МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР
ГОСУДАРСТВЕННАЯ САНИТАРНАЯ ИНСПЕКЦИЯ

ИНСТРУКЦИЯ

ПО САНИТАРНО-ХИМИЧЕСКОМУ ИССЛЕДОВАНИЮ НОВЫХ ВИДОВ ПИЩЕВОЙ ПОСУДЫ, ТАРЫ И ДРУГИХ ИЗДЕЛИЙ, ИЗГОТОВЛЕННЫХ С ПРИМЕНЕНИЕМ СИНТЕТИЧЕСКИХ ЛАКОВ, ЭМАЛЕЙ, КЛЕЯ, РЕЗИНЫ, ШПАКЛЕВКИ И ПЛАСТМАССЫ

МЕДИЦИНА — 1964

gost.e-ecolog.ru

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР
ГОСУДАРСТВЕННАЯ САНИТАРНАЯ ИНСПЕКЦИЯ

ИНСТРУКЦИЯ
ПО САНИТАРНО-ХИМИЧЕСКОМУ ИССЛЕДОВАНИЮ НОВЫХ ВИДОВ ПИЩЕВОЙ ПОСУДЫ, ТАРЫ И ДРУГИХ ИЗДЕЛИЙ, ИЗГОТОВЛЕННЫХ С ПРИМЕНЕНИЕМ СИНТЕТИЧЕСКИХ ЛАКОВ, ЭМАЛЕЙ, КЛЕЯ, РЕЗИНЫ, ШПАКЛЕВКИ И ПЛАСТМАССЫ

ИЗДАТЕЛЬСТВО «МЕДИЦИНА» — 1964

Подготовлено
отделом гигиены питания Московского научно-исследовательского института гигиены имени Ф. Ф. Эрисмана (исполнитель—кандидат биологических наук М. И. Крылова)

Настоящая инструкция предназначена для использования в гигиенических институтах и лабораториях санитарно-эпидемиологических станций, а также производственных лабораториях, осуществляющих технический контроль за качеством изготовляемой предприятием посуды, тары и других изделий, требующих гигиенической оценки.

С изданием настоящей инструкции «Инструкция по санитарно-химическому испытанию новых видов пищевой посуды, тары и других изделий, изготовленных с применением синтетических лаков, эмалей, клея, резины, шпаклевки и пластмассы» 1957 г. № 250-А-57 от 20 августа утратила силу.

УТВЕРЖДАЮ
Зам. Главного государственного
санитарного инспектора СССР
К. СМИРНОВ
29 мая 1962 г.

ВВЕДЕНИЕ

Мощная пищевая промышленность СССР ежегодно использует громадное количество посуды и тары для хранения и транспортировки пищевых продуктов.

Для изготовления этой посуды и тары расходуются большие и из года в год все возрастающие количества весьма ценных материалов (луженой жести, цветных металлов, древесины ценных пород и пр.).

В целях экономии этих материалов и удешевления стоимости пищевых продуктов промышленность изыскивает заменители дефицитных материалов. Так, для покрытия консервной жести вместо олова начали применять синтетические лаки и эмали. Вместо ценных пород древесины для бочкотары применяется клепка из низкосортной древесины (с сучками и пр.), дефекты которой исправляются при помощи специальных замазок и шпаклевок. Для затаривания соленой рыбы применяются емкости (мешки) из пластических масс и т. д.

В состав этих материалов (лаков, эмалей, пластмасс, клея, замазок и др.) часто входят вещества, вредные для здоровья. При недостаточной прочности и стойкости их к воздействию соприкасающихся с ними пищевых продуктов или к условиям транспорта эти лаки, эмали, замазки и пр. могут разрушаться, переходить с посуды или тары на хранящиеся в них продукты, загрязнять последние и делать их непригодными для питания.

Заводы и предприятия, изготовляющие пищевую посуду и тару, подвергают их соответствующему лабораторному испытанию. Однако такая посуда, тара и др. требует гигиенической оценки, поэтому внедрение нового вида пищевой посуды или тары для использования по назначению может быть допущено только с разрешения органов Государственного санитарного надзора.

При решении этого вопроса органы Государственного санитарного надзора могут направить образцы или модели новой пищевой посуды, тары или упаковочных материалов в соответствующие институты или лаборатории санитарно-эпидемиологических станций.

Основные гигиенические требования, которые предъявляются к посуде, таре и упаковочным материалам, состоят в следующем.

Материалы, из которых изготовлены посуда, тара и упаковочные материалы, не должны изменять органолептических свойств пищевых продуктов (цвета, запаха, вкуса); не должны отдавать в пищевой продукт составных частей, вредных для здоровья человека.

Посуда, тара, упаковочные материалы и другие материалы, применяемые в пищевой промышленности, должны изготовляться только из материалов, разрешенных Государственной санитарной инспекцией.

На всех изделиях, предназначенных для использования их в пищевой промышленности, должно быть указано, из какого полимерного материала они изготовлены и марка завода.

Образцы или модели посуды (тары) и других материалов для лабораторного санитарно-химического исследования направляются заинтересованными организациями через органы Государственного санитарного надзора.

При этом должны быть представлены следующие данные:

1) рецептура лаков, эмалей и других материалов, которые применялись при изготовлении образцов посуды. Наряду с торговыми названиями веществ, входящих в рецептуру, должно быть дано их полное химическое название;

2) какие продукты предполагается затаривать в эту тару;

3) результаты испытаний, выполненных производственными лабораториями по настоящей инструкции.

В тех случаях, когда в состав рецептуры входят малоизвестные ингредиенты и методы открытия их неизвестны, ведомственные институты (лаборатории) должны разработать методы их определения и вместе с рецептурой синтетического материала представить в санитарную организацию. Наряду с этим в институт или лабо-

раторию санитарно-эпидемиологической станции должны быть доставлены малоизвестные ингредиенты в чистом виде для того, чтобы можно было проверить методы их определения.

При испытании посуды, тары, упаковочных и других материалов прежде всего определяют их запах.

В случае наличия стойкого запаха образец без дальнейших исследований считают непригодным для применения в пищевой промышленности и в быту. При отсутствии запаха образец подвергается дальнейшему исследованию.

При испытании посуда, тара и упаковочные материалы, предназначенные для жидких или полужидких продуктов, подвергаются обработке в определенных условиях специальными растворами (поваренной соли, пищевых кислот и пр.). Полученные «вытяжки» исследуют химическими и органолептическими методами, а исследуемые образцы посуды или тары осматривают. Отмечаются видимые изменения образцов (изменение цвета, появление пузырей, трещин и т. п.).

При испытании тары и упаковочных материалов, предназначенных для сухих продуктов (печенье, сухофрукты, чай и пр.), применяется сорбционный метод.

Критерием для положительной гигиенической оценки изучаемых образцов является отсутствие перехода из них в среды веществ: 1) вредных для здоровья; 2) изменяющих органолептические свойства сред (вкус, цвет, запах, прозрачность растворов, осадки в растворах и пр.); 3) отсутствие видимых изменений изучаемых образцов тары (посуды).

Образцы, признанные удовлетворительными, как правило, подвергают дальнейшему испытанию в условиях опытной эксплуатации. Срок и порядок опытной эксплуатации тары и посуды устанавливаются органами Государственного санитарного надзора совместно с заинтересованными организациями.

По истечении установленного срока опытной эксплуатации посуды или тары заинтересованные организации составляют акт о результатах эксплуатации с участием представителей местных органов Государственного санитарного надзора.

Результаты испытания представляются в вышестоящие органы Государственного санитарного надзора (рес-

публиканские, союзные), которые при получении положительных в гигиеническом отношении результатов опытной эксплуатации выдают постоянное разрешение на изготовление нового вида посуды или тары и на право эксплуатации ее в условиях, в которых производилась опытная эксплуатация.

ПОРЯДОК НАПРАВЛЕНИЯ И ПРАВИЛА ПРИЕМА ОБРАЗЦОВ ПОСУДЫ, ТАРЫ И УПАКОВОЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ ЛАБОРАТОРНОГО ИССЛЕДОВАНИЯ

Образцы или модели нового вида пищевой посуды, тары или упаковочных материалов могут быть приняты институтом или лабораторией санитарно-эпидемиологической станции для испытаний их только по поручению органов Государственного санитарного надзора.

Посуда и тара, основной материал которой пропитывается или склеивается специальным клеем или другим веществом, а также если поверхность их сплошь покрывается защитным слоем (лаком, эмалью и пр.), для лабораторного испытания представляется в виде образцов в натуральную величину (если они не громоздки), в противном случае представляются модели их емкостью не более 2 л. В тех случаях, когда покрывается или обрабатывается лаками, шпаклевками и пр. не вся поверхность тары, а только отдельные участки ее, как, например, клепки с сучками, трещинами и пр., для лабораторного испытания могут быть представлены деревянные дощечки размерами в длину 10 см, в ширину 8 см, обработанные данной замазкой или шпаклевкой.

Количество образцов, представляемых для испытания, зависит от характера и объема испытания. Если требуется, предположим, изучить действие только раствора поваренной соли на покрытие, в этом случае представляются 2 экземпляра — один для испытания, другой в качестве контроля. Если же нужно изучить еще действие кислот, требуется 3 образца и т. д. Количество образца упаковочного материала должно быть около 0,25 м^2 (50×50 см).

Одновременно с образцами представляют:

а) рецептуру лаков, эмалей, клея и тому подобных материалов, использованных при изготовлении представ-

ленных для испытания образцов (моделей). Если в рецептуру входят материалы с сокращенными торговыми названиями, необходимо дать их полное химическое название;

б) краткое описание технологической обработки представленных образцов лаками, эмалями и прочими материалами;

в) результаты испытания образцов (моделей) посуды или тары производственными лабораториями по настоящей инструкции;

г) сведения о том, с какими пищевыми продуктами будет контактировать посуда, тара.

ПОДГОТОВКА ОБРАЗЦОВ К ЛАБОРАТОРНОМУ ИССЛЕДОВАНИЮ

Образцы, поступающие для лабораторного санитарно-химического исследования, осматривают и отмечают:

а) цвет поверхности (снаружи и внутри);

б) наличие или отсутствие шероховатостей и неровностей на поверхности;

в) поверхность чистая, сухая, влажная, липкая, мажущаяся и т. д.;

г) запах сильный, слабый, неприятный, напоминает запах (чего?).

После наружного осмотра образцы посуды и тары моют с помощью мягкой тряпки (марли) теплой мыльной водой, затем хорошо споласкивают сначала водопроводной, а затем дистиллированной водой.

С образцов упаковочных материалов (в виде квадратов 10 × 10 см в количестве 5 квадратов) загрязнения, могущие быть на поверхности в виде пыли, удаляют путем погружения каждого квадрата последовательно в два стакана с дистиллированной водой и тут же помещают в 500 мл соответствующего раствора (пищевой кислоты, поваренной соли и др.).

МЕТОДЫ, ПРИМЕНЯЕМЫЕ ПРИ ИССЛЕДОВАНИИ ОБРАЗЦОВ ПОСУДЫ, ТАРЫ И ДРУГИХ МАТЕРИАЛОВ

Основные санитарно-гигиенические требования, предъявляемые к пищевой посуде и таре, состоят в том, чтобы материалы, из которых они изготовлены, не изме-

няли органолептических свойств пищевых продуктов (цвета, запаха, вкуса); не отдавали в пищевой продукт веществ, вредных для здоровья человека. Чтобы определить, отвечает ли данный вид посуды или тары этому требованию, создаются (искусственно) такие условия испытания, которые до известной степени имитируют свойства затаренных в них пищевых продуктов.

Для испытания посуды, тары и упаковочных материалов, предназначенных для затаривания сухих продуктов (печенье, сухофрукты и др.), применяется метод сорбции. В качестве сорбента может быть хлеб, печенье, мука и пр., которые помещаются в испытуемую посуду (тару), закрываемую крышкой, и выдерживаются определенное время при комнатной температуре (а в некоторых случаях в термостате при температуре 40—50°). Параллельно этот же сорбент выдерживается в тех же температурных условиях, но в стеклянной банке.

По истечении определенного срока испытания (от 2 до 10 суток) определяются органолептические свойства (цвет, запах, вкус) сорбента, бывшего в испытуемом образце и в стеклянной банке (контроль). При наличии постороннего неприятного запаха, цвета или вкуса в сорбенте (продукте), хранившемся в испытуемой таре, этот образец тары бракуется.

При испытании посуды, тары и упаковочных материалов, предназначенных для затаривания жидких или полужидких пищевых продуктов, применяются специальные растворы солей или пищевых кислот. Определенные количества этих растворов наливают в испытуемые образцы посуды или тары (в каждый образец наливается только один раствор) и выдерживают в них определенное время и при определенных температурных условиях.

Общее количество «вытяжки» должно быть не меньше 500 мл, т. е. вполне достаточным для определения в ней всех тех вредных веществ, которые могут входить в состав материала (лака, клея, замазки и пр.), использованного при изготовлении посуды и тары. В «вытяжках», кроме вредных веществ, входящих в рецептуру лака и других материалов, как правило, определяют соли тяжелых металлов (свинец, медь, цинк) и мышьяк, как возможное загрязнение сырья.

В табл. 1 приведены среды (растворы) и условия для испытания тары и посуды, предназначенной для затари-

вания жидких и полужидких пищевых продуктов, а также продуктов, залитых рассолом и маринадом.

Кроме того, в этой таблице помещены растворы и условия испытания некоторых изделий домашнего обихода и быта, курительных мундштуков и других изделий из пластмассы.

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ В «ВЫТЯЖКАХ» ВЕЩЕСТВ, МОГУЩИХ ПЕРЕЙТИ ИЗ ИСПЫТУЕМЫХ ОБРАЗЦОВ

Для определения вредных веществ, могущих перейти из тары, посуды и других предметов домашнего обихода, требуется не менее 500 мл «вытяжки». Из них расходуется:

1) для определения солей тяжелых металлов 100—200 мл;

2) для определения мышьяка 50 мл;

3) остальной раствор — для определения других веществ, которые могут быть в «вытяжке» из образца.

Изложенные ниже методы служат для определения других веществ, которые входили в рецептуру некоторых материалов, применявшихся для изготовления посуды, тары, пробок и предметов домашнего обихода.

Результаты лабораторного испытания оформляются в виде протоколов и направляются в органы Государственного санитарного надзора, по поручению которых производилось испытание (форму протоколов см. в приложении).

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕГО КОЛИЧЕСТВА ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ ПО ОКИСЛЯЕМОСТИ ИХ В ВОДНОЙ ВЫТЯЖКЕ[1]

ЙОДАТНЫЙ МЕТОД

Йодат калия в сернокислом растворе при определенной концентрации серной кислоты количественно окисляет органические вещества. При этом углерод органиче-

[1] Метод является факультативным. Данные необходимы для накопления материалов, которые могут быть использованы при разработке нормативов. Водную вытяжку из образцов получают обработкой их дистиллированной водой при тех же условиях, при которых производят обработку образца растворами органических кислот, поваренной соли и др. (см. табл. 1).

Таблица 1

Среды (растворы) и условия исследования пищевой посуды, тары и других предметов, изготовленных с применением лаков, эмалей, клея и других синтетических материалов

№ п/п	Название испытуемых образцов (посуды, тары и других предметов)	Назначение	Какой средой заливается	На срок	При температуре
1	Бочкотара (деревянная, фанерная, бумажная, литая, пропитанная, проклеенная, покрытая материалами) и клепки	Под рыбопродукты соленые (тузлучные)	22% раствор поваренной соли	5 суток	20°
2	То же	Под рыбопродукты соленые маринованные	22% раствор поваренной соли, содержащий 2% уксусной кислоты	5 »	20°
			2% раствор уксусной кислоты	5 »	20°
3	То же	Под томат-пюре, томат-пасту	2% раствор уксусной кислоты	5 »	20°
			15% раствор поваренной соли	5 »	20°
			15% раствор поваренной соли, содержащий 2% уксусной кислоты	5 »	20°
4	То же	Под квашеную капусту, огурцы и другие соленья	5% раствор поваренной соли	5 »	20°
			2% раствор молочной кислоты	5 »	20°
			5% раствор поваренной соли, содержащ. 2% молочной кислоты	2 »	20°
5	Мешкотара из полихлорвинилпласта	Под рыбопродукты тузлучные, маринованные	2% раствор уксусной кислоты	5 »	20°
			22% раствор поваренной соли	5 »	20°
			22% раствор поваренной соли, содержащий 2% уксусной кислоты	5 »	20°
6	Металлические емкости (чаны, отстойники, бидоны и пр.), покрытые лаком, эмалью и пр.	Под виноградные вина, пиво и кислые прохладительные напитки	1% водный раствор виннокаменной кислоты	5 »	37° (в термостате)
			40% спиртовой раствор, содержащий 1% винной кислоты	5 »	37° (в термостате)
7	Консервные жестянки, покрытые лаками и эмалями	Для применения в мясо-молочной промышленности: под сгущенное молоко, мясо и тому подобные продукты	3% раствор молочной кислоты	5 »	37° (в термостате)
			0,3% раствор молочной кислоты	5 »	37° (в термостате)
			3% раствор поваренной соли	5 »	37° (в термостате)
			0,3% раствор молочной кислоты	30 минут	В автоклаве при давлении 1 атм.
8	Консервные жестянки, покрытые лаком, эмалью и пр.	Для применения в консервной промышленности: под рыбу в маринаде, овощные продукты	2% раствор уксусной кислоты	5 суток	37° (в термостате)
			3% раствор поваренной соли	5 »	»
			1% раствор винной кислоты	30 минут	В автоклаве при давлении 1 атм.
9	Трубы и детали из пластмассы (винилпласт)	Для применения в консервной и молочной промышленности: для обработки или транспортировки молока, молочных и других продуктов	Для испытания берут по: 2—3 отрезка трубок длиной по 10—15 см, 2—3 пластинки размером 8×10 см, 2—3 стержня длиною 10×15 см, диаметром около 3 см заливают 500 мл 2% уксусной кислоты, нагретой до 60°, и выдерживают. Такие же количества материала заливают 3% раствором молочной кислоты, нагретым до 60°, и выдерживают	3 суток	20°
				3 »	20°
10	Те же материалы.	Для применения в виноделческой промышленности: для транспортиров-	Материалы, как указано в п. 9, заливают: 40% спиртовым раствором, содержащим 1% винной кислоты	3 суток	37° (в термостате)

Продолжение

№ п/п.	Название испытуемых образцов (посуды, тары и других предметов)	Назначение	Какой средой заливается	На срок	При температуре
		ки винного спирта, водки, вина, ликеров, наливок	96° винным спиртом	3 суток	20°
			22% раствором винного спирта, содержащего 20% сахара и 1% винной кислоты	3 »	20°
11	Пробки из синтетических пластматериалов для шампанского	Для укупорки бутылок с шампанским	По 5 пробок заливают 500 мл:		
			20% раствор винного спирта, содержащего 20% сахара и 1% винной кислоты	5 »	20°
			1% раствор винной кислоты	5 »	20°
12	Пробки, склеенные из крошки пробкового дерева	Для укупорки бутылок с виноградными и плодоягодными винами, а также для прохладительных напитков	Берут столько пробок, чтобы общая площадь их равнялась 200—250 см² и заливают 500 мл:		
			12% винного спирта, содержащего 1% винной кислоты	5 »	20°
			1% водным раствором винной кислоты	5 »	20°
13	Курительные мундштуки и другие изделия из пластмассы		Берут по 4 мундштука или свистка и заливают 500 мл:		
			физиологического раствора (8 г поваренной соли в 1 л дистиллированной воды) слабо подкисленного молочной кислотой (1 капля 40% молочной кислоты на 250 мл физиологического раствора)	1 сутки	37°
			Другую часть образцов заливают физиологическим раствором, слабо подщелоченным едким натром (5—6 капель 0,1% раствора едкого натра на 250 мл физиологического раствора)	1 »	37°
14	Алюминиевая фольга, покрытая лаком или краской	Для наружной обертки конфет	Протирание окрашенной или лакированной поверхности (легкое протирание в течение $^1/_2$ минуты):		
			сухой ваткой;		
			ваткой, смоченной дистиллированной водой; смоченной 2% уксусной кислотой; смоченной винным спиртом 96° (за исключением лаков, растворимых в спирту); смоченной растительным маслом. Вата не должна пачкаться		
15	Хлебные алюминиевые формы, покрытые синтетическими пластматериалами		Заливают 1% раствором молочной кислоты, предварительно нагретой до кипения, закрывают стеклом и поддерживают температуру около 90°	в течение часа	
16	Целлофан лакированный	Для упаковки пищевых продуктов с влажностью выше 15%	3% молочная кислота	48	Комнатная
			0,3% молочная кислота	48	»
			1% уксусная кислота	48	»
17	Целлофан протеинизированный	Для колбасной оболочки	0,3% молочная кислота		
			0,3% молочная кислота, содержащая 4% поваренной соли		
			Растворы предварительно нагревают до кипения, погружают в них по 3 квадрата (10×10 см) и поддерживают температуру около 90°	в течение 2 часов	

ских соединений превращается в углекислоту, азот — в сульфат аммония, сера — в серную кислоту, а фосфор — в фосфорную кислоту.

