



НАУЧНАЯ СЕССИЯ БГМУ

Секция «ГИГИЕНИЧЕСКИЕ НАУКИ И РАДИАЦИОННАЯ МЕДИЦИНА»

Методика определения массовой концентрации винилацетата в водных вытяжках из текстильных материалов и полимеров на основе винилацетата методом статического парофазного анализа.

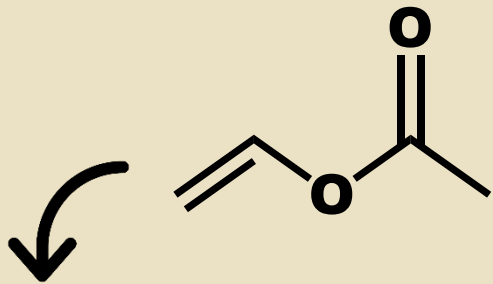
Авторы: Чеботкова Д. В., Крымская Т. П., Лебединская К. С., Гук Д. Л., лаборатория хроматографических исследований НИИ гигиены, токсикологии, эпидемиологии, вирусологии и микробиологии ГУ «Республиканский центр гигиены, эпидемиологии и общественного здоровья»

www.certificate.by

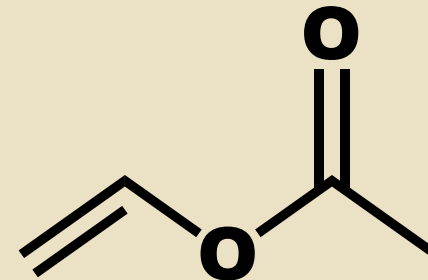
www.rspch.by

chromatographic@rspch.by

ВИНИЛАЦЕТАТ



Пары винилацетата раздражают верхние дыхательные пути, раздражают слизистые оболочки и могут вызвать покраснение и опухоль на глазах;



Молекулярная масса, г/моль	86,09
$t_{\text{плавления}}, ^\circ\text{C}$	-93,2
$t_{\text{кипения}}, ^\circ\text{C}$	72,7
$P_{\text{пара}}, \text{кПа при } 20^\circ\text{C}$	11,7
Плотность, г/см ³	0,932
Растворимость в воде при 20°C	2 г/100 мл

Винилацетат – низкомолекулярное токсичное вещество 3 класса опасности

ВИНИЛАЦЕТАТ

№ п/п	ТЕХНИЧЕСКИЙ РЕГЛАМЕНТ ТАМОЖЕННОГО СОЮЗА
1	ТР ТС 005/2011 «О безопасности упаковки»
2	ТР ТС 007/2011 «О безопасности продукции, предназначенной для детей и подростков»
3	ТР ТС 008/2011 «О безопасности игрушек»
4	ТР ТС 017/2011 «О безопасности продукции легкой промышленности»

Винилацетат регламентируется в изделиях из текстильных материалов и полимеров на основе винилацетата. Допустимое количество миграции винилацетата в водную модельную среду составляет 0,2 мг/дм³, норматив миграции в воздушную модельную среду составляет 0,15 мг/м³.

Цель и задачи

Цель – разработка методики определения уровня миграции, выраженного в единицах массовой концентрации, в водную среду винилацетата, содержащегося в изделиях из текстильных материалов и полимеров на основе винилацетата

1 этап

Подобрать условия подготовки к анализу водных вытяжек;

2 этап

Подобрать условия хроматографического определения винилацетата;

3 этап

Провести набор экспериментальных данных и рассчитать метрологические характеристики методики;

4 этап

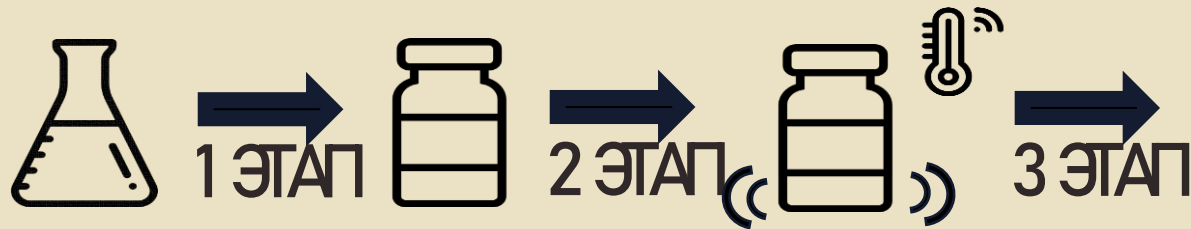
Разработать проект методики определения винилацетата в водных средах.

