МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ ПО МЕРКУРИМЕТРИЧЕСКОМУ ОПРЕДЕЛЕНИЮ МАЛЫХ КОЛИЧЕСТВ ВИНИЛАЦЕТАТА В ВОДЕ, ВОДНО-СПИРТОВЫХ РАСТВОРАХ И ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ[I].

ОБЩАЯ ЧАСТЬ

Винилацетат ($CH_2 = CHOCOCH_3$) представляет собой бесцветную, летучую, легковоспламеняющуюся жидкость с эфирным запахом. Плотность при 20^oC – 0,932. температура кипения – $73,4^oC$. Растворим в эфире и спиртах ; растворимость в воде составляет 2 %.

ПДК винилацетата в воде водоемов хозяйственно – питьевого водопользования составляет 0,2 мг/л. ДУ миграции в воду и ДКИ в модельные среды и пищевые продукты не имеется.

В литературе практически отсутствуют сведения о методах определения винилацетата в воде и других средах. Нами разработан высокочувствительный метод, позволяющий определять винилацетат в различных по составу модельных средах и пи-

---

I. Утверждено Заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР А.И. Заиченко. 30 июня 1978 г. № 1870 – 78

gost.e-ecolog.ru

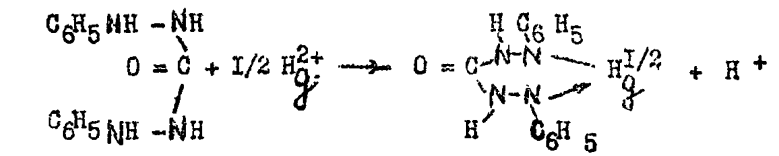
щевых продуктах (вода, 40 и 96 % этанол, молоко, подсолнечное и сливочное масло, мясо, рыба).

Метод включен в ГОСТ 22648-77 "Пластмассы".

Метод специфичен, прост в исполнении и не требует сложной аппаратуры. Был применен при санитарно - химическом исследовании сополимеров этилена с винилацетатом различного состава, сополимерных дисперсий винилацетата с эфирами малеиновой и акриловой кислот и др.

Принцип метода

Метод основан на реакции меркурирования мономера с образованием комплексных соединений и дальнейшем колориметрическом определении избытка уксуснокислой ртути с дифенилкарбазидом. Комплекс уксусно - кислой ртути с дифенилкарбазидом окрашен в фиолетовый цвет.



Для изолирования винилацетата из водных вытяжек и пищевых продуктов использовали экстрактивную дистилляцию его с этиловым спиртом.

Чувствительность метода 0,05 мг/л мг/кг. Относительная погрешность определения не превышает 20 %.

Реактивы и растворы

1. Винилацетат, мономер по МРТУ 6-09-5542-68, свежеперегнанный.

2. Основной стандартный раствор винилацетата в этиловом спирте. Для его приготовления мерную колбу емкостью 25 мл с небольшим количеством перегнанного этанола взвешивают на аналитических весах с точностью 0,0002 г. Затем пипеткой вносят 5 - 6 капель свежеперегнанного винилацетата и взвешивают раствор. Найдя разницу между вторым и первым весом мерной колбы и поделив ее на 25, находят концентрацию винилацетата в растворе. Раствор годен в течение одной недели.

3. Рабочие стандартные растворы винилацетата концентрацией 0,1 и 0,01 мг/мл, свежеприготовленные. Готовят разбавлением основного раствора этиловым спиртом.

4. Спирт этиловый, ректификат по ТУ 59-47-72, перегнанный

5. Ртути окись желтая по ГОСТ 5230-74.

6. Ледяная уксусная кислота по ГОСТ 61-75.

7. Ацетат ртути, 0,1 % раствор в спирте:
0,15 г HgO растворяют в фарфоровой чашке в 10 мл ледяной уксусной кислоты при слабом нагревании на водяной бане. Затем количественно переносят раствор в мерную колбу на 100 мл и доливают спиртом до метки. Реактив годен в течение месяца.

8. Ацетат ртути, 0,01 % раствор в спирте. свежеприготовленный. Готовят разведением 0,1 % раствора.

9. Дифенилкарбазид по ГОСТ 5859-70, 0,1 % раствор свежеприготовленный.

Приборы и посуда

1. Перегонная установка на шлифах
2. Цилиндры мерные по ГОСТ 1770-74 емкостью 100 мл.
3. Колориметрические пробирки с притертыми пробками
4. Пипетки по ГОСТ 20292-74, вместительностью 10, 5, 2 и 1 мл
5. Колбы мерные по ГОСТ 1770-74 вместимостью 25 и 100мл

Приборы

1. Фотоэлектроколориметр.

Ход определения

100 мл вытяжки или 100 г пищевого продукта помещают в круглодонную колбу вместимостью 500 мл, приливают 25 мл спирта[x] и, закрыв колбу пробкой, тщательно перемешивают содержимое Опускают в колбу капилляры (только в случае пищевых продуктов), Соединяют ее с прямым холодильником с помощью съемной насадки Вюрца и отгоняют 10 мл дистиллята над закрытым электронагревательным прибором[xx]. Одновременно на другой установке проводят контрольный опыт.

---

x) Анализ спиртовых вытяжек производят без добавления этанола.

xx) Применение водяной бани исключается, так как случайное попадание водяных паров в приемник с дистиллятом может помешать определению винилацетата.

Затем у проб, отогнанных из модельных сред, отбирают в колориметрические пробирки по 3 мл дистиллята (в случае пищевых продуктов отбирают по 5 мл дистиллята), добавляют в случае модельных сред 0,5 мл 0,01 % раствора ацетата ртути (в случае пищевых продуктов - 1,0 мл), перемешивают и оставляют на 1 час для меркурирования. При этом раствор ацетата ртути вносят в каждую последующую пробу через 3 минуты после предыдущей. По истечении одного часа в первую пробирку вносят в случае модельных сред 0,1 мл раствора дифенилкарбазида (в случае пищевых продуктов 0,3 мл), перемешивают и через 5 мин измеряют оптическую плотность окрашенного в фиолетовый цвет раствора по отношению к чистому этиловому спирту на фотоколориметре в кварцевых кюветах с рабочей длиной 5 мм и зеленым светофильтром (λ = 536нм). Во вторую, третью и т.д. пробирки раствор дифенилкарбазида вносят ровно через 3 мин после предыдущей и также через 5 мин фотометрируют окрашенные растворы.

Вычислив разницу между оптическими плотностями контроля и пробы (Δ Д), концентрацию винилацетата в пробе (С, мг/л) находят по градуировочному графику $\Delta Д = f(C)$

Построение градуировочного графика

Градуировочный график строят отдельно для каждой среды и пищевого продукта. Для этого в круглодонную колбу на 500мл, содержащую 100 мл (100 г) воды (40 или 96 % спирта, молока, подсолнечного или сливочного масла, мяса, рыбы) вносят соответствующие объемы стандартных растворов винилацетата в спирте (концентрация 0,01 или 0,1 мг/мл) таким обра-

зом, чтобы содержание мономера в последующих пробах составляло : 0; 0,005; 0,01; 0,03 мг, что соответствует 0; 0,05; 0,1; 0,3 мг/л (мг/кг).

Закрывают колбу пробкой, перемешивают содержимое и, добавив капилляры, соединяют колбу с помощью насадки Вюрца с прямым холодильником.

В дальнейшем анализ проводят так же, как при определении винилацетата в вытяжках и пищевых продуктах (см. выше).

Для каждого пищевого продукта и модельной среды строят градуировочный график зависимости. $\Delta D = f(C)$.

gost.e-ecolog.ru