Количество йодата калия, израсходованное на окисление, показывает общее содержание в растворе восстановителей (органических и неорганических), реагирующих с йодатом калия.

Поскольку содержание неорганических веществ в исследуемом растворе (если таковые значатся в рецептуре исследуемого материала) может быть точно определено специальными методами, то, вычитая из общей окисляемости расход окислителя, соответствующего содержанию неорганических восстановителей, можно по разности с достаточной точностью судить о содержании органических веществ в исследуемом растворе.

Реактивы

1. Йодат калия (KJO_3).
2. Йодид калия (KJ).
3. Кислота серная, уд. в. 1,84, прокипяченная.
4. Тиосульфат натрия 0,01 н.
5. Вода, дважды перегнанная с добавлением поташа и перманганата калия.

Ход определения

На аналитических весах отвешивают в бюксе (с точностью до 0,1 мг) 10—15 мг KJO_3. Содержимое бюксы переносят в круглодонную колбу прибора для определения окисляемости (рис. 1) с помощью 10 мл дистиллированной воды, через воронку с длинным концом. Затем приливают 30 мл серной кислоты (уд. в. 1,84) и осторожным покачиванием колбы хорошо перемешивают ее содержимое. После этого в колбу вносят пипеткой 10 мл исследуемой вытяжки[1], добавляют несколько бусинок, все осторожно перемешивают, тут же соединяют колбу с обратным холодильником и осторожно нагревают содержимое колбы на песчаной бане или на сетке до кипения и слабо кипятят 30 минут (практически до прекращения выделения паров йода, пока содержимое кол-

[1] Содержание серной кислоты в общем растворе должно составлять 65—80% по весу.

бы станет прозрачным и бесцветным). Далее дают колбе охладиться, после чего отъединяют от холодильника и осторожно по стенке колбы вливают в нее 75 мл бистиллированной воды и кипятят без холодильника еще 30 минут для удаления могущего остаться в растворе йода (до исчезновения желтой окраски). Затем колбу охлаждают, содержимое ее количественно переносят в мерную колбу на 200 мл, доводят объем раствора бистиллированной водой до метки и хорошо перемешивают.

В коническую колбу с притертой пробкой вносят 1 г йодида калия (KJ), добавляют 50 мл бистиллированной воды, 100 мл анализируемого раствора из мерной колбы. Закрыв колбу притертой пробкой, перемешивают ее содержимое и оставляют на 10—15 минут в темном месте.

Далее добавляют 200 мл бистиллированной воды и титруют 0,01 н. раствором тиосульфата натрия до бледно-желтого цвета. Прибавляют 1 мл 0,5% раствора крахмала и продолжают титрование до обесцвечивания.

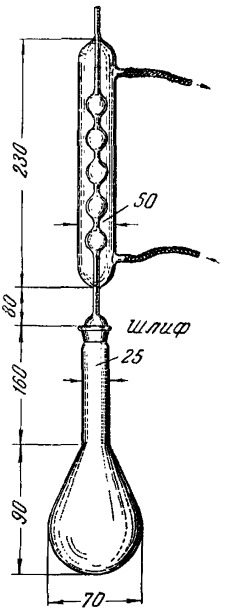


Рис. 1. Прибор для определения окисляемости йодатным методом.

Необходимо проведение контрольного опыта в тех же условиях. Вместо 10 мл исследуемой вытяжки в колбу вливают 10 мл бистиллированной воды.

Расчет

Окисляемость выражают в миллиграммах кислорода, необходимого для полного окисления всех восстановителей и вычисляют по следующей формуле:

$$x = \frac{\left(\frac{a \times в}{б} - г\right) \times К \times 1000 \times 0{,}06667}{10},$$

где x — окисляемость, выраженная в миллиграммах кислорода на 1 л исследуемого раствора;

a — объем тиосульфата натрия в миллилитрах, израсходованный на титрование 100 мл раствора, полученного при проведении контрольного опыта и пересчитанный на весь раствор (200 мл);

$б$ — вес йодата калия, введенного в колбу прибора при проведении контрольного опыта, в миллиграммах;

$в$ — вес йодата калия, введенного в колбу прибора при проведении опыта с исследуемой вытяжкой, в миллиграммах;

$г$ — объем раствора тиосульфата натрия в миллилитрах, израсходованный на титрование 100 мл раствора, полученного при проведении опыта с исследуемой вытяжкой, пересчитанный на весь раствор (200 мл);

K — поправочный коэффициент для приведения концентрации раствора тиосульфата натрия к точно 0,01 н.;

0,06667 — количество миллиграммов кислорода, эквивалентное 1 мл точно 0,01 н. раствора тиосульфата натрия;

10 — объем вытяжки, взятой для определения органических веществ, в миллилитрах.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ БРОМИРУЮЩИХСЯ ВЕЩЕСТВ

С помощью определения бромирующихся веществ можно получить представление о переходе в вытяжку фенола, непредельных соединений и других веществ, присоединяющих бром.

Реактивы

1. Бромид-броматная смесь: 1,67 г бромата калия ($KBrO_3$) и 6 г бромида калия (KBr) растворяют в 1 л дистиллированной воды.
2. Йодид калия (KJ).
3. Тиосульфат натрия ($Na_2S_2O_3$), 0,05 н. раствор.
4. Крахмал, 0,5% раствор.
5. Серная кислота, разведенная 1:3.

Ход определения

50 мл вытяжки переносят в коническую колбу емкостью 250—300 мл, снабженную притертой пробкой, и

прибавляют 25 мл бромид-броматной смеси. Далее прибавляют 10 мл разбавленной 1:3 серной кислоты, закрывают колбу пробкой, осторожно перемешивают содержимое колбы и оставляют стоять 30 минут. Затем добавляют 1 г йодида калия, снова закрывают колбу пробкой, перемешивают и через 5 минут титруют выделившийся йод 0,05 н. раствором тиосульфата натрия до слабо желтого цвета жидкости. После этого добавляют 1—2 мл 0,5% раствора крахмала и продолжают титрование до обесцвечивания раствора.

В другой такой же колбе проводят контрольное определение, для чего вместо исследуемой вытяжки берут 50 мл модельного раствора и добавляют все реактивы в тех же количествах, в каких они были взяты при исследовании вытяжки, и титруют выделившийся йод 0,05 н. раствором тиосульфата натрия.

Результаты определения выражают в количестве прореагировавшего брома (x) в миллиграммах на 1 л.

$$x = \frac{(a-в)\times K\times 1000\times 3{,}996}{г},$$

где a — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный при проведении контрольного опыта, в миллилитрах;

$в$ — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный в опыте с вытяжкой из исследуемого материала;

K — поправочный коэффициент для приведения концентрации раствора тиосульфата натрия к точно 0,05 н.;

$г$ — объем вытяжки, взятой для определения, в миллилитрах;

3,996 — количество миллиграммов брома, эквивалентное 1 мл 0,05 н. раствора тиосульфата натрия.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОТДЕЛЬНЫХ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ, ВХОДЯЩИХ В РЕЦЕПТУРУ ИССЛЕДУЕМЫХ МАТЕРИАЛОВ

РЕАКЦИЯ НА ГАЛОИДЫ ПО БЕЛЬШТЕЙНУ

Реакция основана на способности раскаленной меди давать с галоидами летучие галоидные соединения меди, которые окрашивают пламя в зеленый цвет.

Реакцию дают: хлор, хлористый водород, бром, йод и галоидсодержащие органические вещества.

Реакция является высокочувствительной, однако некоторые не содержащие галоидов кислоты и азотсодержащие вещества (например, мочевина и некоторые производные пиридина) также могут давать летучие соединения меди (а следовательно, и положительную реакцию на галоиды).

Ход определения

Небольшую петлю на конце медной проволоки прокаливают на бунзеновской горелке до исчезновения зеленого окрашивания пламени, обусловленного наличием летучих солей меди; поверхность медной проволоки при этом покрывается окисью меди. После охлаждения петлю погружают в исследуемый раствор и вновь нагревают ее на пламени бунзеновской горелки. При наличии в растворе галоидов образуется галогенид меди, который улетучивается и окрашивает пламя в зеленый цвет. Необходимо проверить контрольный раствор на отсутствие в нем галоидсодержащих веществ.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГЕКСАМЕТИЛЕНДИАМИНА

Метод основан на реакции взаимодействия гексаметилендиамина с 2,4-динитрохлорбензолом, при которой образуется 1,6-бис (2,4-динитрофенил)-аминогексан желтого цвета.

Метод позволяет обнаружить 0,0025 мг гексаметилендиамина в колориметрируемом объеме. На определение влияет аммиак при концентрации 0,05 мг/л и выше.

Реактивы

1. Динитрохлорбензол, 5% спиртовой раствор.
2. Натрий углекислый, 8% раствор.
3. Соляная кислота, 5% раствор.
4. Хлороформ (для наркоза).
5. Стандартный раствор гексаметилендиамина 1 мл = 1 мг готовят на дистиллированной воде. Рабочий стандартный раствор, содержащий 0,01 мг гексаметилендиамина в 1 мл, готовят из основного раствора соответствующим разведением дистиллированной воды. Стандартные растворы сохраняются в течение 2 недель.

Ход определения

В колориметрическую пробирку помещают 1 мл испытуемой вытяжки и приливают 1 мл 8%раствора углекислого натрия и 0,2 мл 5% раствора динитрохлорбензола и ставят на 5 минут в кипящую водяную баню. После охлаждения содержимого пробирки до комнатной температуры добавляют 0,5 мл 5% раствора соляной кислоты, 1 мл хлороформа и энергично встряхивают.

В присутствии гексаметилендиамина слой хлороформа окрашивается в зеленовато-желтый цвет. Интенсивность окраски зависит от концентрации гексаметилендиамина в растворе.

Для количественного определения гексаметилендиамина готовят стандартную шкалу обработкой стандартного раствора гексаметилендиамина таким же образом, как и испытуемой пробы.

При этом при добавлении стандартных растворов объем в каждой пробирке доводят дистиллированной водой до 1 мл.

Количество гексаметилендиамина вычисляют в миллиграммах на 1 л вытяжки.

Таблица 2

Стандартная шкала для определения гексаметилендиамина

№ пробирки	0	1	2	3	4
Стандартный раствор, мл	0	0,25	0,50	0,75	1,0
Дистилированная вода, мл	1,0	0,75	0,50	0,25	0
Содержание гексаметилендиамина, мг	0	0,0025	0,005	0,0075	0,01

Примечание. Ввиду большой токсичности динитрохлорбензола и его сильного раздражающего действия на кожу и слизистые оболочки работу следует проводить с особыми предосторожностями, в резиновых перчатках и под тягой.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИМЕТИЛОВОГО ЭФИРА ТЕРЕФТАЛЕВОЙ КИСЛОТЫ (ДИМЕТИЛТЕРЕФТАЛАТА)

Принцип метода. Метод основан на омылении диметилтерефталата раствором щелочи и на последующем определении образующегося в результате его гидролиза

метилового спирта по реакции с хромотроповой кислотой.

Метод позволяет обнаружить 0,01 мг или 10 γ диметилтерефталата в колориметрируемом объеме. Метод неспецифичен, определению мешают: формальдегид, метиловый спирт и сложные эфиры, содержащие метильную группу.

Реактивы

1. Едкий натр, 5% водный раствор.

Ход определения

50 мл испытуемой вытяжки помещают в колбу для омыления и прибавляют половинный объем 5% раствора щелочи. Присоединяют колбу к шариковому холодильнику и погружают ее в водяную баню (температура 80—90°) для гидролиза эфира.

Одновременно ставят контрольный опыт с реактивами.

Содержимое колбы после омыления переносят в колбу перегонного аппарата, смывая остатки с колбы небольшим количеством дистиллированной воды (5 мл) и отгоняют 40 мл дистиллята; приемник должен быть погружен в воду со льдом. В дистилляте определяют метиловый спирт по реакции с хромотроповой кислотой (см. стр. 28).

При наличии метилового спирта в вытяжках содержание диметилтерефталата определяют по разности между общим количеством метилового спирта, образовавшегося в результате гидролиза в щелочной среде, и количеством метилового спирта до гидролиза.

Содержание диметилтерефталата (x) в мг/л рассчитывают по следующей формуле:

$$x = \frac{0{,}01 \times a \times 1000 \times 3{,}0}{г},$$

где a — объем рабочего стандартного раствора метилового спирта, взятого для приготовления стандартной шкалы, в миллилитрах;

$г$ — объем вытяжки, взятой для исследования;

3,0 — коэффициент пересчета метилового спирта на диметилтерефталат.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИФЕНИЛГУАНИДИНА

Реакция основана на свойстве солянокислого дифенилгуанидина давать с хлорным золотом характерные кристаллы в виде листочков золотисто-желтого цвета ($C_{13}H_{13}N_3$. HCl. $AuCl_3$).

Реактивы

1. Золото хлорное, 2% раствор.
2. Кислота соляная, 10% раствор.
3. Натр едкий, 10% раствор.

Ход определения

50 мл вытяжки помещают в делительную воронку, добавляют избыток щелочи (до ясно щелочной реакции на лакмус) и извлекают 3 раза эфиром, порциями по 10 мл. Эфирные вытяжки фильтруют через сухой фильтр в фарфоровую чашку и испаряют под тягой при комнатной температуре. К остатку в чашке добавляют 2—3 капли 10% раствора соляной кислоты. Каплю раствора переносят на предметное стекло и добавляют одну каплю 2% раствора хлорного золота ($AuCl_3$). При наличии дифенилгуанидина появляется муть, которая при рассматривании под микроскопом (при малом увеличении) представляет собой характерные кристаллы ($C_{13}H_{13}N_3$. HCl. $AuCl_3$) в виде листочков золотистого цвета. Кристаллы трудно растворимы в воде, но весьма легко растворимы в эфире.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ Е-КАПРОЛАКТАМА
(качественная реакция)

Реакция основана на взаимодействии Е-капролактама с тетрайодвисмутитом калия с образованием кристаллического осадка в виде красных и темно-красных кристаллов гексагональной системы. Чувствительность реакции для водных растворов 0,01 мг в определяемом объеме.

Реактивы

1. Раствор йодвисмутита калия: 5,825 г окиси висмута растворяют в 10 мл концентрированной соляной кисло-

ты (уд. в. 1,19) и выпаривают в фарфоровой чашке на водяной бане до сухого состояния. Полученный хлористый висмут растворяют в 50 мл дистиллированной воды. 50 г йодистого калия (чистого, для анализа) растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, подкисляют 0,5 мл концентрированной соляной кислоты, оба раствора сливают вместе и доводят объем до 100 мл дистиллированной водой. Раствор должен храниться в склянке из темного стекла.

2. Азотная кислота, 5% раствор.

Ход анализа

25—50 мл испытуемой вытяжки упаривают в фарфоровой чашке на водяной бане до небольшого объема (около 1 мл). В сконцентрированном растворе проводят качественную реакцию на Е-капролактам. На предметное стекло наносят 1—2 капли раствора и осторожно испаряют на теплой водяной бане.

К сухому остатку на предметном стекле прибавляют небольшую каплю 5% раствора азотной кислоты и каплю реактива йодвисмутита калия, не смешивая их, давая им натечь, или соединяют капли оплавленной стеклянной нитью. В присутствии Е-капролактама отмечается появление одиночных и сдвоенных кристаллов в виде шестиугольных призм, группирующихся также в пучки и цепочки красного и темно-красного цвета.

КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ Е-КАПРОЛАКТАМА И НИЗКОМОЛЕКУЛЯРНЫХ АЗОТСОДЕРЖАЩИХ СОЕДИНЕНИЙ

Метод основан на гидролизе Е-капролактама и низкомолекулярных азотсодержащих соединений в присутствии серной кислоты, до Е-аминокапроновой кислоты с последующей минерализацией по методу Къельдаля и определением аммонийного азота колориметрическим методом с реактивом Несслера.

Чувствительность метода 0,001 мг азота в колориметрируемом объеме.

Реактивы

1. Серная кислота, концентрированная.
2. Медь сернокислая, 10% раствор.

3. Калий сернокислый, 10% раствор.

4. Безаммиачная дистиллированная вода. Безаммиачную воду получают вторичной перегонкой дистиллированной воды, подкисленной серной кислотой с добавлением перманганата калия.

5. Едкий натр, 40 и 10% растворы, приготовленные на безаммиачной дистиллированной воде.

6. Серная кислота, 0,1 н. раствор.

7. Реактив Несслера. 50 г йодистого калия растворяют в 50 мл безаммиачной дистиллированной воды, 35 г хлорной ртути (сулемы) растворяют в 150 мл нагретой до кипения безаммиачной воды. Горячий раствор хлорной ртути приливают к раствору йодистого калия до появления нерастворимого красного осадка. Фильтруют раствор через стеклянную вату и слой прокаленного асбеста. В профильтрованный раствор прибавляют 150 г чистого едкого кали, растворенного в 300 мл безаммиачной воды. К полученному раствору приливают безаммиачную воду до объема 1 л и 5 мл раствора хлорной ртути. Реактив оставляют стоять в темном месте до полного осветления и в дальнейшем хранят в темном месте.

8. Стандартный раствор хлористого аммония. 0,3818 г чистого хлористого аммония растворяют в безаммиачной дистиллированной воде и доводят объем раствора до 100 мл (1 мл=1 мг азота). Разведением в 100 раз основного раствора готовят рабочий стандартный раствор (1 мл=0,01 мг азота).

