МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ

ПО РАЗДЕЛЬНОМУ ОПРЕДЕЛЕНИЮ ПОЛИЭТИЛЕНПОЛИАМИНОВ (ПЭПА) В ВОДЕ И СПИРТОСОДЕРЖАЩИХ МОДЕЛЬНЫХ РАСТВОРАХ ПРИ САНИТАРНО-ХИМИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЯХ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ[I].

КРАТКАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА ПРЕПАРАТА

Смесь этилендиамина, диэтилентриамина и более высококипящих полиэтиленполиаминов.

Густая, вязкая, желтая жидкость с резким запахом.

Полиэтиленполиамины очень хорошо растворимы в спирте, хлороформе и воде.

При производстве полимерных материалов и клеевых композиций применяется как смесь полиэтиленполиаминов, так и отдельные ее компоненты.

ПРИНЦИП МЕТОДА

Метод основан на упаривании подкисленных водных и вод-

I. Утверждено Заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР А.И. Заиченко 5 августа 1976 г. № 1449 - 76

gost.e-ecolog.ru

носпиртовых вытяжек до небольших объемов (0,I – 0,2 мл) в вакууме водоструйного насоса с последующим хроматографированием в тонком слое силикагеля.

Система подвижных растворителей – метанол-ацетон – 25%-й водный раствор аммиака 5 : I : I. С помощью указанной системы можно определить до 7 олигомеров полиэтиленполиаминов.

Реагент для обнаружения веществ на хроматограммах – нингидрин.

Метод позволяет обнаружить 0,0I – 0,02 мг полиэтиленполиаминов в литре водной или водно – спиртовой вытяжки.

Реактивы и растворы

I. Серная кислота, ГОСТ 4204-66, 0,I н раствор
2. Метиловый спирт, чда, ГОСТ 6995-67
3. Ацетон, ГОСТ 2603-63
4. Аммиак водный, 25 %-й раствор, ГОСТ 3760-64
5. Уксусная кислота ледяная, ГОСТ 6I-69
6. Бутиловый спирт нормальный, ГОСТ 3760-64
7. Нингидрин – раствор 0,3 г в 3 мл ледяной уксусной кислоты и I00 мл н-бутанола
8. Силикагель марки КСК, ГОСТ 3965-54
9. Гипс медицинский, ст. ГОСТ 27-I868
I0. Стандартные хлороформенные растворы индивидуальных полиэтиленполиаминов, концентрацией I00 мкг/мл.
II. Дистиллированная вода.

Приборы и посуда

1. Прибор для отгонки воды в вакууме (круглодонная колба, емкостью 150 – 200 мл, ГОСТ 10394-63 ; насадка ВИГИ; ГОСТ 9425-60 ; холодильник ЛИБИХА, ГОСТ 9499-60 ; алонж вакуумный, ГОСТ 9425-60 ; приемник – круглодонная колба, емкостью 100 – 250 мл, капилляр все на шлифах).
2. Насос водоструйный, ГОСТ 10696-63
3. Градуированные пипетки с ценой деления 0,01 мл, емкостью 1 мл для нанесения проб, ГОСТ 1770-61
4. Камера для хроматографирования (цилиндрический сосуд 25 см, ГОСТ 1065-63, с притертой крышкой).
5. Камера для опрыскивания пластинок (стеклянный колпак ⌀ 20 – 25 см, СТУ 30-6192-62).
6. Пульверизаторы стеклянные
7. Баня водяная
8. Термометр технический на 100°С

Приготовление пластинок с тонким слоем сорбента

Стеклянные пластинки размером 13 х 18 см тщательно промывают водой, содой, хромовой смесью, дистиллированной водой и сушат в вертикальном положении.

В ступке смешивают 6,9 г силикагеля и 1 г гипса, предварительно просеянных через сито 100 меш. Полученную смесь растирают с 12 мл дистиллированной воды до образования сме-

танообразной массы, затем добавляют еще 6 мл воды, перемешивают и наносят на пластинки. Из указанного количества адсорбционной массы можно приготовить 2 – 3 пластинки.

Описание определения

100 мл водной вытяжки помещают в круглодонную колбу и добавляют 0,1 мл 0,1 Н раствора серной кислоты. Перемешивают и оставляют стоять на 10 минут, периодически встряхивая Затем воду оттоняют в вакууме от водоструйного насоса на водяной бане, температура которой не превышает 40 – 45°С, до объема 0,1 – 0,3 мл. К остатку добавляют примерно равный объем ацетона и наносят пипеткой для нанесения проб на пластинку силикагель – гипс. Колбу два раза ополаскивают небольшим количеством (0,5) смеси ацетон – вода 1 : 1 и смывы также наносят на эту же пластинку и для каждой пробы в отдельности наносят стандартные растворы свидетелей – этилендиамина, диэтилентетрамина и др., в количествах от 0,5 до 20 мкг. (При содержании полиэтиленполиаминов в пробе в количествах, превышающих 20 мкг пробы нужно соответственно разбавлять).

Все пятна наносят на расстоянии 1,5 см от нижнего края пластинки и диаметр их не должен превышать 1 см. Пластинку с нанесенными растворами помещают в камеру для хроматографирования, в которую налита смесь подвижных растворителей метанол – ацетон – 25 %-й аммиак 5: 1: 1.

Камера используется без предварительного насыщения. После подъма растворителя на высоту 10 см пластинку вынимают из камеры, отмечают линию форонта и сушат на воздухе

до полного исчезновения запаха аммиака. Затем пластинку опрыскивают раствором нингидрина и нагревают в течение 5-10 минут в сушильном шкафу при температуре 100 ÷ 110°С.

Пятна полиэтиленполиаминов дают розовую окраску на белом фоне.

Идентификацию и количественное определение отдельных полиэтиленполиаминов производят путем визуального сравнения размера пятен и интенсивности их окраски и значений R_f олигомеров полиэтиленполиаминов, мигрирующих в воду и водно-спиртовые модельные среды, и стандартных растворов индивидуальных веществ.

Расчет содержания полиэтиленполиаминов в вытяжке производят по формуле : $A = \frac{a}{v}$, где

A - искомое количество полиэтиленполиаминов в вытяжке в мг/л ;

a - найденное количество полиэтиленполиаминов в вытяжке в мкг ;

v - объем исследуемой вытяжке в мл.

Процент определения полиэтиленполиаминов составляет 80 - 85 %.

Таблица I

Значение R_f индивидуальных полиэтилен полиаминов.

Полиэтиленполиамин	
Этилендиамин	0,72
Диэтилентриамин	0,60
Триэтилентетрамин	0,40
Тетраэтиленпентамин	0,20

gost.e-ecolog.ru