

2915-82

46

Цена 80 коп.

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР  
ГЛАВНОЕ САНИТАРНО-ЭПИДЕМИОЛОГИЧЕСКОЕ УПРАВЛЕНИЕ

МЕТОДЫ САНИТАРНО-ХИМИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ  
ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ, ПРЕДНАЗНАЧЕННЫХ  
ДЛЯ КОНТАКТА С ПИЩЕВЫМИ ПРОДУКТАМИ

СБОРНИК МЕТОДИЧЕСКИХ РЕКОМЕНДАЦИЙ

ТОМ I

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОНОМЕРОВ И ОТВЕРДИТЕЛЕЙ  
ЭПОКСИДНЫХ СМОЛ

Киев - 1982

К О Н Т Р О Л Ь Н Ы Й  
Э К З Е М П Л Я Р  
Ф Б У З  
Ф Ц Г И Э Р О С П О Т Р Е Б Н А Д З О Р А

ФБУЗ ФЦГИЭ Роспотребнадзора  
Информационный ресурс

18

ПЕРИОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ  
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВИНИЛПЕТАТА В ВОДЕ ПЕРИОДИ  
РАЗМЕЩЕНИЕМ ХЕМОЦИТРАФИИ I.

Виниловый эфир уксусной кислоты (уксусный мушкетир эфир, винилпептат)  $\text{CH}_2 = \text{CH} - \text{OOCCH}_3$  (Мол. вес 86,09) при обычной температуре представляет собой депрессивную смесь, температура кипения  $72 - 73^\circ$ , удельный вес 0,932 и имеет запах предельной  $n_{20}^D = 1,4600$ . Он хорошо растворим в спирте, эфире и гексане. Растворимость в воде составляет 25 мг/л. Винилпептат при комнатной температуре полимеризуется медленно под действием ультрафиолетового света или перекиси - оей скорость полимеризации резко повышается. Благодаря способности полимеризоваться он нашел применение в качестве коагулянта для получения различных полимерных материалов.

Подпороговая концентрация, определенная по токсикологическими характеристикам, составляет 0,2 мг/л.

Пределы -- допустимая концентрация в воде винилпептата

I.

Утверждено заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР В.Е. КОБИЛИЦКО.

20 января 1962 г. № 2915 - 82

- 0,2 мг/л.

Таким образом винилцелюлоз является достаточно токсичным. Кроме того при разложении полимеров, могут выделяться углекислая кислота, формальдегид и метанол, которые не мешают определению винилцелюлозы в воде.

#### ПРИНЦИП МЕТОДА

Метод основан на извлечении винилцелюлозы (ВЦ) из водных растворов диэтилового эфира, уларивании полученных экстрактов и определении методом тазо - кипостной хрома - тографии.

Чувствительность метода 0,1 мг/л.

#### РЕАКТИВЫ И АППАРАТУРА

1. Хроматограф с пламенно - ионизационным детектором
2. Диэтиловый эфир, несодержащий примесей, максимальное время удерживания 4 - 6 мин
3. Длительные воронки емкостью 200 - 250 мл.
4. Колбы для уларивания на 100 мл
5. Пропиладцелюлоз свежеперегнанный
6. Винилцелюлоз т.к. 70 - 730
7. Сульфат натрия, 0, в, х.ч.
8. Гексан, хч. (очищенный по / 1 /)

#### ПРИГОТОВЛЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ РАСТВОРОВ

Стандартный раствор готовят взвешиванием навески винилцелюлозы 50 мг и растворением в 50 мл эфира. Растворы, содержащие 125, 100, 50 и 25 мг/мл винилцелюлозы готовят повторным раз-

22.

бавлением исходного стандартного раствора эфира.

#### УСЛОВИЯ АНАЛИЗА

Определение ведут на хроматографе с длиной волны - ионизационным детектором (например "Плмалзу"). Длина колонки 112 см, диаметр 3 мм, заполнена 15 % неподвижной фазы карбовакс - 20 М (полиэтилентетрагидрола), нанесенной на сорбент (0,200 - 0,360). Температура колонки 50°, температура испарителя 125°, температура детектора - 100°. Скорость азота 25 мл/мин, водорода 30 мл/мин. Чувствительность усилителя 2X100 Гга.

В этих условиях время удерживания винилцелюлозы 6 мин. 48 сек.

В качестве внутреннего стандарта применяют пропиладцелюлозу (ПЦ).

Время удерживания 12 мин. 48 сек.) или диэтилового эфира 115 мин. 46 сек.) при 35 мл/мин азота.

#### ОПИСАНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В хроматограф вводят по 1 мкл смеси стандартного раствора и внутреннего стандарта (100 мг/мл) 1 мл, и по полученным данным строят калибровочный график, откладывая на оси абсцисс значение концентрации винилцелюлозы, а по оси ординат соотношение площадей или высот пиков стандарта и внутреннего стандарта (пропиладцелюлозы или диэтилового эфира).

Для определения винилцелюлозы в воде берут 100 мл, вы-

23.

линии и экстраполирует эфиром по 30 мл 3 раза. Вытяжки объединяют, сушат над безводным сернокислым натрием, упаривают на водной бане или 3х - 4х<sup>0</sup>С до объема 0,5 мл и прибавляют 0,5 мл стандартного раствора пропиламетилата (100 мкг). Из полученного раствора отбирают 1 мкл и вводят в газовый хроматограф. Хроматографируют. Подсчитывают уменьшение площади ВД и внутренне стандарта определяют по калибровочной кривой отношение концентрации ВД и ПД и рассчитывают содержание ВД в воде, учитывая, что процент экстракции составляет 95%.

Формула для расчета:

$$C_{\text{ВД}} = \frac{C_1}{C_2} \cdot \frac{100 \times 10}{0,95 \times 1000} \text{ мкг/л}$$

где,  $C_{\text{ВД}}$  — содержание ВД в мкг в 1 литре вытяжки

$C$

$C_1$  — соотношение, найденное по калибровочной кривой

Определение винилпиперата может быть проведено по абсолютным калибровочным кривым. Для этого необходимо измерить площадь или высоту пика ВД на хроматограмме и по кривой определить количество ВД

#### ОПРЕДЕЛЕНИЕ В ВОЗДУХЕ

Эти же калибровочные кривые пригодны для определения ВД в воздухе. Забор проб воздуха производится олеоушным образом; через поглощающие окиски емкость 5 - 10 мл, заполненные очищенным реактаном, протитчивают определенное количество воздуха. Из поглощенного раствора отбирают 1 мкл и вводят в газовый хроматограф при 0лн -

санних выше условий.

Чувствительность метода определения при 0,5 мкг/мл составляет 12,5 мкг/мл.

Формула для расчета :  $C_{\text{ВД}} = \frac{U_1 \times C}{U_2} \times \frac{1000}{U_3} \text{ мкг/м}^3$

УД

где  $C_{\text{П}}$  — содержание ВД в поглощенном растворе,

найденная по калибровочной кривой

$U_1$  — количество поглощенного раствора в мл.

$U_2$  — количество протитченного воздуха л.

ФБУЗ Роспотребнадзора  
 НИИ ГИИФ  
 НИИ