Ход определения

25—50 мл испытуемой вытяжки подкисляют серной кислотой до получения 10% концентрации ее в растворе и содержимое кипятят с обратным холодильником в течение 6—8 часов для гидролитического расщепления. Гидролизат количественно переносят в колбу Кьельдаля, куда добавляют 10—20 мл концентрированной серной кислоты (уд. в. 1,835—1,84), 2—3 капли 10% раствора сернокислой меди и 1—2 мл 10% сульфата калия и подвергают сожжению до полного осветления раствора. После окончания сжигания и охлаждения раствора содержимое из колбы Кьельдаля переносят в колбу перегонного аппарата, применяя для этого безаммиачную дистиллированную воду, и прибавляют 40% раствор ед-

кого натра до сильно щелочной реакции (по лакмусу). Отгонку производят в колбу, содержащую 10 мл 0,1 н. серной кислоты. В отгоне, доведенном до определенного объема (например, до 100 мл) безаммиачной дистиллированной водой, аммиачный азот определяют колориметрически с реактивом Несслера.

В качестве рабочего стандартного раствора употребляют раствор хлористого аммония, содержащего в 1 мл 0,01 мг азота.

В колориметрическую пробирку вводят определенное количество испытуемого раствора (в зависимости от содержания азота), прибавляют 1 каплю едкого натра или едкого кали и 0,2 мл реактива Несслера и содержимое доводят до объема 10 мл безаммиачной дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Параллельно также готовят стандартную шкалу растворов. Через 5—10 минут сравнивают интенсивность образовавшейся окраски с окраской стандартных растворов.

Расчет производится в миллиграммах азота на 1 л вытяжки или на лактам в процентах. Для пересчета на лактам количество азота следует умножить на коэффициент 8,08 $\left(\text{частное от деления } \frac{113{,}162}{14}\right)$.

Необходимо ставить контрольный опыт с применяемыми реактивами в тех же условиях.

Таблица 3

Стандартная шкала для определения азота

№ пробирки	0	1	2	3	4	5	6
Стандартный раствор, мл	0	0,10	0,20	0,40	0,60	0,80	1,0
Содержание азота, мг	0	0,001	0,002	0,004	0,006	0,008	0,01

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕЛАМИНА

25—50 мл вытяжки выпаривают на водяной бане до небольшого объема (около 1 мл) и проводят указанные ниже реакции.

Микрореакция по Архангелову. Каплю раствора переносят на предметное стекло, прибавляют каплю раствора пикриновой кислоты и обе капли быстро переме-

шивают оплавленной стеклянной нитью, что способствует кристаллизации. При наличии меламина образуются игольчатые кристаллы, группирующиеся в пучки, снопики и звездчатые скопления.

Реактивы

1. Пикриновая кислота, 0,1% раствор.

Микрореакция по Саркисянц. Каплю исследуемого раствора переносят на предметное стекло и добавляют каплю реактива Драгендорфа. При наличии меламина образуются рубиново-красные игольчатые, ромбовидные, линзовидные кристаллы, частично группирующиеся в разнообразные скопления в виде звездочек, крестиков и др. Прибавление к исследуемой капле 1—2% раствора азотной кислоты способствует реакции.

Чувствительность 0,01 мг.

Реактивы

Реактив Драгендорфа. 8 г основного азотнокислого висмута растворяют в 20 г азотной кислоты (уд. в. 1,18) и раствор вливают в концентрированный раствор из 27,2 г йодистого калия в 30 мл дистиллированной воды. Через несколько дней отфильтровывают от выделившейся селитры и фильтрат разбавляют дистиллированной водой до 100 мл.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТИЛОВОГО СПИРТА С ФУКСИНСЕРНИСТОЙ КИСЛОТОЙ

Принцип метода. Метод основан на окислении метилового спирта в кислой среде перманганатом калия до формальдегида с последующим проведением цветной реакции с фуксинсернистой кислотой.

Отметим, что фуксинсернистая кислота является общим реактивом для альдегидов, но в присутствии серной или соляной кислот обнаруживается только формальдегид.

Метод позволяет обнаружить содержание метилового спирта в количестве 0,05 мг в колориметрируемом объеме.

Реактивы

1. Серная кислота, концентрированная (уд. в. 1,835—1,84).

2. Перманганат калия, 5% раствор.

3. Щавелевая кислота, 8% насыщенный раствор.

4. Смесь серной кислоты с этиловым спиртом. 2 мл спирта и 4 мл концентрированной серной кислоты доводят водой до 100 мл.

5. Раствор фуксинсернистой кислоты. 0,2 г химически чистого основного кристаллического фуксина растворяют в 120 мл дистиллированной горячей воды. По охлаждении раствора добавляют 6 г безводного сульфита натрия, растворенного в 20 мл дистиллированной воды, и 4 мл соляной кислоты (уд. в. 1,19) и доводят водой до 200 мл. Содержимое колбы фильтруют и помещают в темную склянку с притертой пробкой. Реактив должен быть бесцветным или слегка желтоватым.

6. Стандартный раствор метилового спирта (метанола). Готовят исходный раствор: в мерную колбу на 50 мл наливают 20 мл дважды перегнанной воды и колбу взвешивают на аналитических весах. Вносят в колбу 3 — 4 капли метилового спирта и вновь взвешивают. По разности веса определяют количество метилового спирта. Раствор в колбе доводят до метки водой. Затем высчитывают содержание метилового спирта в 1 мл раствора.

Из этого раствора готовят стандартный раствор с содержанием метанола 10 мг в 1 мл. Перед определением готовят рабочий стандартный раствор с содержанием метилового спирта 0,1 мг в 1 мл.

Ход определения

200 мл испытуемой вытяжки помещают в колбу перегонного аппарата с вертикально установленным небольшим холодильником и отгоняют приблизительно 100 мл. Полученный дистиллят отгоняют второй раз, собирая около 50 мл. Наконец, при третьем отгоне из 50 мл получают 20 мл конечного дистиллята (содержащего весь метиловый спирт исходной пробы). Таким образом, концентрация метилового спирта увеличивается в 10 раз по сравнению с исследуемой вытяжкой.

Колбы — приемники дистиллята при отгоне должны быть погружены в воду со льдом.

К 3 мл дистиллята в колориметрической пробирке с притертой пробкой приливают 1 мл смеси спирта с серной кислотой и 1 мл 5% раствора перманганата калия. Смесь перемешивают и через 2 минуты к смеси прибавляют 1 мл 8% раствора щавелевой кислоты и вновь перемешивают легким взбалтыванием.

Содержимое пробирки должно обесцветиться. Затем прибавляют 1 мл концентрированной серной кислоты и после перемешивания — 5 мл фуксинсернистой кислоты, содержимое вновь перемешивают и оставляют стоять в течение часа.

В присутствии метилового спирта отмечается появление фиолетового окрашивания, а при малых его концентрациях — голубая окраска. Параллельно необходимо ставить контрольный опыт с реактивами при тех же условиях.

Для количественного определения метилового спирта в дистилляте одновременно в той же последовательности проводят реакцию с фуксинсернистой кислотой со стандартными растворами.

В ряд одинаковых колориметрических пробирок вводят определенное количество рабочего стандартного раствора метилового спирта (1 мл=0,1 мг метилового спирта).

Во всех пробирках объем жидкости доводят дистиллированной водой до объема испытуемого раствора, взятого на определение.

Расчет содержания метилового спирта производится в миллиграммах на 1 л вытяжки. Готовят шкалу, как указано в табл. 4.

Таблица 4

№ пробирки	0	1	2	3	4	5	6
Стандартный раствор, мл	0	0,50	1,0	1,50	2,00	2,50	3,00
Дистиллированная вода, мл	3,0	2,50	2,00	1,50	1,00	0,50	0
Содержание метилового спирта, мг	0	0,05	0,10	0,15	0,20	0,25	0,30

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТИЛОВОГО СПИРТА С ХРОМОТРОПОВОЙ КИСЛОТОЙ

Принцип метода. Метод основан на окислении метилового спирта в кислой среде перманганатом калия до формальдегида с последующим проведением цветной реакции с хромотроповой кислотой.

Метод позволяет обнаружить содержание метилового спирта в количестве 0,001 мг или 1 гаммы в колориметрируемом объеме.

Метод неспецифичен, присутствие формальдегида мешает определению.

Реактивы

1. Серная кислота, 25% раствор (1 : 4).
2. Серная кислота, концентрированная (уд. в. 1,835—1,84).
3. Перманганат калия, 0,2% раствор.
4. Сульфит натрия ($Na_2SO_3 \cdot 7\ H_2O$), 5% раствор.
5. Хромотроповая кислота (1,8-диоксинафталин-3,6-дисульфокислота) или ее динатриевая соль ($C_{10}H_6O_8S_2Na_2$), 1% водный раствор, свежеприготовленный.
6. Стандартный раствор метилового спирта. Готовят исходный раствор. В мерную колбу емкостью 50 мл наливают 20 мл дважды перегнанной воды и колбу взвешивают на аналитических весах. Вносят в колбу 3 — 4 капли перегнанного метилового спирта и вновь взвешивают. По разности веса определяют количество метилового спирта. Раствор в колбе доводят до метки дистиллированной водой, затем высчитывают содержание метилового спирта в 1 мл раствора. Перед определением из исходного раствора готовят рабочий стандартный раствор с содержанием метилового спирта 0,01 мг или 10 гамм в 1 мл.

Ход определения

100 мл испытуемой вытяжки помещают в круглодонную колбу перегонного аппарата с вертикально установленным небольшим холодильником и осторожно отгоняют 50 мл в мерную колбу. Колба-приемник дистиллята при отгоне должна быть погружена в воду со льдом.

К 2 мл дистиллята в колориметрической пробирке с притертой пробкой приливают 0,5 мл 25 % раствора серной кислоты и 0,2 мл 0,2% раствора перманганата калия. Содержимое пробирки встряхивают (в течение 5 секунд) и оставляют стоять 5 минут, после чего добавляют по каплям 5% раствор сульфита натрия до обесцвечивания (избегать избытка).

В пробирку с обесцвеченным раствором добавляют 0,4 мл 1% раствора хромотроповой кислоты или ее динатриевой соли и 1,7 мл концентрированной серной кислоты. Нагревают пробирку на кипящей водяной бане в течение 30 минут, по охлаждении содержимое пробирки перемешивают и оставляют стоять 40 — 60 минут.

В присутствии метилового спирта образуется красновато-фиолетовое окрашивание, а при малых его концентрациях — розовое окрашивание жидкости.

Параллельно следует ставить контрольный опыт с реактивами при тех же условиях.

Для количественного определения метилового спирта в дистилляте одновременно в той же последовательности проводят реакцию с хромотроповой кислотой со стандартным раствором.

В ряд одинаковых колориметрических пробирок вводят определенное количество рабочего стандартного раствора метилового спирта (1 мл=0,01 мг метилового спирта).

Во всех пробирках объем жидкости доводят до объема испытуемого раствора, взятого на определение.

Расчет содержания метилового спирта производится в миллиграммах или гаммах на 1 л вытяжки (табл. 5).

Таблица 5

Стандартная шкала для определения метилового спирта

№ пробирки	0	1	2	3	4	5	6
Стандартный раствор, мл	0	0,10	0,20	0,40	0,60	0,80	1,00
Дистиллированная вода, мл	2,0	1,90	1,80	1,60	1,40	1,20	1,00
Содержание метилового спирта:							
γ	0	1,0	2,0	4,0	6,0	8,0	10,0
мг	0	0,001	0,002	0,004	0,006	0,008	0,010

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОЧЕВИНЫ

Вначале из исследуемого раствора осаждают азотнокислую соль мочевины [$CO(NH_2)_2 \cdot HNO_3$], из которой обработкой углекислым барием выделяют свободную мочевину. От азотнокислого бария мочевину отделяют безводным спиртом и определяют с помощью биуретовой реакции и реакции на мочевину по Архангелову.

Реактивы

1. Барий углекислый.
2. Кислота азотная, концентрированная.
3. Кислота азотная, 1 : 1.
4. Медь сернокислая, 1% раствор.
5. Натр едкий, 10% раствор.
6. Реактив Миллона. Чистую металлическую ртуть растворяют при комнатной температуре в равном по весу количестве дымящей азотной кислоты (уд. в. не ниже 1,486); после растворения ртути реактив разводят равным объемом воды и выдерживают несколько суток. Прозрачный раствор сливают в склянку с притертой пробкой.
7. Спирт этиловый безводный.

Ход определения

50 мл вытяжки выпаривают на водяной бане до небольшого объема (2 — 3 мл) и переводят в пробирку; помещают пробирку в снег с солью или охлаждающую смесь и добавляют избыток концентрированной азотной кислоты (приблизительно в 2 — 3 раза).

При наличии мочевины выкристаллизовывается азотнокислая соль мочевины, которую выделяют из раствора путем фильтрования с насосом через тигель Нуча или центрифугированием; осадок промывают азотной кислотой (1:1), слегка подсушивают и растворяют в воде. Водный раствор обрабатывают (нейтрализуют) небольшими порциями углекислого бария ($BaCO_3$) для выделения свободной мочевины. Полученную смесь мочевины и азотнокислого бария выпаривают осторожно досуха. Мочевину отделяют от азотнокислого бария безводным спиртом при слабом нагревании и фильтруют в

теплом состоянии. Фильтрат упаривают. Полученный остаток мочевины кристаллизуется в виде длинных призм ромбической системы или в иглах.

Биуретовая реакция. Основана на том, что при осторожном нагревании мочевины в качестве главного продукта реакции получается биурет:
$2\ H_2N — CO — NH_2 \rightarrow H_2N — CO — NH — CO — NH_2 + NH_3$, который в щелочном растворе дает с сернокислой медью фиолетово-красное окрашивание (биуретовая реакция характерна также для белковых веществ).

Выполнение реакции. Полученный кристаллический осадок мочевины высушивают фильтровальной бумагой и часть его переносят на дно сухой пробирки узкого диаметра. Пробирку осторожно, медленно нагревают несколько выше точки плавления мочевины, приблизительно до 150—160° (точка плавления мочевины 133°); нагревание продолжают до тех пор, пока сплавленная масса затвердеет снова. Нагревание прекращают и по охлаждении прибавляют 2—3 капли воды. Затем снова слегка нагревают и еще к теплому раствору прибавляют 2 капли 10% раствора едкого натра. Охлаждают и добавляют 1 — 2 капли 1% раствора сернокислой меди. При этом биурет дает фиолетово-красное окрашивание вследствие образования медных комплексных соединений.

Примечание. Реакцию не следует вести при быстром нагревании и высокой температуре, так как при этих условиях из мочевины образуется главным образом циановая кислота, полимеризующаяся в тримолекулярную цианурoвую кислоту, нерастворимую в воде.

Реакция на мочевину по Архангелову. Реакция основана на свойстве мочевины давать с азотнокислой солью окиси ртути нерастворимый осадок следующего состава:

$$2\ CO(NH_2)_2 \cdot Hg(NO_3)_2 \cdot HgO$$

Выполнение реакции. Кристаллический осадок мочевины растворяют в нескольких каплях воды. К большой капле водного раствора на предметном стекле прибавляют маленькую каплю реактива Миллона. При наличии мочевины выпадает белый осадок двойной основной соли ртути и мочевины и одновременно выделяются пузырьки газа (CO_2 и N_2). При рассматривании под микроскопом осадок постепенно меняет свою

форму, образуя кристаллы в виде шляпок грибов, которые при длительном стоянии частично превращаются в звездчатые скопления и розетки из ромбов и параллелограммов.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕОЗОНА Д (ФЕНИЛ-β-НАФТИЛАМИН)

Реактивы

1. Кислота азотная, 5% раствор.
2. Реактив Миллона (см. стр. 30).
3. Хлороформ.
4. Спирт этиловый 96°.

Ход определения

50 мл исследуемой вытяжки помещают в делительную воронку, добавляют 10 мл хлороформа и проводят извлечение путем осторожного перевертывания воронки 40 — 50 раз, но не взбалтывая во избежание образования стойкой эмульсии. Дают жидкостям разделиться и хлороформный слой фильтруют через сухой фильтр в фарфоровую чашку. Извлечение хлороформом повторяют еще 2 раза, собирая хлороформные вытяжки в ту же фарфоровую чашку. Далее хлороформные вытяжки испаряют при комнатной температуре в вытяжном шкафу досуха. Остаток в чашке растворяют в нескольких каплях (2 — 4) 96° спирта и проводят указанные ниже реакции.

РЕАКЦИЯ НА НЕОЗОН Д (ФЕНИЛ-β-НАФТИЛАМИН) ПО АРХАНГЕЛОВУ

Выполнение реакции

1. К перенесенной на предметное стекло капле спиртового исследуемого раствора добавляют каплю реактива Миллона. При наличии неозона Д появляется муть с желтоватой окраской.

2. К капле спиртового раствора, перенесенной на предметное стекло, прибавляют каплю 5% азотной кислоты или каплю воды. При наличии неозона Д выпадает кристаллический осадок — игольчатые кристаллы, группирующиеся в звездчатые скопления.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ САЛИЦИЛОВОЙ КИСЛОТЫ

Реакция основана на том, что салициловая кислота образует с хлорным железом фиолетовое окрашивание. Окрашивание, по-видимому, обусловлено образованием внутрикомплексных солей.

Реактивы

1. Железо хлорное, 1% раствор (свежеприготовленный).
2. Кислота серная, 20% раствор.
3. Натрий углекислый, насыщенный раствор.
4. Спирт этиловый 40%.
5. Эфир петролейный.
6. Эфир серный.

Ход определения

50 — 100 мл вытяжки нейтрализуют раствором углекислого натрия, после чего подкисляют 20% раствором серной кислоты, вводя избыток ее приблизительно в 1 мл. При необходимости жидкость фильтруют. Переводят раствор в делительную воронку, добавляют 25 — 50 мл смеси равных количеств (объемов) серного и петролейного эфиров и проводят извлечение путем осторожного неоднократного перевертывания воронки (40 — 50 раз) во избежание образования стойкой эмульсии. Дают жидкостям разделиться и нижний водный слой спускают через кран воронки и выбрасывают; верхний — эфирный слой — выливают через верхний край воронки в фарфоровую чашку и фильтруют через сухой складчатый фильтр в другую фарфоровую чашку, избегая попадания на фильтр возможно оставшихся капелек воды в эфире. Эфирную вытяжку выпаривают досуха при комнатной температуре в вытяжном шкафу (огнеопасно!). Остаток после выпаривания эфира обрабатывают 10 — 20 каплями разведенного спирта (около 40%), тщательно споласкивая стенки чашки, после чего прибавляют 1 — 2 капли 1% свежеприготовленного хлорного железа. В присутствии салициловой кислоты получается фиолетовое окрашивание.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТИРОЛА

Метод основан на нитровании стирола с последующим колориметрическим определением окрашенных в желтый цвет соединений в присутствии аммиака. Метод позволяет обнаружить стирол в количестве 0,025 мг в колориметрируемом объеме.

