МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ

ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВИНИЛАЦЕТАТА В ВОДЕ МЕТОДОМ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ [1].

Виниловый эфир уксусной кислоты (уксусновиниловый эфир, винилацетат) $CH_2 = CH - OCOCH_3$ (Мол. масс 86,09) при обычной температуре представляет собой бесцветную жидкость, температура кипения 72 - 73°, удельный вес 0,932 и показатель преломления n^{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

---

1. Утверждено Заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР В.Е. КОВШИЛО.
20 января 1982 г. № 2915 - 82

gost.e-ecolog.ru

– 0,2 мг/л.

Таким образом винилацетат является достаточно токсичным. Кроме того при разложении полимеров, могут выделяться: укоусная 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,I мг/л.

РЕАКТИВЫ И АППАРАТУРА

I. 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 I00 мл
5. Пропилацетат свежеперегнанный
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 I25, I00, 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 (полиэтиленгликоль), нанесенной на хезасорб (0,200 - 0,360). Температура колонки 50^{0}, температура испарителя 125^{0}, температура детектора - 100^{0}.
Скорость азота 25 мл/мин, водорода 30 мл/мин.
Чувствительность усилителя $2X10^{-11}$а.

В этих условиях время удерживания винилацетата 6мин. 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. вы-

тяжки и экстрагируют эфиром по 30 мл 3 раза. Вытяжки объединяют, сушат над безводным сернокислым 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:

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

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

$\bar{C}_I$ - 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 : $$C_{ВАЦ} = \frac{У_Г \times C_П \times 1000}{У_В} мг/м^3$$

где $C_П$ – содержание ВАЦ в поглотительном растворе, найденная по калибровочной кривой

$У_Г$ – количество поглотительного раствора в мл.

$У_В$ – количество протянутого воздуха в л.

gost.e-ecolog.ru