

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОНОМЕРОВ

МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ

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

Настоящий метод предназначен для определения бутило-
вого эфира акриловой и метакриловой кислот в водных вы-
тяжках.

Бутиловый эфир акриловой кислоты - $\text{CH}_2 = \text{CH} - \text{C} \begin{smallmatrix} \text{O} \\ \parallel \\ \text{OC}_4\text{H}_9 \end{smallmatrix}$
прозрачная жидкость с неприятным запахом, Т кип. -
144°C, мол. масса - 128, D_4^{20} - 1,417.

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

Бутиловый эфир метакриловой кислоты - $\text{CH}_2 = \text{C} \begin{smallmatrix} \text{CH}_3 \\ | \\ \text{I} \end{smallmatrix} - \text{C} \begin{smallmatrix} \text{O} \\ \parallel \\ \text{OC}_4\text{H}_9 \end{smallmatrix}$
прозрачная жидкость с неприятным запахом, Т. кип. 163°C,
мол. масса - 142,19, D_4^{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

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 серноокислый 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

1. Хроматограф с пламенно - ионизационным детектором
2. Микрошприц МШ-10
3. Весы аналитические
4. Воронки химические, диаметр 5 - 7 см
5. Воронки делительные емкостью 500 мл
6. Колбы для упаривания (рис. 1)
7. Градуированные пилетки ценой деления 0,1 мл емкостью 1 мл ГОСТ 1770-64
8. Бани водяные
9. Мерные цилиндры емкостью 50 мл и 250 мл

УСЛОВИЯ АНАЛИЗА

Определение ведут на хроматографе с пламенно-ионизационным детектором. :

1. Колонки длиной 100 см диаметром 0,5 см
 Неподвижная фаза - 15 % карбовакс 20 М, нанесенный на хеза-сорб АW -НМД (0,16 - 0,20 мм).
 Температура колонки - 120°C, температура испарителя - 160°C, скорость азота - 40 мл/мин.
 Время удерживания в этих условиях БА - 4 мин, БМА - 5 мин/
 Чувствительность усилителя - 20 • 10⁻¹² а.
2. Длина колонки - 120 см, диаметр - 0,3 см
 Неподвижная фаза - 15 % карбовакс 20 М на хромосорбе W (0,147 - 0,175 мм).
 Температура колонки - 80°C ; температура испарителя - 140°C.
 Скорость азота - 45 мл/мин

II.

В этих условиях время удерживания БА и БМА 3^I I_4^P ; 4^I I_4^P -
- соответственно.

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

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Для проведения анализа готовят стандартные растворы, содержащие по 3 мкг/мл, 2 мкг/мл, 1 мкг/мл, 0,5 мкг/мл бутилакрилата и бутилметакрилата.

Для построения калибровочной кривой в 250 мл дистиллированной воды вносят 1 мл стандартного раствора и экстрагируют эфиром по 35 мл, 15 мл, 15 мл три раза в течение 10 мин. каждый раз. Вытяжки объединяют, сушат безводным сернистым натрием и упаривают на водяной бане при температуре $50 - 60^{\circ}\text{C}$ 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 рекомендуются делать 2 параллельных опыта. Содержание бутилакрилата и бутилметакрилата определяют по калибровочной кривой.

В случае расхождения - делают 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 :

1) для бутилакрилата

$$C_x \text{ БА} = \frac{(h - 35) \cdot 1000}{40 \cdot V \cdot 1000} \quad , \text{ где}$$

C_x - искомая концентрация БА (мг/л)

h - полученная высота пика, мм

V - объем пробы, взятый для анализа, мл

2. для бутилметакрилата

$$C_x \text{ БМА} = \frac{(h - 38) \cdot 1000}{26 \cdot V \cdot 1000} \quad , \text{ где}$$

C_x - искомая концентрация БМА (мг/л)

h - полученная высота пика (мм)

V - объем пробы, взятый для анализа (мл).

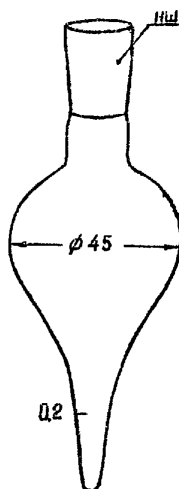


Рис. 1. Калибровочная пробирка