Формула для расчета:

$$C_{\text{вац}} = \frac{\frac{C}{C_1} 100 \times 10}{0,95 \times 1000} \text{ мг/л,}$$

где $C_{\text{вац}}$ - содержание ВАЦ в мкг в 1 литре вытяжки;

$\frac{C}{C_1}$ - соотношение, найденное по калибровочной кривой.

Определение винилацетата может быть проведено по абсолютным калибровочным кривым. Для этого необходимо измерить площадь или высоту пика ВАЦ на хроматограмме и по кривой определить количество ВАЦ.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ В ВОЗДУХЕ

Эти же калибровочные кривые пригодны для определения ВАЦ в воздухе. Забор проб воздуха проводится следующим образом: через поглотительные склянки емкостью 5 - 10 мл, заполненные очищенным гексаном, протягивают определенное количество воздуха. Из поглотительного раствора отбирают 1 мкг и вводят в газовый хроматограф при описанных выше условиях.

Чувствительность метода определения винилацетата составляет 12,5 мкг/мл.

Формула для расчета:

$$C_{\text{вац}} = \frac{Y_{\Gamma} \times C_{\text{п}} \times 1000}{Y_{\text{в}}} \text{ мг/куб. м,}$$

где $C_{\text{п}}$ - содержание ВАЦ в поглотительном растворе, найденная по калибровочной кривой;

Y_{Γ} - количество поглотительного раствора в мл;

$Y_{\text{в}}$

- количество протянутого воздуха в л.

$Y_{\text{в}}$
