I. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОНОМЕРОВ

МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ

ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ БУТИЛОВОГО ЭФИРА АКРИЛОВОЙ И МЕТАКРИЛОВОЙ КИСЛОТ В ВОДНЫХ ВЫТЯЖКАХ ИЗ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ[I].

Настоящий метод предназначен для определения бутилового эфира акриловой и метакриловой кислот в водных вытяжках.

Бутиловый эфир акриловой кислоты – $CH_2 = CH - C(=O)OC_4H_9$ прозрачная жидкость с неприятным запахом, Т кип. – 144°С, мол. масса – 128, $n_Д^{20}$ – 1,417.

Хорошо растворим в воде, эфире, этиловом спирте и других растворителях.

Бутиловый эфир метакриловой кислоты – $CH_2 = C(CH_3) - C(=O)OC_4H_9$ прозрачная жидкость с неприятным запахом, Т. кип. 163°С, мол. масса – 142,19, $n_Д^{20}$ – 1,427.

Растворяется в воде, эфире, этиловом спирте и других растворителях.

Бутилакрилат и бутилметакрилат обладают токсичным

I. Утверждено Заместителем Главного государственного врача СССР. В.Е. КОВШИЛО
9 сентября 1981 г. № 2447 – 81

gost.e-ecolog.ru

эффектом. ПДК для бутилметакрилата - 0,02 мг/л

ДУ для бутилакрилата - 0,05 мг/л

ПРИНЦИП МЕТОДА

Метод основан на извлечении бутилакрилата (БА) и бутилметакрилата (БМА) из водных растворов диэтиловым эфиром, концентрации полученных экстрактов и определении методом газожидкостной хроматографии

Чувствительность метода - 0,002 мг/л или $2 \cdot 10^{-7}$%

Минимально детектируемое количество - $5 \cdot 10^{-7}$ мг

при высоте пика: БМА - 15 мм, БА - 24 мм.

РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

1. Диэтиловый эфир, свежеперегнанный
2. Стандартный раствор бутилакрилата
3. Стандартный раствор бутилметакрилата
4. Дистиллированная вода
5. Натрий сернокислый безводный, чда ГОСТ 4166-66

ПЕРЕГОНКА ЭФИРА

Перегонку эфира проводят с целью удаления примесей, которые могут мешать определению. Для этого в литровую круглодонную колбу помещают 0,5 л диэтилового эфира. Перегонку проводят на водяной бане ($T^0 = 40 - 45^0$) с дефлегматором длиной 20 см. Скорость перегонки 10 - 15 капель в минуту. Перегнанный эфир хранят не более трех недель

ОБОРУДОВАНИЕ И ПОСУДА

I. Хроматограф с пламенно – ионизационным детектором
2. Микрошприц МШ-IO
3. Весы аналитические
4. Воронки химические, диаметр 5 – 7 см
5. Воронки делительные емкостью 500 мл
6. Колбы для упаривания (рис. I)
7. Градуированные пипетки ценой деления 0,I мл емкостью I мл ГОСТ I770-64
8. Бани водяные
9. Мерные цилиндры емкостью 50 мл и 250 мл

УСЛОВИЯ АНАЛИЗА

Определение ведут на хроматографе с пламенно-ионизационным детектором. :

I. Колонки длиной I00 см диаметром 0,5 см
Неподвижная фаза – I5 % карбовакс 20 М, нанесенный на хезасорб AW -НМДС (0,I6 – 0,20 мм).
Температура колонки – I20°С, температура испарителя – I60°С, скорость азота – 40 мл/мин.
Время удерживания в этих условиях БА – 4мин, БМА – 5 мин/
Чувствительность усилителя – 20 • $I0^{-I2}$ а.

2. Длина колонки – I20 см, диаметр – 0,3 см
Неподвижная фаза – I5 % карбовакса 20 М на хромосорбе W (0,I47 – 0,I75 мм).
Температура колонки – 80°С ; температура испарителя – I40°С.
Скорость азота – 45 мл/мин

В этих условиях время удерживания БА и БМА $3^{I}\ 14^{II}$; $4^{I}14^{II}$ - - соответственно.

Чувствительность усилителя - $0,2 \cdot 10^{-11}$ а.

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Для проведения анализа готовят стандартные растворы, содержащие по 3 мкг/мл, 2 мкг/мл, I мкг/ мл, 0,5 мкг/мл бутилакрилата или бутилметакрилата.

Для построения калибровочной кривой в 250 мл дистиллированной воды вносят I мл стандартного раствора и экстрагируют эфиром по 35 мл, I5 мл, I5 мл три раза в течение I0 мин. каждый раз. Вытяжки объединяют, сушат безводным сернокислым натрием и упаривают на водяной бане при температуре 50 - 60^{0}С до объема 0,2 мл.

Упаривание лучше проводить в колбочках, изображенных на рис. I. После концентрирования отбирают 2 мкл и вводят в хроматограф. По полученным данным строят калибровочный график, откладывая на оси ординат высоту пика.

Для определения БА и БМА в водных вытяжках поступают также, как и при построении калибровочной кривой. Для получения достоверных результатов рекомендуется делать 2 параллельных опыта . Содержание бутилакрилата и бутилметакрилата определяют по калибровочной кривой

В случае расхождения-делать третий опыт. Концентрацию БА и БМА можно рассчитать и исходя из уравнения прямой : $y = ax + b$, которым описывается наш график.

Содержание БА и БМА в пробе может быть рассчитано и по ниже приведенным уравнениям

В данном случае :

I) для бутилакрилата

$$Cx\ БА = \frac{(h - 35) \cdot 1000}{40 \cdot \gamma \cdot 1000}$$, где

Cx – искомая концентрация БА (мг/л)

h – полученная высота пика, мм

γ – объем пробы, взятый для анализа, мл

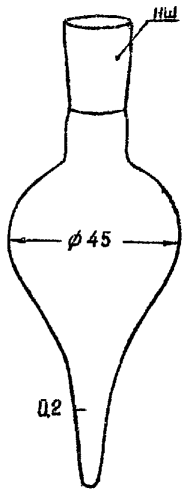
2. для бутилметакрилата

$$Cx\ БМА = \frac{(h - 38) \cdot 1000}{26 \cdot \gamma \cdot 1000}$$, где

Cx – искомая концентрация БМА (мг/л)

h – полученная высота пика (мм)

γ – объем пробы, взятый для анализа (мл).



gost.e-ecolog.ru

Рис. I. Калибровочная пробирка