

МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ

ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВИНИЛАЦЕТАТА В ВОДЕ МЕТОДОМ
ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ I.

Виниловый эфир уксусной кислоты (уксусновиниловый эфир, винилацетат) $\text{CH}_2 = \text{CH} - \text{OOCCH}_3$ (Мол. масс 86,09) при обычной температуре представляет собой бесцветную жидкость, температура кипения $72 - 73^\circ$, удельный вес 0,932 и показатель преломления $n^{20}_D - 1,4600$. 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

I.

Утверждено Заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР В.Е. КОВШИЛО.

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 экстрактов и определении методом газо - жидкостной 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. Длительные воронки емкостью 200 - 250 мл.
4. Колбы для упаривания на 100 мл
5. Пропилацетат свеженерегулированный
6. Винилацетат т.к. 70 - 73°
7. Сульфат натрия, б, в, х.ч.
8. Гексан, хч. (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 "Шимадазу"). Длина колонки 112 см, диаметр 3 мм, заполнена 15 % неподвижной фазы карбовакс - 20 М (полиэтиленгликоль), нанесенной на хвасорб (0,200 - 0,360). Температура колонки 50°, температура испарителя 125°, температура детектора - 100°.

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

Чувствительность усилителя 2X100 Гц.

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

В качестве внутреннего стандарта применяли пропилацетат (ПАЦ).

Время удерживания (2 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. вы-

тжки и экстрагируют эфиром по 30 мл 3 раза. Вытяжки объединяют, сушат над безводным сернистым 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%.

$$\text{Формула для расчета: } C_{\text{вац}} = \frac{C}{\bar{C}_I} \frac{100 \times 10}{0,95 \times 1000} \text{ мг/л}$$

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

$\frac{C}{\bar{C}_I}$ - 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 гексаном, 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 :

$$C_{\text{вац}} = \frac{V_{\text{г}} \times C_{\text{п}} \times 1000}{V_{\text{в}}} \text{ мкг/м}^3$$

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

$V_{\text{г}}$ — количество поглотительного раствора в мл.

$V_{\text{в}}$ — количество протянутого воздуха в л.