Реактивы

1. Нитрационная смесь: растворяют 10 г азотнокислого аммония в 100 мл серной кислоты (уд. в. 1,835 — 1,84).
2. Аммиак, 25% раствор.
3. Нейтрализованная нитрационная смесь. 1 объем нитрационной смеси (реактив 1) смешивают с 3 объемами дистиллированной воды, нейтрализуют полученный раствор 25% аммиаком до слабо щелочной реакции по лакмусу.
4. Четыреххлористый углерод, перегнанный.
5. Стандартный раствор стирола в четыреххлористом углероде. Для его приготовления употребляют свежеперегнанный раствор стирола. 1 мл стандартного раствора равен 5 мг стирола.

Ход определения

К 25—50 мл испытуемой вытяжки в делительной воронке прибавляют 10 мл перегнанного четыреххлористого углерода и производят извлечение стирола путем неоднократного перевертывания воронки (50 — 60 раз), повторяя эту операцию три раза, беря каждый раз по 10 мл растворителя. Соединенные вытяжки четыреххлористого углерода помещают в фарфоровую чашку и испаряют на горячей водяной бане (под тягой) до небольшого объема 1 — 2 мл.

Раствор количественно переносят в колориметрическую пробирку с притертой пробкой (с делениями на 5 и 10 мл), смывают остатки в чашке небольшим количеством четыреххлористого углерода и продолжают испарение до 2 — 3 капель раствора, погружая пробирку в горячую водяную баню.

К остатку в пробирке добавляют 1 мл нитрационной смеси и осторожно встряхивают в течение 5 — 7 минут. Затем по стенке пробирки прибавляют туда же 3 мл дистиллированной воды.

Кислый раствор в пробирке нейтрализуют 25% аммиаком до слабо щелочной реакции по лакмусу, прибавляя аммиак по каплям из бюретки. Нейтрализацию производят при охлаждении раствора (работу проводят в вытяжном шкафу). В присутствии стирола отмечается наличие ясного желтого окрашивания.

Для количественного определения стирола в колориметрические пробирки вносят по 1 мл нитрационной смеси и определенное количество стандартного раствора стирола микропипеткой с делениями на 0,001 мл.

Раствор встряхивают в течение 5 — 7 минут, затем осторожно по стенке пробирки прибавляют 3 мл дистиллированной воды.

Далее все растворы стандартной шкалы и анализируемых проб нейтрализуют 25% аммиаком до слабо щелочной реакции (по лакмусу). Уравнивание растворов производят нейтрализованной нитрационной смесью. Параллельно следует ставить контрольный опыт с реактивами при тех же условиях.

Расчет производят в миллиграммах стирола на 1 л вытяжки (табл. 6).

Таблица 6

Стандартная шкала для определения стирола

№ пробирки	0	1	2	3	4	5	6
Стандартный раствор, мл	0	0,005	0,010	0,015	0,020	0,025	0,030
Содержание стирола, мг	0	0,025	0,050	0,075	0,100	0,125	0,150

Примечание. Учитывая высокое токсическое действие четыреххлористого углерода и стирола на организм человека, все работы с ними следует производить в вытяжном шкафу.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТИУРАМА (ТЕТРАМЕТИЛТИУРАМИДСУЛЬФИДА)

Реактивы

1. Хлороформ.
2. Спирт этиловый 96°.
3. Фильтровальная бумага, пропитанная 5% раствором сернокислой меди и высушенная.

Ход определения

50 мл исследуемой вытяжки помещают в делительную воронку, добавляют 10 мл хлороформа и проводят извлечение путем осторожного перевертывания воронки 40 — 50 раз, но не взбалтывая, во избежание образования стойкой эмульсии. Дают жидкостям разделиться и хлороформенный слой фильтруют через сухой фильтр в фарфоровую чашку. Извлечение хлороформом повторяют еще 2 раза, собирая хлороформ в ту же фарфоровую чашку. Далее хлороформенные вытяжки испаряют при комнатной температуре в вытяжном шкафу досуха. Остаток в чашке растворяют в нескольких каплях (2—4) 96° спирта и проводят указанную ниже реакцию на тиурам.

Реакция на тиурам (тетраметилтиурамидсульфид $[(CH_3)_2\ N.\ C.\ SS]_2$ по Рабиновичу

Реакция основана на обнаружении сероуглерода — продукта расщепления тиурама.

Аналогичную реакцию дает и каптакс.

Выполнение реакции

Каплю спиртового исследуемого раствора с помощью пастеровской пипетки переносят на бумагу, пропитанную раствором сернокислой меди, прикасаясь к ней концом пипетки. При наличии тиурама через некоторое время появляется желтое пятно.

Чувствительность 0,1 мг.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ УРОТРОПИНА (ГЕКСАМЕТИЛЕНТЕТРАМИНА)

Реакция основана на разложении уротропина в кислой среде до формальдегида с последующим определе-

нием формалина с помощью реакций Шривера и Шиффа. Из одной молекулы уротропина образуется 6 молекул формальдегида.

Реактивы

1. Кислота фосфорная, 25% раствор.
2. Реактивы для реакции Шривера, см. стр. 41.
3. Реактив Шиффа, см. стр. 40.

Ход определения

Вытяжку в количестве приблизительно 50—100 мл подкисляют 20 мл 25% фосфорной кислоты и перегоняют с водяным паром, как это описано при определении фенола; в приемники предварительно вводят несколько миллилитров воды. Отгоняют приблизительно 100 мл. В дистилляте проводят реакции на формалин Шривера и с фуксинсернистой кислотой (реакция Шиффа), беря для каждого определения 10 мл дистиллята (см. определение формальдегида, стр. 41—40).

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФЕНОЛА
(качественная реакция)

Реакция основана на взаимодействии водного раствора фенола с бромом с образованием кристаллическсго осадка трибромфенола в форме игл или пучков из игл.

При наличии незначительного количества фенола и при избытке бромной воды выпадает трибромфенол в смеси с бромистым трибромфенолом (под микроскопом иглы и чешуйчатые пластинки).

Чувствительность — еще при концентрации 1:50 000 при длительном стоянии выделяется микрокристаллический осадок.

Реактивы

1. Бромная вода, насыщенный раствор.
2. Винная или щавелевая кислота.
3. Эфир серный.
4. Натрий углекислый, насыщенный раствор.

Ход определения

100 мл вытяжки помещают в круглодонную колбу прибора для перегонки с водяным паром, горло колбы закрывают новой корковой пробкой с двумя отверстиями. Через одно отверстие почти до дна колбы проходит длинная стеклянная трубка, согнутая снаружи под прямым углом. Через другое отверстие в пробку вставлена другая трубка, согнутая в виде буквы Г и заканчивающаяся почти под пробкой, — конец ее в колбе имеет 2—5 см в длину. Первая трубка служит для соединения с парообразователем в стык, чтобы пар не соприкасался с каучуком (это должно соблюдаться при всех соединениях стеклянных трубок каучуком). Вторая трубка соединяет колбу с шариковым холодильником, поставленным вертикально. Соединение это осуществляется также при помощи новой корковой пробки. Нижний конец холодильника опускается в приемник — небольшую эрленмейеровскую колбу, содержащую несколько миллилитров дистиллированной воды, соединенную при помощи пробки и Т-образной стеклянной трубки с другой такой же колбой.

Парообразователем может служить большая стеклянная колба, приспособленная соответствующим образом для получения пара и снабженная стеклянной трубкой для уравнивания давления.

Когда все части прибора для перегонки с водяным паром подготовлены и соединены (кроме парообразователя), а парообразователь нагрет, колба с объектом исследования помещена в холодную водяную баню, содержимое колбы быстро подкисляют виннокаменной или щавелевой кислотой, после чего колбу быстро соединяют с парообразователем и начинают нагревать водяную баню под колбой с объектом исследования и парообразователь. Перегонка должна проводиться по возможности медленно. Отгоняют 100 мл дистиллята.

Полученный дистиллят подщелачивают раствором углекислого натрия, переводят в делительную воронку и производят извлечение эфиром. Для этого к раствору прибавляют 10—15 мл эфира и воронку перевертывают 40—50 раз, избегая сильного взбалтывания, чтобы не образовалась стойкая эмульсия. Извлечение производят 3 раза. Соединенные эфирные вытяжки фильтруют че-

рез сухой складчатый фильтр и испаряют в фарфоровой чашечке при комнатной температуре в вытяжном шкафу (огнеопасно!). Остаток после испарения эфира растворяют в 2—3 каплях воды и проводят с ними микрореакцию с бромной водой. Каплю раствора из чашечки переносят на предметное стекло и к ней добавляют каплю бромной воды. При наличии фенола выпадает желтовато-белый осадок; при незначительных количествах фенола осадок выпадает при стоянии через некоторое время (приблизительно 10—15 минут). При рассмотрении под микроскопом видны мелкие иглы, часто группирующиеся в пучки и звездчатые скопления, возможно выпадение вместе с иглами и чешуйчатых пластинок.

При микроскопическом исследовании сравнивают полученные кристаллы с препаратом из приготовленного разведенного раствора фенола.

Если необходимо, определяют фенол количественно.

Количественное определение фенола по Архангелову

Метод основан на образовании нитрофенолов при действии азотной кислоты на водные растворы фенола.

При действии на фенол очень разбавленной азотной кислоты получается смесь орто- и пара-нитрофенолов. Менее разбавленная кислота дает динитрофенолы и тринитрофенол (пикриновую кислоту $[C_6H_2(NO_2)_3OH]$.

Реактивы

1. Азотная кислота, концентрированная.
2. Кали едкое, 50% раствор.

Ход определения

В стаканчик помещают 10 мл дистиллята, прибавляют 10 капель концентрированной азотной кислоты и жидкость доводят до кипения. По охлаждении подщелачивают до щелочной реакции раствором КОН, беря приблизительно на 10 мл жидкости 1 мл 50% раствора КОН. При наличии фенола раствор окрашивается в желтый цвет.

Жидкость из стакана переливают в центрифужную пробирку, в которой и производят определение по табл. 7.

Таблица 7

Окрашивание при рассматривании сбоку	Окрашивание при рассматривании сверху вниз	Окрашивание при рассматривании сверху вниз под углом 45°	Содержание фенола в мг в 10 мл жидкости
Нет	Нет	Едва заметное	0,01
»	Едва заметное	Очень слабо выраженное	0,02
»	Очень слабо выраженное	Слабо выраженное	0,03
»	Слабо выраженное	Ясно выраженное	0,04
Едва заметное	Ясно выраженное, бледно-желтое	Желтоватое	0,05
Слабо выраженное	Бледно-желтое	Слабо желтое	0,06
Бледно-желтое	Желтоватое	Желтое	0,07

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФОРМАЛЬДЕГИДА. РЕАКЦИЯ С ФУКСИНСЕРНИСТОЙ КИСЛОТОЙ (ШИФФА)

Принцип метода. В результате взаимодействия формальдегида с фуксинсернистой кислотой в кислой среде образуется сине-фиолетовое окрашивание раствора.

Реактивы

1. Фуксинсернистая кислота (реактив Шиффа). 0,025% водный раствор основного фуксина готовят из растертого в порошок кристаллического препарата путем растворения взятой навески в горячей воде. Раствор фильтруют теплым и после охлаждения в раствор пропускают слабый ток сернистого ангидрида до слабо розовой окраски раствора, после чего раствор оставляют до следующего дня. Если обесцвечивания раствора не наступает в течение суток, добавляют к раствору по каплям водный раствор сернистого ангидрида до обесцвечивания или до слабого розового оттенка (избыток сернистого ангидрида неблагоприятно сказывается на чувствительности реакции).

Реактив хранят в темной склянке с хорошо притертой пробкой.

Сернистый газ получают следующим способом: в колбу с отводной трубкой наливают концентрированную серную кислоту, закрывают пробкой с капельной воронкой, содержащей 40% раствор кислого сернистокислого натрия. При добавлении раствора кислого сернистокислого натрия по каплям к серной кислоте получают непрерывный ток сернистого газа.

Для получения водного раствора сернистой кислоты ток сернистого газа пропускают через две склянки, из которых первая содержит 300 мл прокипяченой дистиллированной воды, а вторая — 200 мл. Склянки охлаждают проточной водой или водой со льдом.

2. Кислота соляная концентрированная.

Ход определения

К 10 мл испытуемой вытяжки добавляют 1—2 мл концентрированной соляной кислоты, хорошо перемешивают, добавляют 1—2 мл раствора фуксинсернистой кислоты и снова перемешивают. В присутствии формальдегида раствор окрашивается в синий или сине-фиолетовый цвет. При незначительных количествах формальдегида окрашивание раствора наступает через 2 часа.

Реакцию рекомендуется проводить в пробирке с притертой пробкой во избежание окисления и возможного наличия формальдегида в воздухе, например при неполном сгорании светильного газа.

Эта реакция по чувствительности несколько уступает реакции Шривера.

Фуксинсернистая кислота является, как известно, общим реактивом на альдегиды, но в присутствии соляной или серной кислот реакцию дает только формальдегид.

Реакция с солянокислым фенилгидразином Шривера

Реакция основана на том, что при прибавлении фенилгидразина к раствору, содержащему формальдегид, в присутствии окислителя $[K_3Fe(CN)_6]$ происходит окисление фенилгидразина до фенилгидразона, причем промежуточный продукт этого окисления конденсируется с формальдегидом, образуя вещество, окрашенное в оранжево-красный цвет.

Реактивы

1. Фенилгидразин солянокислый ($C_6H_5 \cdot NH \cdot NH_2 \cdot HCl$), 1% водный раствор (свежеприготовленный и профильтрованный).

2. Калий железосинеродистый [$K_3Fe(CN)_6$], 5% водный раствор.

3. Соляная кислота, концентрированная.

Ход определения

К 10 мл вытяжки прибавляют 2 мл раствора солянокислого фенилгидразина и перемешивают. Затем приливают 1 мл железосинеродистого калия, перемешивают, добавляют 5 мл концентрированной соляной кислоты и снова перемешивают. В присутствии формальдегида появляется оранжево-красное окрашивание.

При незначительных количествах формальдегида (1—10 мкг в 10 мл) раствор имеет окраску от желтовато-розовой до интенсивно розовой.

Чувствительность 0,1 мг/л.

При испытании уксуснокислой вытяжки рекомендуется проводить холостой опыт с модельным раствором при равных условиях проведения реакции с вытяжкой для исключения возможного наличия уксусного альдегида в уксусной кислоте. Уксусный альдегид дает слабую красную окраску при концентрации 1:500—1:1000.

Реакция Шривера более чувствительна по сравнению с реакцией Шиффа.

При слабо положительной реакции Шривера количество формальдегида может быть определено приближенно по табл. 8.

Примечание. Наличие в вытяжке железа мешает реакции. В этом случае производят перегонку формальдегида из вытяжки с водяным паром и в полученном дистилляте проводят определение.

Количественное йодометрическое определение формальдегида

Метод основан на том, что формальдегид окисляется йодом в муравьиную кислоту, которая в щелочном растворе дает муравьинокислый натрий. Йод, не вошедший

Таблица 8

Приближенное определение формальдегида с помощью солянокислого фенилгидразина

Окрашивание при рассматривании сбоку	Окрашивание при рассматривании сверху вниз	Окрашивание при рассматривании сверху вниз под углом 45°	Содержание формальдегида в мг/л
Слабо розовато-желтая опалесценция	*Розовато-желтая опалесценция*	*Очень слабо выраженная розовато-желтая окраска*	*0,1*
Слабо выраженная желтовато-розовая окраска	Розовая с желтоватым оттенком окраска	Слабо розовая	0,3
Розовая	Розовая	Интенсивно розовая	0,5
Розовая	Интенсивно розовая	Розовая с красноватым оттенком	0,7
Интенсивно розовая	Розовая с красноватым оттенком	Розовато-красная	0,9

в реакцию с формальдегидом, при подкислении раствора выделяется в свободном виде и оттитровывается 0,1 н. раствором гипосульфита.

Реактивы

1. 0,1 н. раствор йода.
2. 0,1 н. раствор гипосульфита.
3. Натр едкий, 5% раствор.
4. Крахмал, 0,5% раствор (свежеприготовленный и отфильтрованный).
5. Соляная или серная кислота, 5% раствор.

Ход определения

В колбу с притертой пробкой вносят 10 мл вытяжки, 25 мл 0,1 н. раствора йода и тотчас добавляют медленно из пипетки при непрерывном осторожном перемешивании 5% раствор едкого натра до бледно-желтой окраски раствора. Колбу помещают на 10—15 минут в темное место, после чего раствор подкисляют 5% раствором соляной или серной кислоты и выделившийся йод оттитро-

вывают 0,1 н. раствором гипосульфита до слабо желтого цвета. Затем добавляют 1 мл 0,5% крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски.

При малых количествах формальдегида пользуются 0,01 н. растворами йода и гипосульфита. Одновременно проводят холостой опыт с теми же реактивами и в тех же условиях. Разница между количеством миллилитров гипосульфита, израсходованного при титровании холостого опыта и испытуемого раствора, соответствует количеству миллилитров йода, пошедшего на окисление формальдегида.

Содержание формальдегида вычисляют в миллиграммах на 1 л вытяжки по следующей формуле:

$$x = \frac{(a-в)\times K\times 1000\times 1{,}5}{10},$$

где x — количество формальдегида в миллиграммах на 1 л исследуемой вытяжки;

a — число миллилитров гипосульфита, израсходованного на титрование в холостом опыте;

$в$ — число миллилитров гипосульфита, израсходованного на титрование исследуемого раствора;

K — поправочный коэффициент для приведения концентрации раствора гипосульфита к точно 0,1 н.;

1,5 — количество миллиграммов формальдегида, эквивалентное 1 мл точно 0,1 н. раствора гипосульфита.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФТАЛЕВОЙ КИСЛОТЫ И ФТАЛЕВОГО АНГИДРИДА

Определение основано на получении фенолфталеина путем конденсации (в присутствии серной кислоты) фталевого ангидрида с фенолом. По возникновению малиново-красной окраски в щелочной среде судят о наличии фталевой кислоты или фталевого ангидрида.

Реактивы

1. Кислота серная, концентрированная.
2. Натр едкий, 50% раствор.
3. Спирт этиловый.
4. Фенол. К 100 частям расплавленного на водяной бане фенола (кристаллической карболовой кислоты) приливают при помешивании 10 частей воды.

Ход анализа

25—50 мл вытяжки выпаривают на водяной бане в фарфоровом тигле досуха. С полученным остатком проводят микросинтез на образование фенолфталеина по Архангелову и Саркисянц. Для этого к остатку, перенесенному в пробирку, а возможно и прямо в тигельке, прибавляют приблизительно 10-кратное количество фенола и 1—2 капли концентрированной серной кислоты. Полученную смесь осторожно нагревают до 185°, практически до получения темно-красной окраски, причем фталевая кислота переходит во фталевый ангидрид, который при сплавлении с фенолом и серной кислотой образует фенолфталеин. После охлаждения к сплаву прибавляют 1—2 мл спирта, воду и раствор едкой щелочи до щелочной реакции. При наличии фталевой кислоты получается характерное малиновое окрашивание, свой ственное фенолфталеину.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭТИЛЕНГЛИКОЛЯ

Принцип метода. Метод основан на перегонке этиленгликоля из вытяжек с бензолом и на последующем определении в дистилляте этиленгликоля путем окисления его перйодатом калия или натрия в сернокислом растворе до формальдегида. Формальдегид определяется колориметрическим методом с помощью фуксинсернистой или хромотроповой кислоты.