5 этап - «Аттестация и регистрация разрабатываемой Методики»

Методика измерения

Принцип метода определения винилацетата в водных средах основан на:

извлечении винилацетата из водных вытяжек газовой экстракцией при нагревании пробы в замкнутом объеме, газохроматографическом анализе равновесной паровой фазы с использованием двух параллельных кварцевых капиллярных колонок, идентификации винилацетата по временам удерживания на двух каналах ПИД и количественном определении методом абсолютной градуировки.



1

10 мл пробы помещают в виалу, содержащую 1 г безводного сернистого натрия, герметизируют специальной крышкой

2

Флаконы с пробой в течении 20 мин при встряхивании термостатировали при температуре 80 °С.

3

Введение паровой фазы объемом 3 см³ в испаритель хроматографа.

Получение вытяжек из образцов, из текстильных материалов и полимеров на основе винилацетата, проводят при определенной экспозиции, температурном режиме и отношении площади (см²), массы образца (г) к объему модельной среды (см³) в соответствии с требованиями нормативных документов, включенными в Перечни стандартов к техническим регламентам Таможенного союза ТР ТС 005/2011, ТС 007/2011, ТР ТС 008/2011, ТС 017/2011 и действующими на территории государства.

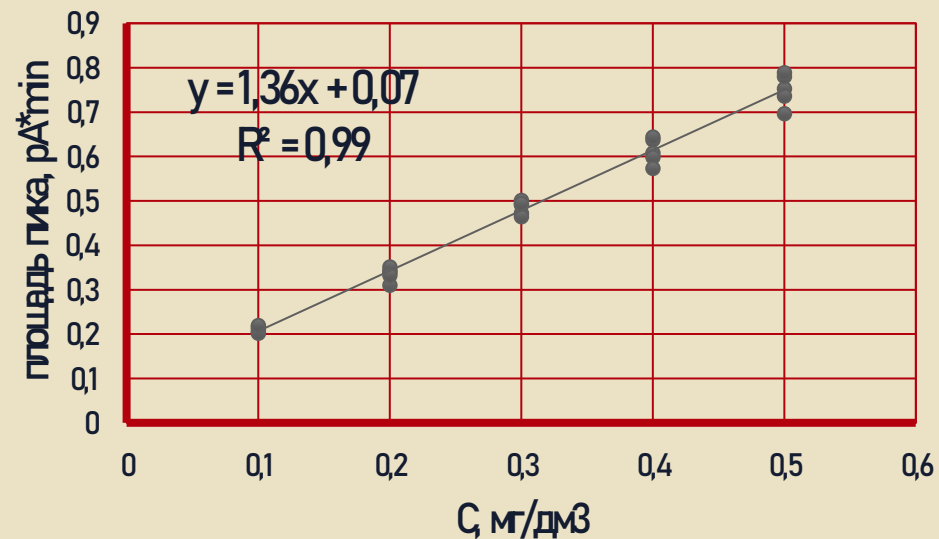
Параметры хроматографирования

Условие проведения газохроматографического анализа	Значение
Давление на входе в капиллярную колонку (расход газа-носителя (гелий))	60 кПа
Сброс газа-носителя	8 см ³ /мин
Температура испарителя	250 °С
Температура детектора (ПИД)	250 °С
Объемный расход газа-носителя на поддув детектора	30 см ³ /мин
Объемный расход водорода	30 см ³ /мин
Объемный расход воздуха	300 см ³ /мин
Температура первого изотермического участка	40 °С
Длительность первого изотермического участка	7 мин
Скорость программирования температуры	5 °С /мин
Температура второго изотермического участка	110 °С
Длительность второго изотермического участка	0 мин
Скорость программирования температуры	50 °С /мин
Температура третьего изотермического участка	220 °С
Длительность третьего изотермического участка	2 мин

