



КонсультантПлюс
надежная правовая поддержка

"Методические указания по определению акриловой и метакриловой кислот в воде водоемов с помощью хроматографии на бумаге"
(утв. Минздравом СССР 16.03.1977 N 1603-77)

Документ предоставлен **КонсультантПлюс**

www.consultant.ru

Дата сохранения: 24.09.2018

Источник публикации

М., 1977

Примечание к документу

Название документа

"Методические указания по определению акриловой и метакриловой кислот в воде водоемов с помощью хроматографии на бумаге"

(утв. Минздравом СССР 16.03.1977 N 1603-77)

Утверждаю
Начальник Главного
санитарно-эпидемиологического
управления Министерства
здравоохранения СССР
В.Е.КОВШИЛО
16 марта 1977 г. N 1603-77

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ АКРИЛОВОЙ И МЕТАКРИЛОВОЙ КИСЛОТ В ВОДЕ
ВОДОЕМОВ С ПОМОЩЬЮ ХРОМАТОГРАФИИ НА БУМАГЕ**

Методические указания разработаны ордена Трудового Красного Знамени научно-исследовательским институтом гигиены имени Ф.Ф. Эрисмана.

Принцип метода

При взаимодействии акриловой и метакриловой кислот с этиленгликолем в присутствии серной кислоты образуются гликолевые эфиры.

Вступая в реакцию с гидроксиламином в щелочной среде, эфиры переходят в гидроксаматы, которые делят нисходящим способом на хроматографической бумаге марки "С" (средняя) Ленинградской фабрики. В качестве подвижной фазы берут смесь бутанола, уксусной кислоты и воды (4:1:5). Проявление ведут 1% этанольным раствором хлорного железа. Разделяемые кислоты в виде их гидроксамовых производных окрашиваются в фиолетовый цвет.

Количественное определение кислот проводят фотоколориметрически при длине волны 540 нм после элюирования железогидроксамового комплекса.

Чувствительность метода 0,3 мг/л для каждой кислоты. Определению не мешают: спирты, минеральные кислоты, эфиры кислот, формальдегид.

Аппаратура

1. Хроматографическая камера.
2. Электровентилятор.
3. Хроматографическая бумага марки "С" (средняя) Ленинградской фабрики.
4. Пульверизатор стеклянный с резиновой грушей.
5. Водяная баня.
6. Чашки выпарительные на 100 мл.
7. Термометр.
8. Пробирки колориметрические на 10 мл.
9. Делительные воронки на 25 мл.
10. Пипетки.
11. Микропипетки на 0,1 мл.

Реактивы

1. Стандартный водный раствор акриловой кислоты, 1,0 мл которого содержит 0,1 мг кислоты (свежеприготовленный).
2. Стандартный водный раствор метакриловой кислоты, 1,0 мл которого содержит 0,1 мг/кг кислоты (свежеприготовленный).
3. Этиленгликоль, х.ч.
4. Этанол, х.ч.
5. 1-Бутанол, х.ч.
6. Серная кислота, пл. 1,84 г/куб. см, х.ч.
7. Хлористоводородная кислота, пл. 1,19 г/куб. см, х.ч.
8. Уксусная кислота, ледяная.
9. Хлороформ.
10. Безводный гидросульфат калия, х.ч.
11. Хлорид гидроксиламина, 4 н раствор (242 г/л).
12. Хлорид железа, 1% раствор в этиловом спирте с добавлением 0,3 мл хлористоводородной кислоты, пл. 1,19 г/куб. см.
13. Гидроксид натрия, 4 н раствор (160 г/л) и 0,1 н раствор (4 г/л).
14. Фенолфталеин, 0,1% раствор в этиловом спирте.

Ход определения

1. Извлечение кислот из воды.

Пробы анализируемой воды в объеме 200 мл (при содержании кислот не более 1 мг/л) помещают в фарфоровую чашку, нейтрализуя 0,1 н раствором гидроксида натрия по фенолфталеину до розового окрашивания, и упаривают досуха на водяной бане. По охлаждению к сухому остатку добавляют 0,5 г сухого безводного гидросульфата калия и тщательно растирают фарфоровым пестиком до полного смешения с сухим остатком.