Реакция

$$\begin{matrix} CH_2OH \\ | \\ CH_2OH \end{matrix} + HJO_4 \rightarrow 2\,CH_2O + H_2O + HJO_3$$

Метод специфичен в присутствии метилового и этилового спиртов.

Дистилляция этиленгликоля из вытяжек

В круглодонную колбу (рис. 2, *1*) емкостью 100 мл помещают 20 мл исследуемой вытяжки и приливают 50 мл бензола. Присоединяют колбу к вертикально по-

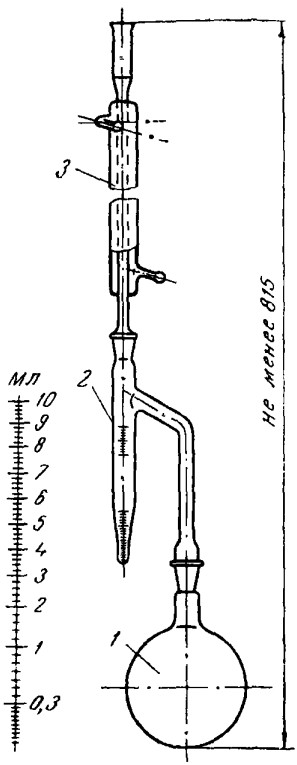


Рис. 2. Прибор, применяемый при определении этиленгликоля.

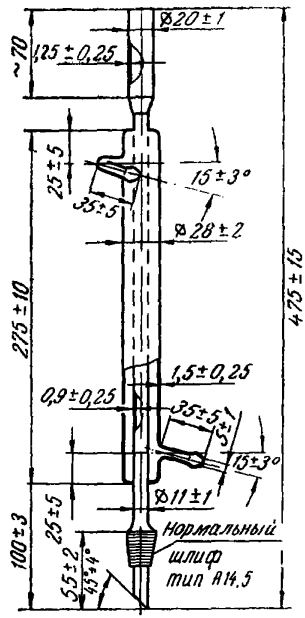


Рис. 3. Холодильник.

ставленному холодильнику (*3*) с помощью специального приемника-ловушки (*2*), служащей для улавливания воды вместе с этиленгликолем (аппарат Дина и Старка, ГОСТ 1594-59). Колбу нагревают на водяной бане.

При этом бензол, увлекаемая им вода и этиленгликоль конденсируются и попадают в приемник-ловушку, из которой бензол возвращается обратно в колбу.

Перегонка длится 12—16 часов, обычно отгоняют 9—10 мл дистиллята.

По окончании перегонки прибор разбирают и в дистилляте определяют этиленгликоль с фуксинсернистой или хромотроповой кислотами.

Определение этиленгликоля в дистилляте с фуксинсернистой кислотой

Принцип метода. Метод основан на окислении этиленгликоля перйодатом калия или натрия в сернокислом растворе до формальдегида с последующим колориметрическим определением его по реакции с фуксинсернистой кислотой.

Метод позволяет обнаружить содержание этиленгликоля в количестве 0,008 мг или 8 γ в колориметрируемом объеме.

Реактивы

1. Перйодат калия (KJO_4) или натрия ($NaJO_4$), 3% раствор в 5% растворе серной кислоты. Перйодат натрия растворяют в серной кислоте на холоду, перйодат калия — при нагревании до кипения.
2. Серная кислота, 5% раствор (по объему).
3. Сульфит натрия ($Na_2SO_3 \cdot 7H_2O$), 10% раствор, свежеприготовленный.
4. Фуксинсернистый реактив (см. стр. 26).
5. Стандартный раствор этиленгликоля.

Готовят исходный раствор: в мерную колбу емкостью 50 мл наливают 20—25 мл дважды перегнанной дистиллированной воды и колбу взвешивают на аналитических весах. Вносят в колбу с водой 1—2 капли перегнанного этиленгликоля (температура кипения 195°) и вновь взвешивают. По разности веса определяют количество этиленгликоля. Раствор в колбе доводят до метки водой. Высчитывают содержание этиленгликоля в 1 мл раствора.

Путем соответствующего разведения готовят перед употреблением рабочий стандартный раствор с содержанием этиленгликоля 0,02 мг в 1 мл.

Раствор, содержащий несколько миллиграммов этиленгликоля в 1 мл, сохраняется без изменения в течение 6 месяцев.

Ход определения

К 5 мл дистиллята в колориметрической пробирке с притертой пробкой приливают 1 мл 5% раствора

серной кислоты и 0,25 мл 3% раствора перйодата калия или натрия.

Содержимое пробирки встряхивают и оставляют стоять на 30 минут. Затем избыток йодной кислоты разрушают 10% раствором сульфита натрия, добавляя его по каплям до обесцвечивания выделившегося йода, после чего прибавляют 1 мл фуксинсернистой кислоты.

Содержимое перемешивают и оставляют стоять на 30—40 минут. В присутствии этиленгликоля в зависимости от его количества появляется более или менее интенсивная фиолетовая или голубая окраска.

Параллельно необходимо ставить контрольный опыт с реактивами при тех же условиях.

Для количественного определения этиленгликоля в дистилляте одновременно в той же последовательности проводят реакцию с фуксинсернистой кислотой со стандартными растворами.

В ряд одинаковых колориметрических пробирок вводят определенное количество рабочего стандартного раствора этиленгликоля (1 мл = 0,02 мг этиленгликоля). Во всех пробирках объем жидкости доводят до 5 мл дистиллированной водой.

Расчет содержания этиленгликоля производится в миллиграммах на 1 л вытяжки (табл. 9).

Таблица 9

Стандартная шкала для определения этиленгликоля

№ пробирки	0	1	2	3	4
Стандартный раствор, мл	0	0,40	0,60	0,80	1,00
Дистиллированная вода, мл	5,00	4,60	4,40	4,20	4,00
Содержание этиленгликоля, мг	0	0,008	0,012	0,016	0,02

Определение этиленгликоля в дистилляте по реакции с хромотроповой кислотой

Принцип метода. Метод основан на окислении этиленгликоля перйодатом калия или натрия в сернокислом растворе до формальдегида с последующим проведением цветной реакции с хромотроповой кислотой.

Метод позволяет обнаружить содержание этиленгликоля в количестве 0,001 мг или 1 γ в колориметрируемом объеме.

Реактивы

1. 3% раствор перйодата калия или натрия в 5% растворе серной кислоты. Перйодат калия растворяют при нагревании до кипения, перйодат натрия — на холоду.
2. Серная кислота, 5% раствор (по объему).
3. Сульфит натрия ($Na_2SO_3 \cdot 7H_2O$), 5% раствор свежеприготовленный.
4. Хромотроповая кислота или ее динатриевая соль, 1% водный раствор свежеприготовленный.
5. Серная кислота концентрированная (уд. в. 1,835—1,84).
6. Стандартный раствор этиленгликоля (приготовление см. выше «Определение этиленгликоля с фуксинсернистой кислотой»). Перед употреблением готовят рабочий стандартный раствор этиленгликоля с содержанием этиленгликоля 0,01 мг в 1 мл.

Ход определения

К 2 мл дистиллята в колориметрической пробирке с притертой пробкой приливают 1 мл 5% раствора серной кислоты и 0,25 мл 3% раствора перйодата калия или натрия. Содержимое пробирки перемешивают и оставляют стоять на 30 минут для окисления. Избыток йодной кислоты разрушают 5% раствором сульфита натрия, добавляя его по каплям до обесцвечивания выделяющегося йода (избегать избытка!). Затем прибавляют 0,5 мл 10% раствора хромотроповой кислоты и 1,7—1,8 мл концентрированной серной кислоты.

Пробирку помещают в кипящую водяную баню на 30 минут. По охлаждении содержимое пробирки перемешивают и наблюдают окрашивание спустя 40—50 минут. В присутствии этиленгликоля в зависимости от его количества появляется более или менее интенсивная красно-фиолетовая или розовая окраска.

Параллельно необходимо ставить контрольный опыт с реактивами при тех же условиях.

Для количественного определения этиленгликоля в дистилляте одновременно в той же последовательности

проводят реакцию с хромотроповой кислотой и со стандартными растворами.

В ряд одинаковых колориметрических пробирок вводят определенное количество рабочего стандартного раствора этиленгликоля (1 мл=0,01 мг этиленгликоля). Во всех пробирках шкалы и испытуемой пробы объем жидкости доводят до 2 мл дистиллированной водой. Количество капель сульфита натрия, применяемого для удаления избытка перйодата, должно быть одинаково во всех пробирках стандартной шкалы и пробы.

Расчет содержания этиленгликоля производится в миллиграммах или гаммах на 1 л вытяжки (табл. 10).

Таблица 10

Стандартная шкала для определения этиленгликоля с хромотроповой кислотой

№ пробирки	0	1	2	3	4	5	6
Стандартный раствор, мл	0	0,10	0,20	0,40	0,60	0,80	1,00
Дистиллированная вода, мл	2,00	1,90	1,80	1,60	1,40	1,20	1,00
Содержание этиленгликоля мг γ	0	0,001 1	0,002 2	0,004 4	0,006 6	0,008 8	0,01 10

ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ, ВХОДЯЩИХ В РЕЦЕПТУРУ ИССЛЕДУЕМОГО МАТЕРИАЛА

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЖЕЛЕЗА

Реакция основана на взаимодействии в сильно кислой среде окисного железа и роданида аммония с образованием окрашенного в красный цвет роданида железа $[Fe(CNS)_3]$.

Реактивы

1. Аммиак, 10% раствор.
2. Аммоний роданистый, 50% раствор.
3. Кислота соляная, концентрированная.
4. Кислота соляная, 10% раствор.
5. Пергидроль.

Ход определения

К 10 мл вытяжки, доведенной до нейтральной реакции по лакмусу (с помощью разведенной соляной кислоты или раствора аммиака) прибавляют при взбалтывании 5 капель концентрированной соляной кислоты, 2—3 капли пергидроля, затем приливают 0,2—0,5 мл 50% роданистого аммония и перемешивают. Появление красного окрашивания укажет на наличие солей железа.

Необходимо проверить реактивы на отсутствие в них железа.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЛЬЦИЯ

Определение основано на осаждении щавелевокислого кальция и идентификации последнего с помощью одной из характерных реакций на кальций — осаждения кристаллов гипса ($CaSO_4.2H_2O$).

Открываемый минимум 1 γ кальция.

Реактивы

1. Аммиак, 10% раствор.
2. Аммоний щавелевокислый, насыщенный раствор.
3. Кислоты:
соляная концентрированная;
соляная, 10% раствор;
соляная, 1% раствор;
серная, 1—2 н.;
уксусная, 20% раствор;
уксусная, 10% раствор.
4. Метилрот, 0,1 г метилрота растворяют в 60 мл этилового спирта и добавляют дистиллированную воду до 100 мл.

Ход определения

10 мл вытяжки выпаривают в фарфоровой чашке на водяной бане досуха и сухой остаток осторожно озоляют. Золу смачивают несколькими каплями бидистиллята, добавляют 1—2 мл концентрированной соляной кислоты и выпаривают досуха. Обработку осадка соляной кислотой повторяют 2—3 раза.

Сухой остаток растворяют в 1—2 мл 1% соляной кислоты и переносят в центрифужную пробирку, чашку

промывают 2—3 мл бидистиллята и присоединяют к раствору в пробирке. Если содержимое пробирки мутное, отделяют муть центрифугированием. Прозрачный раствор (3—5 мл) переносят в чистую пробирку, добавляют каплю метилрота и по каплям 10% раствор аммиака до слабо желтого окрашивания. Если при этом образуется муть, ее растворяют путем добавления 20% уксусной кислоты (добавляя по каплям до слабо розового цвета раствора).

Пробирку с раствором помещают в кипящую водяную баню и через 5—10 минут прибавляют 1—2 мл горячего раствора щавелевокислого аммония и оставляют пробирку в горячей бане (при слабом подогревании ее) 15—30 минут. При наличии в исследуемом растворе кальция образуется белый осадок щавелевокислого кальция. Осадок отделяют центрифугированием, растворяют при нагревании в 10% растворе соляной кислоты и с полученным раствором проводят микрореакцию следующим способом:

Каплю прозрачного раствора переносят на предметное стекло, осторожно выпаривают на маленьком пламени горелки. Остаток после выпаривания растворяют в капле 10% раствора уксусной кислоты и наносят рядом каплю 10% серной кислоты; дают каплям натечь друг на друга или соединяют их тонкой стеклянной нитью.

В присутствии солей кальция выпадают тотчас или через несколько минут, в зависимости от количества кальция в растворе, кристаллы гипса ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$) в виде длинных игл, часто группирующихся в пучки, снопики, звездчатые и веерообразные скопления.

При незначительных количествах кальция кристаллизация происходит медленно и главным образом по периферии капли. При более высоких концентрациях через некоторое время возможно выпадение, кроме игл, ромбических пластинок, двойников с входящим углом в виде ласточкина хвоста и х-образных двойников.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОБАЛЬТА

Роданомеркуриат аммония $(NH_4)_2$ $[Hg(SCN)_4]$ образует с солями кобальта кристаллическое соединение $Co[Hg(SCN)_4]$, окрашенное в синий цвет. Чувствительность реакции 0,2 γ кобальта.

Реактивы

1. 3 г $HgCl_2$ и 3,3 г NH_4SCN растворяют в 3 мл H_2O. Этот реактив используется также для открытия Cu, Cd и Zn.
2. Уксусная кислота 1:50.
3. Соляная кислота 1:1.
4. Соляная кислота, 1% раствор.

Ход определения

10 мл вытяжки выпаривают в фарфоровой чашке на водяной бане досуха, полученный остаток осторожно озоляют. Золу растворяют в соляной кислоте (1:1) и выпаривают досуха.

Остаток после выпаривания растворяют при нагревании в возможно малом количестве 1% раствора соляной кислоты. При наличии нерастворимого осадка его отделяют центрифугированием. Фильтрат выпаривают досуха (удаление HCl), остаток растворяют в нескольких каплях воды и проводят микрореакцию на кобальт со ртутно-родановым реактивом (реактив 1) на образование роданисто-ртутно-кобальтовой соли.

Для этого каплю раствора из чашки переносят на предметное стекло и осторожно выпаривают на стекле досуха, после чего на полученный остаток после выпаривания наносят еще каплю и снова выпаривают и т. д. (наслаивание капель).

Полученный таким образом остаток после выпаривания на стекле растворяют в капле уксусной кислоты (1:50), наносят рядом небольшую каплю ртутно-роданового реактива и дают каплям натечь друг на друга. При наличии соли кобальта выпадают интенсивно синие кристаллы роданисто-ртутно-кобальтовой соли $Co\,[Hg(SCN)_4]$ ромбической системы. Эти кристаллы по большей части соединяются в неодинаковые группы, образуя шиповидные шарики, розетки, неправильные треугольники, иногда и кустики. Незначительные количества никеля не мешают реакции, но уже в 10-кратном количестве, превыщающем кобальт, вредят реакции. При наличии меди одновременно с синими кристаллами роданисто-ртутно-кобальтовой соли выпадают и желто-зеле-

ные кристаллы роданисто-ртутно-медной соли. При значительных количествах цинка и кадмия и при наличии меди выпадают смешанные кристаллы буро-фиолетовой окраски. В присутствии только цинка или кадмия выпадают смешанные кристаллы светло-синего цвета.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КРЕМНЕКИСЛОТЫ

Кремневая кислота с молибдатом аммония образует аммонийную соль кремнемолибденовой кислоты $(NH_4)_4[SiMo_{12}O_{40}]$, которая окисляет бензидин до синего хиноидного продукта при одновременном восстановлении молибдена до «молибденовой сини».

Чувствительность реакции 0,1 γSiO_2.

Фосфорная и мышьяковая кислоты мешают реакции. Однако аммонийная соль кремнемолибденовой кислоты растворима в азотной кислоте, тогда как аммонийные соли мышьяковомолибденовой и фосфорномолибденовой кислоты нерастворимы в ней и могут быть отделены.

Реактивы

1. Молибдат аммония: 5 г молибдата аммония растворяют на холоду в 100 мл воды и раствор приливают к 35 мл азотной кислоты (уд. в. 1,2).
2. Бензидин: 0,5 г бензидина или хлоргидрата бензидина растворяют в 10 мл концентрированной уксусной кислоты и разбавляют водой до 100 мл.
3. Ацетат натрия, насыщенный раствор.
4. Азотная кислота 6 н.
5. Щавелевая кислота, 1% раствор.

Ход определения

В платиновый тигель помещают 1 каплю исследуемого раствора (кислотность раствора не должна быть выше 0,5 н.), добавляют каплю раствора молибденовокислого аммония и нагревают на небольшом пламени горелки до кипения. Далее тигель охлаждают, добавляют 1 каплю раствора бензидина и 1 — 2 капли раствора

ацетата натрия. При наличии кремневой кислоты появляется синее окрашивание.

Выполнение реакции в присутствии фосфата иона

1 — 2 капли исследуемого раствора помещают в центрифужную пробирку, добавляют 2—3 капли раствора молибдата аммония, нагревают на небольшом пламени до кипения, добавляют 2—3 капли 6 н. раствора азотной кислоты и центрифугируют. Прозрачную жидкость сливают в платиновый тигель и осторожно нагревают на сетке на маленьком пламени горелки до кипения. После охлаждения к содержимому тигля добавляют 2 — 3 капли 1% раствора щавелевой кислоты, 1 — 2 капли раствора бензидина и 2 — 3 капли раствора ацетата натрия. Появление синего окрашивания укажет на присутствие кремневой кислоты.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАРГАНЦА

Метод основан на окислении марганца персульфатом аммония до марганцевой кислоты в присутствии катализатора $AgNO_3$.

Присутствие хлоридов, бромидов, йодидов и других анионов, связывающих серебро или разрушающих MnO_4, мешает реакции.

Чувствительность реакции очень велика. По Ф. Файглю, можно открыть 0,1 γ марганца (в капле раствора 1 : 500 000).

Реактивы

1. Аммоний персульфат $[(NH_4)_2S_2O_8]$, 50% раствор, свежеприготовленный.
2. Кислоты:

азотная концентрированная; серная, 20% раствор.

3. Пергидроль.
4. Серебро азотнокислое, 0,1 н. раствор.

Ход определения

10 мл вытяжки выпаривают в фарфоровой чашке на водяной бане досуха. Сухой остаток осторожно озоляют (до получения золы белого или серовато-белого цвета).

Для ускорения озоления золу можно обработать пергидролем. Золу для удаления хлоридов смачивают концентрированной азотной кислотой и выпаривают на водяной бане досуха. Обработку золы азотной кислоты повторяют. Далее к золе добавляют 5 мл 20% серной кислоты и выпаривают до 1 мл. Обработку серной кислотой повторяют 2 раза. К содержимому фарфоровой чашки добавляют 1 — 2 мл бидистиллята и раствор переносят в центрифужную пробирку. Если раствор мутный, его центрифугируют. К прозрачному раствору, собранному в чистую пробирку, добавляют 1 мл 0,1 н. раствора азотнокислого серебра и 1 мл 50% водного раствора персульфата аммония (свежеприготовленного), взбалтывают и помещают в кипящую водяную баню на 15 минут, после чего охлаждают в струе холодной воды. В присутствии марганца появляется розово-фиолетовая окраска (образование марганцевой кислоты).