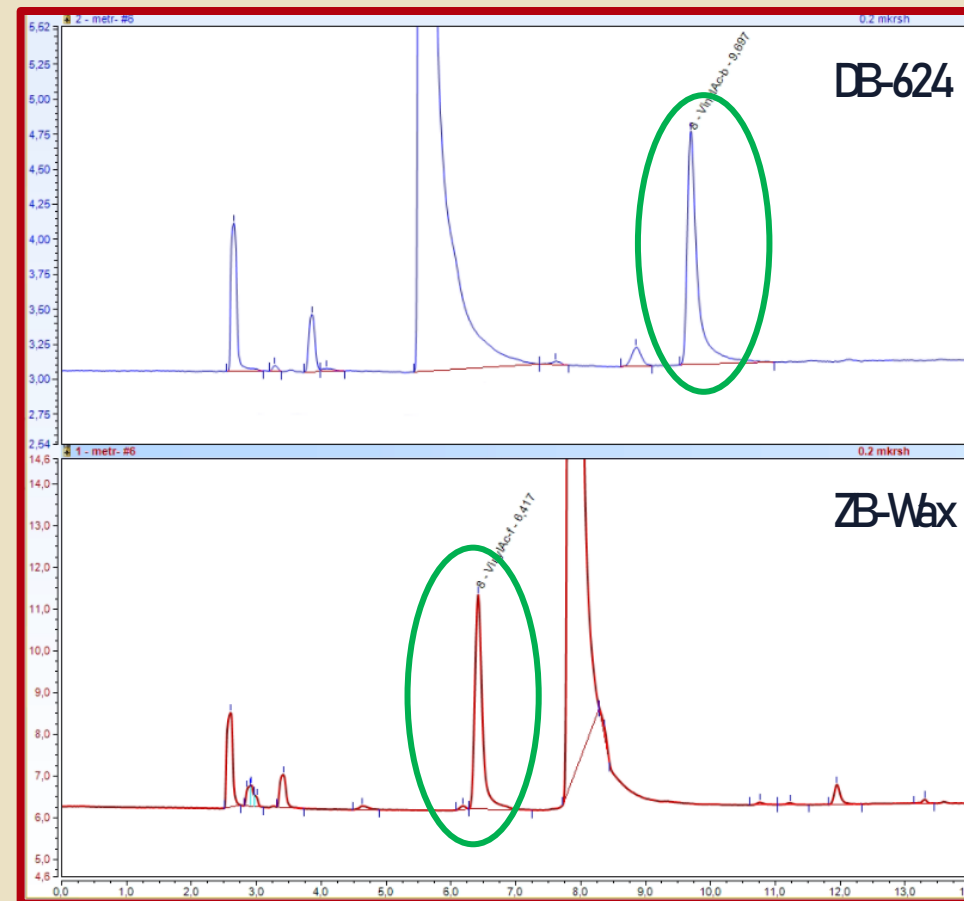
Параметры ДРП (Headspace Autosampler)	
Вспомогательный газ (Auxiliary Gas)	Азот
Время термостатирования виалы с пробой (Vial Equilibration Time)	40 мин (при встряхивании - 20 мин)
Температура термостата виалы с пробой (Oven Temperature)	80 °С
Температура переходной линии (Transfer Line Temperature)	145 °С
Температура манифолда (Manifold Temperature)	135 °С
Время уравнивание давления (Pressure equilibration time)	20 с
Избыточное давление в виале (Auxiliary pressure)	0,70 бар
Время наполнения петли (Loop fill time)	20 с
Время установления равновесия в петле (Loop equilibraion time)	5 с
Время инъекции	20 с
Объем вводимой дозы равновесного пара	3 см ³
Общее время анализа	25,2 мин

Параметры хроматографирования

Для ГХ-ПИД-анализа и дозатора равновесного пара



Градуировочный график зависимости площади хроматографического пика от массовой концентрации винилацетата в растворе в диапазоне концентрация от 0,10 до 0,50 мг/дм³



Хроматограмма водной вытяжки с добавкой винилацетата концентрацией 0,2 мг/дм³

Метрологические характеристики методики

Рассчитаны метрологические характеристики методики, результаты представлены в виде отчета по результатам проведения исследований по оцениванию рабочих характеристик (включая показатели точности измерений) методики измерений «Массовая концентрация винилацетата, выделяемого из изделий из текстильных материалов и полимеров на основе винилацетата, в водных и воздушной средах. Методика измерений методом газовой хроматографии» и будут проходить аттестацию в РУП «Белорусский государственный институт метрологии»

Диапазон измерений массовой концентрации	Стандартное отклонение повторяемости, %	Предел повторяемости r, %	Стандартное отклонение воспроизводимости, %	Предел промежуточной прецизионности $r_{R(10)}$, %	Относительная расширенная неопределенность при $k = 2$ $U(X)$, %
Для водных вытяжек, мг/дм³					
0,10 - 0,50	7	20	10	28	25