Сухой остаток переносят в делительную воронку, добавляют 10% раствор бутанола в хлороформе и экстрагируют кислоты. Экстракцию проводят дважды по 10 минут, используя каждый раз 5 мл растворителя. После каждой экстракции растворитель из делительной воронки через сухой беззольный бумажный фильтр сливают. Фильтрат переносят в выпарительную чашку и удаляют растворитель в вытяжном шкафу. Остаток смывают 0,5 мл бутанола в колориметрическую пробирку.

2. Хроматографическое разделение кислот на бумаге.

Для образования сложных эфиров в пробирку добавляют 0,7 мл этиленгликоля и 1 каплю серной кислоты (плотностью 1,84 г/куб. см). Реакционную смесь оставляют на 45 минут на водяной бане при температуре 55 °С. Затем в пробирку вносят 0,2 мл 4 н раствора хлорида гидроксиламина и 0,6 мл 4 н раствора гидроксида натрия. Содержимое хорошо перемешивают и оставляют на 20 минут для образования гидроксамовых производных.

Разделение кислот в виде их гидроксамовых производных проводят в камере для хроматографического разделения, представляющую собой стеклянный цилиндр (H - 48 см, d - 30 см), закрытый крышкой с хорошо притертыми краями. В качестве подвижного растворителя берут смесь: бутанол, уксусная кислота, вода, в соотношении 4:1:5. Смесь компонентов помещают в делительную

воронку, где при интенсивном встряхивании бутанол насыщается водой и уксусной кислотой. После разделения слоев нижний водный слой используют для насыщения камеры: внутренние стенки покрывают фильтровальной бумагой, которая пропитывается этим слоем, концы бумаги не должны касаться друг друга, оставляя окно; насыщать камеру следует не менее чем за 6 часов до начала анализа. Верхний бутанольный слой используют в качестве подвижной фазы.

Полученные гидроксаматы в количестве 0,1 мл с помощью микропипетки наносят на полоску хроматографической бумаги марки "С" (средняя) Ленинградской фабрики. Длина полоски 35 см, ширина 16 см, расстояние до линии старта 6 см. Диаметр пятна не должен превышать 5 - 6 мм. С целью ускорения нанесения проб на бумагу следует пользоваться электровентилятором. На одну полоску бумаги можно наносить три пробы в точки линии старта на расстоянии 4 см одна от другой. После нанесения проб бумагу вносят в хроматографическую камеру и погружают одним концом в растворитель так, чтобы стартовая линия не касалась его. Разделение идет нисходящим способом в течение 15 - 17 часов.

По истечении этого времени хроматограмму вынимают из камеры, сушат при комнатной температуре и проявляют, опрыскивая ее из пульверизатора 1% этанольным раствором хлорида железа с добавлением 0,3 мл хлористоводородной кислоты (на 100 мл раствора 0,3 мл кислоты). Акриловые кислоты проявляются в виде фиолетовых пятен на желтом фоне. R_f акриловой кислоты - 0,26, R_f метакриловой кислоты - 0,43.

Окрашиваемые зоны исследуемых веществ вырезают, измельчают и помещают в пробирки с 5 мл этанола для извлечения окрашенных в сиреневый цвет комплексов, которые полностью экстрагируются в течение 2 часов.

Фотометрируют растворы на ФЭКе при длине волны 540 нм (зеленый светофильтр) в кюветах с толщиной оптического слоя 10 мм и по калибровочным графикам находят концентрации акриловой и метакриловой кислот. В качестве холостой пробы используют этанол.

Построение калибровочных графиков

Для построения графиков готовят ряд стандартных растворов от 0,05 до 0,2 мг каждой кислоты в 100 мл дистиллированной воды. Стандартные растворы этих кислот в объеме 200 мл (100 мл раствора акриловой кислоты и 100 мл раствора метакриловой кислоты) помещают в фарфоровые чашки для выпаривания. Далее проводят весь ход анализа, как указано выше.

После экстракции этанолом окрашенных комплексов получают шкалы стандартных растворов акриловой и метакриловой кислот, соответствующие содержанию от 0,3 до 1,0 мг/л каждой кислоты. Фотометрируют в условиях, указанных для анализа пробы. Строят калибровочные графики для акриловой и метакриловой кислот, откладывая по оси абсцисс концентрации кислот, а по оси ординат соответствующие им оптические плотности.