

МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ

ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВИНИЛАЦЕТАТА В ВОДЕ МЕТОДОМ
ГАЗОЖИКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ I.

Виниловый эфир уксусной кислоты (укусновиниловый эфир, винилацетат) $\text{CH}_2 = \text{CH} - \text{COOCH}_3$ (Мол. масс 86,09) при обычной температуре представляет собой бесцветную жидкость, температура кипения $72 - 73^\circ$, удельный вес 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 перекиси - с ее скоростью полимеризации резко повышается. Благодаря способности полимеризоваться он нашел применение в качестве исходного вещества для получения различных полимерных материалов.

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

Предельно - допустимая концентрация в воде винилацетата

I.

Утверждено заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР В.Е. КОВИДИО.

20 января 1982 г. № 2915 - 82

- 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 экотрактов и определении методом газо-жидкостной хроматографии.

Чувствительность метода 0,1 мг/л.

РЕАКТИВЫ И АППАРАТУРА

1. Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором
2. Диэтиловый эфир, несодержащий 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°
7. Сульфат натрия, о, 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 раз-

бавлением 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 (полиэтилентгликоль), нанесенной на хезасорб (0,200 - 0,360). Температура колонки 50°, температура испарителя 125°, температура детектора - 100°. Скорость азота 25 мл/мин, водорода 30 мл/мин. Чувствительность усилителя 2X100¹¹а.

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) I + I мл, и по полученным данным строят калибровочный график, откладывая на оси абсцисс значения 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. ви-

тяжки и экстрагируют эфиром по 30 мл 3 раза. Вытяжки объединяют, сушат над безводным сернокислым натрием, упаривают на водяной бане при 38 - 40°C 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%.

$$\text{Формула для расчета: } C_{\text{вац}} = \frac{C_I \cdot 100 \times 10}{0,95 \times 1000} \text{ мкг/л}$$

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

C_I - 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 приводится следующим образом: через поглотительные склянки емкостью 5 - 10 мл, заполненные очищенным рексеном, протягивают определенное количество воздуха. Из поглотительного раствора отбирают 1 мкг и вводят в газовый хроматограф при опи -

санных выше условиях.

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

Формула для расчета: $C_{\text{вац}} = \frac{U_T \times C_{II} \times 1000}{U_B} \text{ мкг/мл}$

где C_{II} - содержание ВАЦ в поглотительном растворе, найденная по калибровочной кривой
 U_T - количество поглотительного раствора в мл.
 U_B - количество пропущенного воздуха в л.