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЫШЬЯКА

Мышьяк определяют по ГОСТ 5512-50. Продукты и напитки пищевые и вкусовые. Методы определения мышьяка.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОЛЕЙ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ

Соли тяжелых металлов определяют по ГОСТ 5370-58. Продукты и напитки пищевые и вкусовые. Методы определения свинца, меди, цинка и олова.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТИТАНА
(качественная реакция)

Метод основан на образовании комплексного соединения пероксидисульфотитановой кислоты — $H_2[TiO(H_2O_2)(SO_4)_2]$[1] желто-оранжевого цвета при добавлении перекиси водорода к сернокислому раствору титана:

$$H_2[TiO(SO_4)_2] + H_2O_2 = H_2[TiO(H_2O_2)(SO_4)_2]$$

[1] Пероксидисульфотитановую кислоту часто называют надтитановой кислотой.

Реакция очень чувствительна — открывает до 5—10 γ титана, поэтому она применяется для определения только малых количеств титана — не более 0,1 мг в 1 мл раствора.

Мешающие элементы: 1. Железо, никель, хром, кобальт, которые своей окраской маскируют желто-оранжевую окраску пероксидисульфотитановой кислоты.

2. Ванадий, молибден, церий и отчасти хром — вследствие образования этими элементами с перекисью водорода окрашенных соединений.

3. Фториды, образуя с титаном комплексное соединение, значительно ослабляют желто-оранжевое окрашивание, образуемое титаном с перекисью водорода, вплоть до обесцвечивания в зависимости от количества фторидов.

4. Большое количество сульфатов щелочных металлов несколько ослабляет интенсивность желто-оранжевого цвета раствора и тем сильнее, чем меньше концентрация серной кислоты.

5. Большое количество фосфатов, лимонная кислота обесцвечивают раствор; винная кислота практически не влияет.

Реактивы

1. Стандартный раствор титана: 0,1663 г двуокиси титана (TiO_2) сплавляют в платиновой чашке с 3 г смеси углекислых калия и натрия или с шестикратным количеством пиросернокислого калия ($K_2S_2O_7$), выщелачивают 250 мл серной кислоты (1:2) и по растворении солей доливают раствор серной кислотой той же концентрации до 1 л. 1 мл раствора соответствует 0,1 мг титана. Титр полученного раствора можно проверить следующим способом: 20 мл раствора осаждают аммиаком, осадок ортотитановой кислоты промывают водой, прокаливают и взвешивают. Фактор пересчета полученной при прокаливании двуокиси титана (TiO_2) на титан равен 0,5995.

2. Перекись водорода (3%), не содержащая фтора. Испытание перекиси водорода на фтор: к 50 мл перекиси водорода добавляют 0,1 г окиси магния и выпаривают до небольшого объема. Сконцентрированный раствор переносят на часовое стекло и выпаривают досуха. Сухой остаток смачивают концентрированной серной кис-

лотой и дают стоять 2 — 3 часа. По истечении этого времени содержимое стекла смывают и стекло высушивают. На стекле не должно быть следов вытравления.

3. Аммиак 10%.
4. Аммоний надсернокислый (персульфат аммония), 25% раствор.
5. Кислоты:
азотная концентрированная;
серная концентрированная;
серная 1 : 3;
серная, 10% раствор;
фосфорная, 10% раствор.
6. Магния окись.
7. Натр едкий, 20% раствор.
8. Натр едкий, 1% раствор.
9. Натрий углекислый, 1% раствор.

Ход определения

50 мл исследуемой вытяжки выпаривают в фарфоровой чашке досуха, высушивают в сушильном шкафу и озоляют в муфельной печи (или на газовой горелке). Золу растворяют в нескольких миллилитрах (3 — 5) серной кислоты (1:3) при нагревании, добавляют 5 капель концентрированной HNO_3 и выпаривают до появления паров серной кислоты.

К охлажденному сернокислому раствору осторожно при перемешивании добавляют 10 мл дистиллированной воды и, если нужно, центрифугируют, собирая раствор в маленький стаканчик (№ 1). К прозрачному раствору прибавляют 3 мл 25% свежеприготовленного раствора персульфата аммония и кипятят 10 минут, добавляя время от времени в стакан горячую дистиллированную воду до метки. При наличии хрома последний при этом окисляется до шестивалентного. Затем в еще горячий раствор добавляют маленькими порциями, при взбалтывании и нагревании раствора 20% раствор едкого натра до нейтральной реакции и его избыток 2—3 мл. При этом титан и железо выпадают в осадок[1]. Осадок

[1] В присутствии железа создаются наилучшие условия для полного осаждения титана. Если в исследуемом растворе железо отсутствует, то целесообразно ввести его в испытуемый раствор в виде следов.

отделяют от раствора центрифугированием, а стаканчик и осадок в пробирке промывают 1% горячим раствором едкого натра. Для этого в стаканчик наливают 3 мл раствора едкого натра (1%), споласкивают им стенки стаканчика и переносят раствор в центрифужную пробирку с осадком. Содержимое пробирки взбалтывают таким образом, чтобы осадок равномерно распределился в жидкости. Затем стаканчик (№ 1) еще раз промывают 2 мл горячего раствора едкого натра, перенося его в ту же центрифужную пробирку; перемешивают содержимое пробирки и отделяют осадок от раствора центрифугированием.

Для лучшего отделения мешающих элементов проводят переосаждение. Для этого осадок, собранный в центрифужную пробирку, растворяют в возможно малом количестве горячего 10% раствора серной кислоты, переводят раствор количественно в стаканчик (№ 1), в котором проводилось первое осаждение титана и железа. Пробирку споласкивают небольшим количеством дистиллированной воды (2—3 мл) и переносят раствор в стаканчик (№ 1). Затем в стаканчик добавляют 3 мл раствора персульфата аммония и водный раствор аммиака в избытке (раствор должен сильно пахнуть аммиаком), накрывают стаканчик часовым стеклом и кипятят раствор 10 — 15 минут. При кипячении время от времени добавляют горячий раствор аммиака до метки, сделанной перед кипячением на стенке стаканчика. Охлаждают содержимое стаканчика и отделяют осадок от раствора центрифугированием. Стаканчик, в котором проводилось переосаждение, и осадок в центрифужной пробирке промывают горячим 1% раствором углекислого натрия, как указано выше. Осадок в центрифужной пробирке растворяют в 5 мл 10% раствора серной кислоты и переносят раствор в стаканчик (№ 1), в котором проводилось переосаждение. Пробирку промывают 2 раза дистиллированной водой (расходуя на это 5 мл) и присоединяют промывные воды к раствору в стаканчике (№ 1). Далее к содержимому стаканчика добавляют 1 — 3 мл фосфорной кислоты (10%) до исчезновения желтого окрашивания раствора[1], обусловленного наличием в растворе железа. К бесцветному раствору добав-

[1] При этом железо образует бесцветный комплекс $[Fe(PO_4)_2]^{3-}$

ляют 3 — 5 мл 3% раствора перекиси водорода (свежеприготовленного). При наличии титана раствор окрашивается в оранжево-желтый цвет (при малых количествах титана — в желтый или светло-желтый).

Полученный раствор может быть использован, если это необходимо, для количественного определения титана.

Количественное определение титана

В стаканчик № 2, одинаковый по объему со стаканчиком № 1, в котором находится исследуемый на титан раствор, вносят такое же количество дистиллированной воды и реактивов, какое было взято для испытуемого раствора. Далее в стаканчик № 2 добавляют при постоянном перемешивании из микробюретки (или из градуированной на сотые доли миллилитра пипетки) стандартный раствор титана до тех пор, пока окраска жидкости в обоих стаканчиках станет приблизительно одинаковой. Затем содержимое каждого стаканчика количественно с помощью дистиллированной воды переводят в мерные колбы на 25 мл (колбы № 1 и 2 соответственно), доводят содержимое каждой колбы до метки и хорошо перемешивают. Сравнение окрасок растворов проводят в цилиндрах Генера. Содержание титана в миллиграммах на 1 л вычисляют по формуле:

$$x = \frac{a \times 0{,}1 \times h_s \times 1000}{h_x \times 50},$$

где: a — количество стандартного раствора титана, добавленное в стаканчиках № 2, в миллилитрах;

0,1 — количество титана в 1 мл стандартного раствора в миллиграммах;

h_s — высота столба стандартного раствора (из колбы № 2) в цилиндре Генера;

h_x — высота столба исследуемого раствора (из колбы № 1) в цилиндре Генера.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФТОРА

Метод основан на обесцвечивании розового торий-ализаринового лака ионами фтора.

$$(C_{14}H_7O_4SO_4)_4Th + 6NaE + 4HCl \rightarrow Na_2ThF6 + 4C_{14}H_7O_4SO_3H + 4NaCl.$$

розового цвета — желтого цвета

Освободившаяся ализаринсульфокислота имеет желтый цвет. После того как весь фтор будет связан, желтый цвет раствора от добавления малейших количеств азотнокислого тория изменяется в розовый вследствие образования торийализаринового лака.

Реактивы

1. Ализариновый красный С (ализарин S; 1,2-диоксиантрахинон-3-сульфокислота, натриевая соль, $C_{14}H_7O_4SO_3Na \cdot H_2O$). 0,5 г препарата растворяют в 1 л воды (бидистиллята) — запасной раствор. Для работы готовят 0,0125% раствор (25 мл основного раствора разбавляют до 100 мл).

2. Кальций уксуснокислый. Вначале готовят углекислый кальций, свободный от фтора, с помощью следующих реактивов:

а) Раствор углекислого аммония. Растворяют 110 г углекислого аммония в небольшом количестве воды, добавляют 55 мл аммиака (уд. в. 0,880) и разбавляют до 600 мл.

б) 200 г сухого хлористого кальция, химически чистого для анализа, растворяют в 600 мл теплой дистиллированной воды. В этот раствор вливают 20 мл углекислого аммония (реактив *а*), смесь нагревают до кипения, дают осадку осесть в течение нескольких минут, затем раствор фильтруют через пористую воронку с колбой для отсасывания или через обычную воронку, содержащую небольшой комочек ваты, и осадок, содержащий фтор, выбрасывают. Осаждение и отделение осадка, как это указано выше, повторяют 3 раза. К прозрачному фильтрату, не содержащему фтора, добавляют оставшееся количество углекислого аммония (реактив *а*), хорошо размешивают, дают осесть осадку и раствор отфильтровывают. Осадок промывают горячей водой до отрицательной реакции на хлориды и сушат при 100°.

Из полученного углекислого кальция готовят приблизительно нормальный раствор уксуснокислого кальция

следующим способом: 10 г углекислого кальция переносят в колбу объемом около 500 мл, добавляют 12 мл ледяной уксусной кислоты (или соответствующее количество уксусной кислоты иной концентрации), осторожно перемешивают и, чтобы началась реакция, осторожно добавляют небольшое количество воды (бидистиллята). Когда реакция прекратится, добавляют новую порцию воды и время от времени взбалтывают. Всего небольшими порциями добавляют около 150 мл воды (бидистиллята). Затем раствор кипятят до растворения осадка и проверяют реакцию на лакмус.

Если реакция раствора нейтральная или слабо щелочная, его переливают в мерную колбу на 200 мл, охлаждают и доводят водой до метки. Если реакция раствора кислая, добавляют на кончике ножа углекислого кальция и жидкость снова кипятят до тех пор, пока реакция раствора не будет нейтральной или слабо щелочной на лакмус.

3. Натр едкий 0,05 н. (0,1 н. раствор NaOH разбавляют равным количеством воды).

4. Натр едкий (10% раствор).

5. Натрий фтористый (стандартный раствор), 100 — 150 г продажного препарата переносят в химический стакан, добавляют около 200 — 250 мл дистиллированной воды, хорошо перемешивают и фильтруют в фарфоровую чашку. Затем раствор упаривают на водяной бане до образования на его поверхности твердой корочки, которую снимают на фильтровальную бумагу, отжимают между листами ее, измельчают стеклянной палочкой и высушивают на воздухе.

0,2210 г чистой сухой соли растворяют в 100 мл бидистиллята (1 мл = 1 мг F). Раствор хранят в пропарафинированной склянке (запасной раствор). Для работы 1 мл запасного раствора разбавляют до 100 мл (1 мл = 0,01 мг F).

6. Песок кремневый чистый, свободный от фтора. Чистый кремневый песок обливают в платиновой чашке концентрированной серной кислотой и осторожно нагревают до исчезновения белых паров, после чего охлаждают и промывают водой (бидистиллятом).

7. Серебро сернокислое в кристаллах.

8. Серная кислота концентрированная. Продажную серную кислоту кипятят до густых белых паров.

9. Серная кислота 1 : 1. Реактив 8 разбавляют 1 : 1 бидистиллятом.

10. Соляная кислота (нормальный раствор).

11. Торий азотнокислый $[Th(NO_3)_4 \cdot 4H_2O]$, 0,01 н. раствор. Содержание азотнокислого тория в препарате проверяют путем прокаливания (переводят в ThO_2). Если количество азотнокислого тория в препарате составляет, например, 99,4%, то берут навеску, равную 1,3883 г, и растворяют в 1 л бидистиллята (0,01 н. раствор). Для работы 100 мл 0,01 н. раствора разбавляют до 1 л (0,001 н. раствор).

12. Реактив 12. 16 мл 0,01 н. раствора азотнокислого тория (см. реактив 11) и 37,5 мл нормальной соляной кислоты разбавляют до 1 л.

Аппаратура

Перегонная колба объемом на 50 мл, парообразователь — стеклянная круглодонная колба объемом около 300 мл, холодильник.

Перегонная колба (рис. 4) закрывается резиновой пробкой с двумя отверстиями, через которые проходят термометр на 150° и стеклянная трубка, изогнутая под прямым углом; термометр и трубка доходят почти до дна колбы. Наружный конец изогнутой трубки соединяется с парообразователем. Боковой отросток перегонной колбы по всей длине имеет вдавления, образующие внутри «елочку». Конец отростка соединяется с холодильником с помощью шлифованной пробки (*можно пользоваться* и резиновой пробкой).

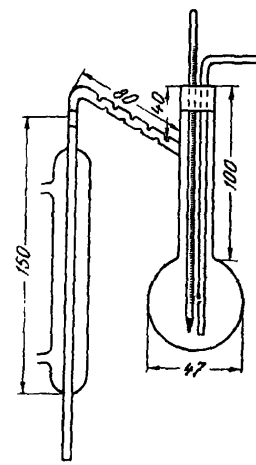


Рис. 4. Прибор для отгонки фтора.

Парообразователь закрывают резиновой или корковой пробкой с двумя трубками: короткой для отвода пара и длинной, доходящей до дна

колбы и поднимающейся вверх приблизительно на 1 м (для уравнивания давления). Последняя трубка не должна быть узкой, чтобы не создать давления в колбе выше атмосферного. Пар получают из бидистиллята, к которому добавляют 10% раствор едкого натра до щелочной реакции.

Минерализация органического вещества

200 мл вытяжки выпаривают частями следующим способом: 30 — 40 мл раствора переносят в фарфоровую чашку, добавляют 10 мл уксуснокислого кальция (реактив 2) и хорошо перемешивают. Затем добавляют 10% раствор едкого натра до слабо щелочной реакции на лакмус и выпаривают на водяной бане досуха. После того как выпарится первая порция раствора, добавляют следующую, и раствор снова нейтрализуют едким натром, доводя реакцию до слабо щелочной, и выпаривают досуха. После того как все 200 мл вытяжки будут выпарены, чашку с сухим остатком помещают в холодный муфель у самой дверцы и нагревают его, оставляя дверцу открытой. По мере нагревания муфеля, еще задолго до появления слабого покраснения, содержимое чашки начинает обугливаться и сгорает. Как только появится заметное покраснение муфеля, его выключают. Обычно к этому времени весь уголь сгорает; остаются несгоревшими, лишь частицы угля на стенках чашки. Частицы угля отделяют от стенок чашки с помощью стеклянной хорошо оплавленной палочки, золу перемешивают и снова ставят в муфель при тех же условиях. Обычно озоление заканчивается через 2—3 часа. Зола белого или серовато-белого цвета.

Отделение фтора от элементов, мешающих его определению, дистилляцией

В перегонную колбу помещают длинную стеклянную трубку, имеющую вверху расширение в виде воронки. Нижний конец трубки должен находиться в колбе ниже ее горлышка. Вносят в колбу небольшое количество кремневого песка и сернокислое серебро в количестве, достаточном для полного связывания хлоридов, если

таковые имеются в исследуемом растворе[1]. Далее в колбу переносят золу исследуемой вытяжки. Оставшиеся в чашке частицы золы смывают 2,5 мл воды (бидистиллята) и 2,5 мл воды, содержащей каплю серной кислоты 1 : 1. После этого чашку и трубку обмывают 10 мл серной кислоты, разведенной 1 : 1, беря ее небольшими порциями с тем, чтобы при добавлении кислоты к золе, находящейся в колбе, не было бурного выделения углекислоты, которое может быть причиной потери фтора. Не касаясь стенок колбы, осторожно вынимают стеклянную трубку из колбы. Колбу закрывают пробкой, помещают на асбестовую сетку, имеющую посередине отверстие, и соединяют с холодильником. Во избежание местного перегрева стенок перегонной колбы последнюю обкладывают асбестом. Конец холодильника опускают в воду приемника — колориметрическую пробирку с делением на 10 мл, содержащую 5 мл воды (бидистиллята). Перегонную колбу соединяют с парообразователем, нагретым к этому времени до кипения, и нагревают до 135°. Когда в холодильнике появится первая капелька жидкости (при 100—105°), колориметрическую пробирку, в которую был опущен конец холодильника, заменяют мерной колбой на 100 мл, не содержащей воды. Отгонку ведут при температуре около 135±3°.

После того как будет собрано 100 мл дистиллята, мерную колбу заменяют колориметрической пробиркой с делениями на 10 мл. Когда в пробирке-приемнике соберется 10 мл дистиллята, ее заменяют другой такой же пробиркой. Во все последующие приемники собирают по 10 мл отгона.

Продолжают отгонку до тех пор, пока на титрование последней фракции отгона пойдет 0,025 — 0,015 мл 0,001 н. раствора азотнокислого тория (см. «Определение фтора в дистилляте», стр. 66).

Чтобы убедиться в том, что минеральные кислоты — соляная кислота при недостаточном количестве добавленного сернокислого серебра и серная кислота при несоблюдении описанных условий дистилляции — отсутствуют в дистилляте, раствор в мерной колбе объемом 100 мл хорошо перемешивают, переносят каплю на

---

[1] Количество хлоридов в исследуемом растворе определяют общепринятыми методами.

предметное стекло и к ней добавляют каплю метилоранжа. Реакция должна быть нейтральной. В случае кислой реакции подготовку образца к определению фтора повторяют, беря новую порцию вытяжки из пластмассы или другого исследуемого материала.

Определение фтора в дистилляте

10 мл дистиллята из мерной колбы (на 100 мл) переносят в колориметрическую пробирку с делениями на 10 мл, добавляют 0,2 мл раствора ализарина (реактив 1) и по каплям едкий натр (реактив 3) до фиолетово-розового окрашивания.

Обычно на нейтрализацию идет 1 — 2 капли 0,05 н. раствора щелочи.

Далее добавляют 0,5 мл реактива 12 и титруют 0,001 н. раствором азотнокислого тория, сравнивая окраску с контролем, который в колориметрической пробирке такого же диаметра и стекла содержит 10 мл бидистиллята, 0,2 мл раствора ализарина, 1 каплю едкого натра (0,05 н.) и 0,5 мл реактива 12. Цвет контрольного раствора очень слабо-розовый.

Титрование проводят осторожно, добавляя раствор азотнокислого тория из микробюретки с делениями на 0,01 мл до одинаковой окраски испытуемого и контрольного растворов. Сравнение окрасок производят на белом фоне (например, фильтровальной бумаге), рассматривая раствор через весь столб жидкости. Для того чтобы лучше заметить конец титрования, хорошо иметь еще одну пробирку, содержащую 10 мл бидистиллята, 0,2 γ фтора и все необходимые реактивы и к концу титрования пробирки с дистиллятом рассматривать все 3 пробирки.

Все дистилляты, собранные в колориметрические пробирки, титруют так, как указано выше.

Так как реакция между азотнокислым торием и фтором идет не точно по уравнению, то поэтому соотношение между 0,001 н. раствором азотнокислого тория и количеством фтора устанавливают эмпирически, путем титрования различных количеств стандартного раствора фтора азтнокислым торием. Из полученных величин составляют таблицу для вычисления фтора по расходу 0,001 н. раствора азотнокислого тория.

Рекомендуется при составлении таблицы начинать титрование с 0,2 γ фтора с интервалами в 0,2 γ, т. е. брать 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1 γ и т. д., пользуясь при этом микробюреткой с делениями на 0,01 мл. Для каждой концентрации необходимо не менее трех титрований при хорошо сходящихся результатах.

Все применяемые растворы и реактивы должны быть проверены на содержание фтора с помощью контрольного опыта.

Пользуясь составленной таблицей, находят количество фтора для каждой фракции дистиллята. Полученные величины складывают, вычитают количество фтора, содержащееся в реактивах, и пересчитывают на 1 л раствора.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХРОМА

Метод основан на окислении дифенилкарбазида бихроматом с образованием растворимого в условиях метода соединения красно-фиолетового цвета. Строение образующегося соединения неизвестно.

Чувствительность метода 0,15 γ хрома.

Реактивы

1. Серная кислота 1:3 и 1:9.
2. Азотная кислота, уд. в. 1,4.
3. Азотнокислое серебро, 0,6% раствор.
4. Персульфат аммония, 15% свежеприготовленный раствор.
5. Натрий хлористый, 0,2% раствор.
6. Натрий углекислый, 7,5% раствор.
7. Дифенилкарбазид свежеприготовленный: 0,1 г дифенилкарбазида растворяют в 10 мл ледяной уксусной кислоты, к раствору добавляют 90 мл чистого спирта.
8. Двухромовокислый калий, 0,001 н. раствор.

Чистый перекристаллизованный и высушенный при 130° двухромовокислый калий в количестве 0,045 г растворяют в дистиллированной воде в литровой колбе, объем доводят до метки и хорошо перемешивают. 1 мл раствора соответствует 0,015 мг хрома.

Ход определения

50 — 100 мл вытяжки выпаривают в фарфоровой чашке на водяной бане досуха; полученный остаток осторожно озоляют. После охлаждения вводят в чашечку 5 мл раствора серной кислоты (1 : 9), помещают чашечку на кипящую водяную баню и после полного растворения остатка переводят содержимое чашки вместе с промывной водой, которой ополаскивают чашку, в коническую колбу на 100 мл, прибавляют 8—10 капель концентрированной азотной кислоты, после чего кипятят жидкость до появления белых паров серной кислоты. По охлаждении к жидкости осторожно прибавляют 20 мл дистиллированной воды, 2 мл раствора 0,6% азотнокислого серебра и 2 мл раствора 15% персульфата аммония и кипятят до полного разрушения персульфата аммония (около 30 минут).

При этом в присутствии хрома раствор окрашивается в желтый или желтоватый цвет, а в присутствии марганца — в малиновый или слабо малиновый.

Для разрушения марганцовой кислоты к раствору добавляют 4 мл раствора хлористого натрия и кипятят жидкость 5 минут на асбестовой сетке. Если при этом малиновый цвет жидкости не изменится в желтый, добавляют еще 4 мл раствора хлористого натрия и снова кипятят 5 минут.

Далее колбу снимают с асбестовой сетки, добавляют 10 мл холодной дистиллированной воды и тотчас охлаждают под краном или помещают в сосуд со льдом. К охлажденному таким образом раствору осторожно прибавляют приблизительно 8 — 10 мл 7,5% раствора углекислого натрия для осаждения железа, избегая большого избытка углекислого натрия. После этого содержимое колбы переносят в мерную колбу на 50 мл, доводят ее дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. После отстаивания жидкость фильтруют в сухую колбу через сухой складчатый фильтр, отбрасывая первую небольшую часть фильтрата.

20 мл прозрачного раствора переносят в мерную колбу на 25 мл, добавляют 5 мл едкого натра (1 : 10) и дистиллированную воду до метки колбы; хорошо перемешивают и помещают в кипящую водяную баню на 1 час и, если раствор мутный, фильтруют через сухой

фильтр в сухую колбу Эрленмейера. К 2—3 мл прозрачного фильтрата добавляют избыток серной кислоты (1 : 3) и 1 — 2 мл 0,1% раствора дифенилкарбазида.

При наличии хрома раствор окрашивается в красно-фиолетовый цвет.

В случае необходимости проводят количественно определение хрома.

Для количественного определения хрома берут 20 мл фильтрата в мерную колбу емкостью 50 мл, добавляют по каплям серную кислоту (1 : 3) до кислой реакции на лакмус и прибавляют избыток последней — несколько капель. При помутнении жидкости после подкисления раствор фильтруют. К прозрачному раствору добавляют 5 мл раствора дифенилкарбазида, доводят объем в колбе до метки дистиллированной водой и оставляют в покое на несколько (5—10) минут.

В это время готовят стандартный раствор. Для этого в мерную колбу емкостью 50 мл наливают 20 мл дистиллированной воды, 5 мл серной кислоты (1 : 3), 5 мл раствора дифенилкарбазида и добавляют из микробюретки 0,001 н. раствор двухромовокислого калия до получения окраски раствора, близкой к окраске испытуемого раствора. Объем жидкости в колбе доводят дистиллированной водой до метки, хорошо перемешивают и оставляют в покое на 10 минут, после чего производят сравнение окрасок испытуемого и стандартного растворов в цилиндрах Генера. Содержание хрома рассчитывают по следующей формуле:

$$x = \frac{a \times h_1 \times 25 \times 50 \times 1000}{h \times 20 \times 20 \times в},$$

где x — количество хрома в миллиграммах на 1 л вытяжки;

a — количество хрома, взятое для стандартного раствора;

h_1 — высота столба стандартного раствора;

h — высота столба испытуемого раствора;

$в$ — количество миллилитров вытяжки, взятое для анализа.

Для мойки посуды и аппаратуры, используемой при определении хрома, не должна применяться хромовая смесь.

ПРИЛОЖЕНИЕ

ФОРМА ПРОТОКОЛОВ АНАЛИЗА ОБРАЗЦОВ ПОСУДЫ, ТАРЫ И ДРУГИХ МАТЕРИАЛОВ

АНАЛИЗ № . . . .
ОБРАЗЕЦ КАПРОЛОНА

Образец доставлен завернутым в бумагу, перевязанную бечевкой, и представляет собой 4 диска из исследуемого материала диаметром 10,5 см, толщиной 0,8 см и одну деталь из него. Цвет дисков и детали светло-желтый, поверхность — гладкая, запах без особенностей.

После промывки теплой водой с мылом диски были помещены в стеклянные стаканы со следующими модельными растворами:

1) 500 мл 2% раствора уксусной кислоты;
2) 500 мл 3% раствора поваренной соли;
3) 500 мл 1% раствора винной кислоты;
4) 500 мл 2% раствора молочной кислоты.

Стаканы были закрыты стеклянными пластинками и помещены в термостат с температурой 37° на 5 суток. Одновременно с образцом, в качестве контроля, указанные выше модельные растворы выдерживали в термостате при тех же условиях опыта.

После указанной обработки внешний вид дисков остался без видимых изменений. Все четыре раствора остались прозрачными и бесцветными. Запах и вкус растворов без особенностей (по сравнению с контролем).

При химическом исследовании модельных растворов (вытяжек) были получены следующие результаты:

1) свинец, медь и цинк не обнаружены во всех вытяжках;
2) реакция на мышьяк цинкокислотным методом отрицательная во всех вытяжках;
3) реакция на капролактам, основанная на взаимодействии капролактама с тетрайодвисмутитом калия ($KBiJ_4$), положительная во всех четырех растворах (образовался обильный осадок в виде темно-красных кристаллов гексагональной системы).

Анализ производил (подпись)

Заключение. Исследованный образец капролона признается неудовлетворительным вследствие перехода в модельные растворы (вытяжки) капролактама.

Руководитель лаборатории (подпись)

АНАЛИЗ № 72-73
ПОСУДЫ ИЗ ПОЛИЭТИЛЕНА ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ

Образцы доставлены в картонном ящике, завернутыми в бумагу. На крышке ящика имеется фабричная этикетка с надписью: «Дорожный набор полиэтиленовый».

Образцы предствляют собой 2 миски и 2 кружки из полиэтилена. Миски белого цвета, емкостью 0,5 л. Наружная и внутренняя поверхности мисок гладкие, матовые. На дне наружной поверхности мисок имеется штамп: «Мособлпромсовет-БХ». Миски имеют неприятный, посторонний запах.

Миски промывали теплой водой с мылом, а затем дистиллированной водой и наполняли холодной и горячей водопроводной водой. После двухчасовой экспозиции холодная и горячая вода приобрели неприятный посторонний запах и вкус.

Кружки с ручками белого цвета, емкостью 0,25 л. Наружная поверхность кружек гладкая, матовая. На дне наружной поверхности кружки имеется штамп: «Мособлпромсовет-БХ». Кружки имеют резкий, неприятный запах. После промывки теплой водой с мылом и дистиллированной водой кружки наполняли холодной и горячей водопроводной водой. После двухчасовой экспозиции запах и вкус холодной и горячей воды (вытяжек) резко неприятный.

Анализ производил (подпись)

Заключение. Исследованные образцы посуды из полиэтилена высокого давления (2 миски и 2 кружки) признаются неудовлетворительными вследствие наличия неприятного постороннего запаха в обоих образцах полиэтиленовой посуды и неприятного запаха и вкуса в полученных из них водных вытяжках.

Руководитель лаборатории (подпись)

АНАЛИЗ № ....
КОЛБАСНОЙ ОБОЛОЧКИ ИЗ ЦЕЛЛОФАНА, СКЛЕЕННОЙ СИНТЕТИЧЕСКИМ КЛЕЕМ

Образец доставлен завернутым в бумагу в неопечатанном виде. Образец представляет собой колбасную оболочку из целлофана, склеенную вновь предлагаемым синтетическим клеем, изготовленным на основе поливинилового спирта и формальдегида.

Оболочка прозрачная, бесцветная, без запаха. После предварительной промывки теплой водопроводной водой, затем дистиллированной водой образец подвергался следующей обработке: одну целлофановую оболочку, склеенную предлагаемым клеем, помещали в стакан с 500 мл кипящей дистиллированной воды, вторую оболочку помещали в стакан с 500 мл кипящей 0,3% молочной кислоты, содержащей 4% хлористого натрия. Температура в этих растворах в течение 2 часов поддерживалась на уровне 85—90°.

Полученные вытяжки (растворы) остались прозрачными и бесцветными; запах вытяжек по сравнению с контрольными растворами без особенностей.

Данные химического исследования:

1) бромирующихся веществ не обнаружено;

2) реакция на формальдегид по Шиффу отрицательная в обеих вытяжках.

Анализ производил (подпись)

Заключение. Исследованный образец целлофановой оболочки для колбас, склеенной вновь предлагаемым клеем, вследствие отсутствия постороннего запаха в склеенной оболочке, а также отсутствия постороннего запаха и вкуса в модельных растворах (вытяжках) и отсутствия отдачи в последние бромирующихся веществ и формалина в условиях опыта признается удовлетворительным с санитарно-гигиенической точки зрения.

Руководитель лаборатории (подпись)

АНАЛИЗ № . . . .
АЛЮМИНИЕВОЙ ФОЛЬГИ (2 ОБРАЗЦА)

Образцы доставлены в бумажных пакетах в неопечатанном виде. Образцы представляют собой пластинки алюминиевой фольги размером 10×12 см, покрытые лаком ХС-59 с внутренней стороны, в количестве 10 штук и пластинки размером 10×12 см алюминиевой фольги, покрытые лаком ХС-59 с внутренней стороны и лаком ЭЦ-512 с красителем (красного цвета) с наружной стороны, в количестве 10 штук.

Алюминиевая фольга покрыта лаком ЭЦ-512 с красителем неравномерно. После предварительной промывки теплой водопроводной водой, а затем дистиллированной водой образец фольги, покрытый лаком ХС-59, подвергался следующей обработке: три пластинки были залиты 500 мл дистиллированной воды, предварительно нагретой до 80°. Другие три пластинки были залиты 500 мл 3% молочной кислоты, содержащей 4% хлористого натрия и предварительно нагретой до 80°. Пластинки выдерживались в указанных растворах в течение 48 часов при комнатной температуре.

Полученные вытяжки остались прозрачными и бесцветными. Запах и вкус вытяжек без особенностей по сравнению с контрольными растворами.

Поверхность пластинок без видимых изменений.

В полученных вытяжках проводилось определение винилацетата. Реакция на винилацетат отрицательная.

При протирании алюминиевой фольги, покрытой лаком ЭЦ-512, в течение $^1/_2$ минуты сухим ватным тампоном, ватным тампоном, смоченным водой, и ватным тампоном, смоченным маслом, наблюдалось интенсивное окрашивание ватного тампона.

Анализ производил (подпись)

Заключение. 1. Исследованный образец фольги, покрытый лаком ХС-59, признается удовлетворительным вследствие отсутствия отдачи винилацетата в модельные среды и достаточной адгезии в условиях опыта.

2. Исследованные образцы алюминиевой фольги, покрытой лаком ХС-59 с внутренней стороны и лаком ЭЦ-512 с красителем красного цвета с наружной стороны, с санитарно-гигиенической точки зрения не могут быть использованы по назначению вследствие легкой отдачи красителя.

Руководитель лаборатории (подпись)

Перечень пластмасс, лаков, эмалей и других веществ, разрешенных Государственной санитарной инспекцией СССР и РСФСР для применения их при изготовлении посуды, тары, оборудования пищевых предприятий и упаковки пищевых продуктов за время с 1950 по 1961 г. включительно

Наименование	Для каких целей	Характеристика и рецептура	Дата разрешения
Бакелитовое покрытие	Для покрытия деревянных крышек для пирожных, укладываемых на металлические донышки	Состав: бакелитовый лак марки А, Б, В (ГОСТ 901-56), спирт этиловый (ректификат) и соляная кислота	16/I 1954 г. № 113-17/20
Битумная масса	Для покрытия внутренней поверхности бродильно-лагерных емкостей в пивоваренной промышленности	Состав: битум, парафин, церезин, воск пчелиный, канифоль	29/V 1959 г. № 123-10/19
Битум № 3, 4, 5	Для пропитывания крафт-мешков для пищевых продуктов при условии, если будет соответствующая прослойка (пергамент, целлофан и др.), отделяющая пищевой продукт от битумной бумаги		17/II 1958 г. № 123-2/57
Битумная смесь	Для покрытия бродильно-лагерных емкостей в пивоваренной промышленности	Состав: битум (ТУ-290-53), парафин (с температурой плавления 52°), церезин (марки 67), канифоль, воск пчелиный	29/IV 1959 г. № 08с/Б-9-742
Винилпласт марки А	1. Для машин, применяемых в пищевой промышленности		6/II 1952 г. № 113-17/34
	2. Для ящиков как внутрицеховой тары под ястыки кетовой икры		15/VII 1958 г. № 123-10/55
Винилпласт (в виде куска)	Для машин, применяемых в пищевой промышленности		21/VII 1953 г. № 113-17/266
Винилпласт	Для изготовления бачков для хранения питьевой воды		7/IX 1959 г. № 08с/Б-9-1713
Вискозная оболочка искусственная	В качестве оболочки для вареных колбас		18/II 1958 г. № 123-14/22
Грунт № 83	Для грунтовки трюмов судов, перевозящих зерно насыпью. После грунтовки трюм покрывается двумя слоями масляной краски, не содержащей пигмента	Свинцовый сурик, железный сурик, натуральная олифа	2/IV 1959 г. № 123-10/25
Грунт ХС-04 и лак ВХЛ-4000 (ХС-74)	Для покрытия внутренних поверхностей баков для сиропов в автоматах по продаже газированной воды	Основа грунта: сополимер хлористого винила с винилиденхлоридом	23/XII 1959 г. № 08с/Б-9-2411
Дихлорэтан	Для склеивания ящиков из органического стекла		15/VII 1958 г. № 123-10/55
Капрон	1. Для шестерен в кремосбивалках модели СК-1		19/V 1959 г. № 123-10/41 разрешено при условии, что шестерни из капрона не будут непосредственно контактировать с кремом в процессе его изготовления
	2. Для деталей молокопроводов		12/III 1960 г. № 123-10/38
Карбоксиметилцеллюлоза (3% водный раствор)	Для склеивания бумажной пищевой тары на автоматах (стаканчики для мороженого, фруктовых вод и пр.)		25/XI 1961 г. № 08с/Б-7-2471
Картонные капсулы с наложением сверху алюминиевого колпачка	Для укупорки бутылок московской особой водки		11/VII 1960 г. № 123-10/32

Продолжение

Наименование	Для каких целей	Характеристика и рецептура	Дата разрешения
Картонные парафинированные коробки без полной завертки массы в пергамент или целлофан	Для расфасовки творожной массы		23/III 1957 г. № 123-11/25
Клей	Для склеивания фольги с подпергаментом	Крахмал, едкий натр, салициловая кислота, вода	2/X 1954 г. № 113-17/542
»	Для укупорочных композиционных пресспятачков	Пробковая крупка, раствор костного клея, глицерин, уротропин (ГОСТ 2067-41)	17/II 1960 г. № 123-10/17
Клей альбумино-казеиновый	Для покрытия и склеивания фанеры для изготовления бочек, предназначенных в виде тары под пищевые продукты (сухие, соленые и влажные, имеющие нейтральную или слабо кислую реакцию)	Обесфеноленная феноло-формальдегидная смола, казеиновый клей	28/VII 1953 г. № 113-17/173
Клей БФ-2	1. Для покрытия аппаратуры в винодельческой промышленности		28/II 1951 г. № 113-17/35
	2. Для уплотнения закатного шва алюминиевой посуды		17/IX 1960 г. № 123-10/154
Клей казеиновый ОБ	Для покрытия и склеивания фанеры для изготовления бочек, предназначенных в виде тары под пищевые продукты	Состав: казеин, гашеная известь, сода, медный купорос, керосин	5/XI 1952 г. № 113-17/493
Клей казеино-формалиновый	Для изготовления тары под сухие продукты		12/X 1955 г. № 123-10/436
Клей карбоксиметилцеллюлозный	Для склеивания целлофановой колбасной оболочки		21/XII 1961 г. № 08с/Б-7-2625
Краситель желто-зеленый	Для окраски алюминиевой фольги, предназначенной для упаковки кондитерских изделий		17/X 1957 г. № 123-8/90
Краситель М-8 спирторастворимый	Для окраски алюминиевой фольги, предназначенной для упаковки кондитерских изделий		17/X 1957 г. № 123-8/90
Краситель оранжевый 4-ж спирторастворимый	Для окраски фольги, предназначенной для упаковки кондитерских изделий	$C_{32}H_{27}O_8N_{10}S_2CO$	4/VII 1958 г. № 123-10/47
Краситель рубиновый спирторастворимый	Для окраски алюминиевой фольги		5/VI 1957 г. № 123-8/56
Кремнеорганическая жидкость ГКЖ-94	Для обработки тесторазделочной линии в хлебопекарной промышленности		10/III 1960 г. № 123-10/31
Кремнеорганические соединения	Для смазки хлебных форм		15/II 1957 г. № 123-8/15
Ксилиталь 0-15	При изготовлении целлофана, используемого в пищевой промышленности	Поверхностно активное вещество	30/VIII 1960 г. № 123-10/133, разрешено при наличии ВТУ на ксилиталь 0-15, предназначенный для изготовления целлофана, используемого в пищевой промышленности

Продолжение

Наименование	Для каких целей	Характеристика и рецептура	Дата разрешения
Лавсан (фильтрующая ткань)	Для фильтрования молока		18/IV 1961 г. № 08с/Б-7-632
Лавсан (полиэфирная) ткань)	Для отжима сыворотки в производстве творога		19/VII 1961 г. № 08с/Б-7-1453
Лак антикоррозийный А	Для покрытия алюминиевой фольги, применяемой для обертки плавленых сыров	Состав: коллоксилин марки ПСВ, канифоль, дибутилфталат, этилцеллюлоза, этиловый спирт (ректификат), этилацетат, ацетон, шеллак	8/III 1954 г. № 113-17/107
Лак асфальтовый № 176	Для лакировки наружной стороны консервных банок		17/VI 1960 г. № 123-10/99
Лак бакелитовый марки А, Б, В	Для покрытия внутренних поверхностей емкостей, предназначенных для хранения пищевых продуктов	ГОСТ 901-56	19/III 1952 г. № 113-17/66
Лак БФ-2	1. Для покрытия рафинадных форм	Смесь клея БФ-2 со спиртом	3/III 1954 г. № 113-17/122
	2. Для лотков, применяемых в кондитерской промышленности		30/I 1954 г. № 113-17/57
	3. Для покрытия внутренней поверхности цистерн, изготовленных из листового материала СТ-3		31/X 1961 г. № 08с/Б-7-2283
Лак БФ-4	1. Для покрытия внутренней поверхности туб, идущих для упаковки горчицы		31/VIII 1953 г. № 113-17/198
	2. Для покрытия рабочих поверхностей аппаратуры и оборудования (фильтры и насосы) винодельческой промышленности		31/VIII 1953 г. № 113-17/198
Лак марки МБ-46	Для покрытия ванночек и решеток для домашних холодильников	Основа лака: мочевино-формальдегидные смолы, модифицированные алкидными смолами, растворитель бутанол	10/XI 1950 г. № 113-17/9
Лак ВХЛ-4000 (ХС-74) и грунт ХС-04	Для покрытия винодельческого оборудования	На основе сополимера хлористого винила с винилиденхлоридом	22/IV 1954 г. № 113-17/229
То же	Для окраски внутренней поверхности хлеборазвозочных кузовов	На основе сополимера хлористого винила с винилиденхлоридом	16/IV 1956 г. № 123-10/94
То же	Для покрытия внутренних поверхностей баков для сиропов в автоматах по продаже газированной воды	То же	23/XII 1959 г. № 08с/Б-9-241
Лак нитроцеллюлозный КП-80	Для лакировки наружной поверхности консервных банок		17/VI 1960 г. № 123-10/99
Лак нитроцеллюлознокарбинольный НЦ-512	Для лакировки наружной поверхности консервных банок		17/VI 1960 г. № 123-10/99
Лак пентофталевый № 170 (ТУ 1308-45) с добавлением алюминиевой пудры (ГОСТ 5494-50), краски АЛ-177 (ГОСТ 5631-51), эмали жаростойкой АЛ-70 (ТУ № 1822-48)	1. Для покрытия внутренних поверхностей пекарных печей	Лак пентофталевый № 170 представляет раствор в органических растворителях синтетической пентофталевой смолы, модифицированной растительными маслами с добавлением сиккатива и алюминиевой пудры, краски АЛ-177 (суспензия алюминиевой пудры в битумном лаке № 177), эмали жаростойкой (смесь специального лака и алюминиевой пудры)	3/V 1953 г. № 113-17/270
	2. Для покрытия внутренней поверхности хлебного автофургона		17/V 1954 г. № 113-17/270

Продолжение

Наименование	Для каких целей	Характеристика и рецептура	Дата разрешения
Лак полиамидный и пленка № 548 (ТУ № М-319-53)	Для изготовления тары под сливочное и топленое масло		23/VII 1954 г. № 113-17/222
Лак поливинилбутиралевый	1. Для покрытия внутренней поверхности бочек, предназначенных для хранения джема, варенья, повидла и томат-пасты		12/XII 1957 г. № 123-8/105
	2. Для изготовления мешков, предназначенных для хранения муки и других пищевых продуктов	Для мешков применяются следующие материалы: 1) тарная хлопчатобумажная ткань артикул 76; 2) крепированная бумага — основа сульфитная, проклейка канифолевым клеем; 3) проклейка—бензиновый раствор полиизобутилена П-200	9/IX 1959 г. № 123-10/64
Лак 50 ал	Для покрытия консервных банок	Лак 50 ал—раствор в смеси скипидара с уайтспиритом бутилфенолформальдегидной смолы 101 и полимеризованной смеси масел древесного и уплотненного льняного с кобальтово-марганцовым сиккативом	29/I 1954 г. № 113-17/34
Лак 50	Для покрытия консервных банок		5/III 1957 г. № 123-8/32
Лак 18382-а	Для использования в консервной промышленности для лакирования внутренней поверхности тары		27/VII 1961 г. № 08с/Б-7/1457
Лак шовный	Для покрытия консервных банок		5/III 1957 г. № 123-8/32
Лак ФГ-9 кремнеорганический	Для покрытия деталей, непосредственно соприкасающихся с пищевыми продуктами	Основа лака: кремнеорганические смолы, модифицированные алкидными смолами	3/VII 1952 г. № 113-17/178
Лак ФЛ № 71	Для покрытия консервных банок		5/III 1957 г. № 123-8/32
Лак ЯК-1	Для покрытия внутренней поверхности молочных фляг взамен олова	Состав: янтарь плавленый, полуфабрикат (ТУ 12-23, 79), полуфабрикат (ТУ-18-23-79), уплотненное тунговое масло, скипидар, сиккатив № 7640 и 64-б, 64-П	8/V 1953 г. № 113-17/165
Лак № 41 Т/В-1 и лак 41-Т	1. Для покрытия посуды, белой жести под консервную тару 2. Для покрытия с наружной стороны металлической кроненпробки, применяемой для укупорки спецналива минеральных вод	Лак 41-Т/В-1 представляет собой раствор, состоящий из смолы копала КГ-1 и смеси масел: древесного (тунгового) и льняного в скипидаре с добавлением сиккатива резината кобальта	9/XII 1952 г. № 113-17/536 ВТУ на лак согласованы
Лак 41-Т/I	Для покрытия тарелок барабана на молочных сепараторах	То же	8/VI 1951 г. № 113-17/205
Лак № 71 покровный (71-П)	Для лакирования грунтовой черной жести	Раствор ксиленоло-фенолоформальдегидной смолы «КФ» с добавлением бензилцеллюлозы в смеси органических растворителей	11/I 1954 г. ВТУ на лак согласованы

Продолжение

Наименование	Для каких целей	Характеристика и рецептура	Дата разрешения
Лак № 71 грунтовый (71 гр.)	Для грунтовки черной консервной жести горячего и холодного проката	Раствор ксиленоло-фенолоформальдегидной смолы (КФ) с добавкой глифталевой смолы № 135 в органических растворителях	11/I 1954 г. ВТУ на лак согласованы
Лак ХС-74 (ВХЛ-4000)	1. Для покрытия винодельческого оборудования	На основе смолы СВХ (продукта сополимеризации хлорвинила с винилиденхлоридом)	22/IV 1954 г. № 113-17/229
	2. Для окраски внутренней поверхности хлеборазвозочных кузовов		16/IV 1956 г. № 123-10/94
Лакокрасочное покрытие	Для внутренней поверхности хлеборазвозочных кузовов	Вариант I Грунт ВХГМ—2 слоя Эмаль ВХЭ-4001—2 слоя Лак ВХЛ-4000—2 слоя Вариант II Грунт 138—1 слой Эмаль ВХЭ-4001—2 слоя Лак ВХЛ-4000—3 слоя Вариант III Грунт 138—1 слой Эмаль ПФ-560—3 слоя Вариант IV Лак 4 с алюминиевой пудрой—2 слоя	16/IV 1956 г. № 123-10/94
		Вариант V Лак 321 с алюминиевой пудрой—2 слоя	
«Меладур» прессматериал	Для производства посуды пищевого назначения	Состав: меламин, формальдегид, клетчатка бука, двуокись титана	27/VII 1960 г. № 123-10/108
«Мелалит» прессматериал	Для производства посуды пищевого назначения		21/II 1957 г. № 123-8/44
Мешки сетчатые, пропитанные противогнилостными водостойкими составами	Для затаривания картофеля и других овощей на время транспортировки	Состав: а) латекс найрит Л-3; б) латексы: найрит Л-3+СКС-30; в) латекс СКС-30; г) сплав: парафин+канифоль+петролатум+антисептик нафтенат меди	2/VI 1960 г. № 08с/Б-7-965
То же	Для хранения картофеля	а) сплав ПКП+нафтенат меди; б) латекс найрит Л-3 в) латекс найрит Л-3+СКС-30; г) латекс СКС-30	15/VII 1960 г. № 08с/Б-7-1283
Паста водноаммиачная вулканизирующаяся	Для уплотнения поперечных швов консервных банок	Состав: латекс СКС-30, канифоль, каолин, казеин, аммиак, вазелиновое масло, битум, сера, ускоритель К-45, окись магния и краситель (фуксин, амарант, сажа)	21/III 1956 г. № 123-10/93

Продолжение

Наименование	Для каких целей	Характеристика и рецептура	Дата разрешения
Паста вулканизирующаяся	В качестве уплотняющей массы для крышек консервных банок	Латекс СКС 30-П, канифольно-аммиачное мыло, казеинат аммония, окись цинка, каолин, вазелиновое масло, сера, тиурам	31/X 1958 г. № 123-10/98
Петролатум	Для сушки древесины, предназначенной для изготовления тары под мясо-молочные продукты	ГОСТ 4096-54	4/X 1957 г. № 123-8/86 разрешено при условии, если внутренняя поверхность бочек будет покрываться безвредным составом (силикатом натрия и др.)
Пластмасса «Декоррозит»	Для изготовления лопаток насоса для перекачки воды автомата «АТ-26» для продажи газированной воды	Состав: фенольноксиленольная смола, совмещенная с поливинилхлоридом, меламин, уротропин, каменноугольный кокс	28/IV 1958 г. № 123-10/29
Пленка БФ-2	Для покрытия рабочих поверхностей аппаратуры и оборудования в винодельческой промышленности		17/IV 1952 г. № 113-17/95
Полиамидная пленка «ПК-4» (Перфоль ПК-4)	Для упаковки хлеба третьим (наружным) слоем	Пленка представляет собой продукт полимеризации Е-капролактама	11/XI 1958 г. № 123-10/103
Полиамидная пленка «ПК-4» (в неотмытом виде)	Для упаковки хлеба третьим (наружным) слоем после пергамента и влагостойкой бумаги	Пленка представляет собой продукт полимеризации Е-капролактама	22/IV 1959 г. № 123-10/38
Полиамид-68	В качестве материала для доильных аппаратов		5/VI 1961 г. № 08с/Б-7-964
Полиацетатная пленка	Для покрытия зеркальной поверхности пробки для бутылок шампанских вин		12/I 1951 г. № 113-12/213
Поливинилацетат, водная эмульсия	Для склеивания папирос		13/II 1958 г. № 123-11/12
То же	Для склеивания пакетов при условии: а) затаривание в пакеты сухих продуктов с содержанием влажности не более 15% б) склеивание должно проводиться таким образом, чтобы эмульсия по возможности не соприкасалась с пищевым продуктом		24/XI 1961 г. № 08с/Б-7-2423
Полиизобутилен	Для продовольственных машин		6/II 1952 г. № 113-17/34
Полипропилен отечественный	Для расфасовки пищевых продуктов	Получается полимеризацией пропилена с применением каталитической системы из триэтилалюминия и треххлористого титана	20/IV 1960 г. № 123-100/13
Полипропилен партии № 60-62	Для изготовления деталей молочного оборудования, имеющих контакт с молоком при температуре не выше 60°		18/XI 1961 г. № 08с/Б-7-2385

Продолжение

Наименование	Для каких целей	Характеристика и рецептура	Дата разрешения
Полихлорвиниловая упаковочная пленка В-118	В качестве вкладыша в сухотарные бочки для рыбы	Полихлорвиниловая смола (ПБ), дибутилфталат, стеарат кальция	11/III 1958 г. № 123-10/16
Полиэтилен	Для покрытия деталей продовольственных машин	Получается полимеризацией этилена при сверхвысоком давлении	5/XI 1952 г. № 113-17/35
Полиэтилен высокого давления	Для предохранения пищевых продуктов от усушки (хлеба, плодов и др.). Тара из этого материала может быть применена только для нежирных мясных и рыбных продуктов. Для упаковки жирных продуктов (молочных и др.) такая тара малопригодна, так как недостаточно предохраняет их от порчи и окисления. Тара из этого материала может быть применена для фруктовых соков и воды		20/IV 1960 г. № 123-10/13
Полиэтилен высокого давления	Для посуды		21/III 1960 г. № 08с/Б-19-438
Полиэтилен высокого давления неокрашенный	Для пробок для укупорки бутылок с ординарными коньяками		26/IV 1961 г. № 08с/Б-7-710
Полиэтилен высокого давления марки «Супротен»	Для упаковки хлеба длительного хранения вторым слоем после фильтровальной бумаги		28/VII 1960 г. № 123-10/22
Полиэтиленовая (высокого давления) пленка	Для упаковки сухого молока в трехслойные крафт-мешки с внутренним вкладышем из полиэтилена	Пленка должна быть выработана из нестабилизированного полиэтилена высокого давления толщиной не менее 50 микрон. Трехслойные бумажные мешки вместимостью до 30 кг должны соответствовать требованиям ГОСТ 2227-51 «Мешки бумажные непропитанные»	24/II 1960 г. № 123-10/9
Полиэтиленовая пленка	Для обертки плавленых сыров		31/III 1954 г. № 123-17/106
То же	В качестве вкладыша в бочки для затаривания тузлучных рыбопродуктов		12/VIII 1959 г. № 08с/Б-9-1528
Резиновые кольца	Для молочных бидонов	СКБ РЩ, сера, тиурам, стеарат цинка, сажа термическая, сажа ламповая, мел, стеарин, масло вазелиновое, петролатум	4/XI 1958 г. № 123-10/64
То же	Для укупорки стеклотары	Состав: СКБ РЩ-25-30, сера, тиурам, окись цинка, сажа форсуночная, сажа ламповая, парафин, льняное масло	16/XII 1960 г. № 08с/Б-7-2185
Резиновые смеси (по рецептурам № 1022 и 1023)	Для изготовления прокладок к молочным пастеризаторам	Состав: НК смокед-шитс, СКБ-35 РЩ, сера, тиурам, стеарат цинка, окись магния, сажа ламповая, тальк, масло вазелиновое, стеариновая кислота, парафин	6/IV 1959 г. № 123-10/31

Продолжение

Наименование	Для каких целей	Характеристика и рецептура	Дата разрешения
Резиновая смесь по рецептуре ПЛ-17	Для изготовления деталей доильных аппаратов		6/IV 1959 г. № 123-10/17
Резиновая смесь по рецептурам № 56—59	Для изготовления деталей к доильным машинам	Состав: натуральный каучук, серный цвет, дифенилгуанидин, мел, вазелиновое масло, сажа ламповая, сажа газовая, стеарин, окись цинка	10/X 1960 г. № 123-10/152
Резиновая смесь по рецептуре № 29165	То же	Натуральный каучук, серный цвет, дифинилгуанидин, мел, вазелиновое масло	10/X 1960 г. № 123-10/152
Резиновая смесь по рецептуре № 1024	Для прокладок к молочным пастеризаторам	СКБ-30 РШ (пищевой), сера, тиурам, магнезия жженая, стеарат цинка, сажа ламповая, парафин, стеарин, масло вазелиновое	8/II 1960 г. № 123-10/14
Резина непищевая	В качестве прокладки к холодильникам для создания герметичности		13/IV 1961 г. № 08с/Б-7-614 разрешено при условии, если резина не будет иметь контакта с пищевыми продуктами и запаха, передающегося им
Резина В-14 МХПТУ 1166-58	Деталь (БС-5-прокладка) к автосифону типа А		8/VI 1961 г. № 08с/Б-7-989
Резина рецепта КР-339	Для деталей 42-05-патрубка переменного вакуума к доильным аппаратам, так как эта деталь в процессе эксплуатации не входит в контакт с молоком		27/VI 1961 г. № 08с/Б-7-1130
Резина марки КР-339	Для изготовления деталей к доильным машинам, соприкасающихся с молоком	Состав: смокед-шитс, сера, пятисернистая сурьма, магнезия жженая, мел, каолин, фактис темный	18/IX 1961 г. № 08с/Б-7-1943
Резина марки Я-339	То же	Состав: смокед-шитс, сера, дифенилгуанидин, пятисернистая сурьма, магнезия жженая, мел, каолин, масло вазелиновое, канифоль, фактис темный	18/IX 1961 г. № 08с/Б-7-1943
Резина марки Л-1688-2	» »	СКБ пищевой, сера, дифенилгуанидин, магнезия жженая, сажа ламповая, мел, масло вазелиновое, канифоль, фактис темный, парафин	18/IX 1961 г. № 08с/Б-7-1943
Резина марки Я-1688	» »	Состав: СКБ пищевой, сера, дифенилгуанидин, олеиновая кислота, сажа ламповая, мел, масло вазелиновое, канифоль, парафин	18/IX 1961 г. № 08с/Б-7-1943

Продолжение

Наименование	Для каких целей	Характеристика и рецептура	Дата разрешения
Резина 7439	Для изготовления деталей к доильным машинам, соприкасающихся с молоком	Состав: СКБ пищевой, дифенилгуанидин, пятисернистая сурьма, магнезия жженая, каолин, литопон, канифоль, фактис темный, парафин, вазелин технический	18/IX 1961 г. № 08с/Б-7-1943
Резина марки ИР-22 (ПМ-57)	Для молочного оборудования (прокладки пастеризаторов)	Состав: смокед-шитс, сера, тиурам, окись цинка, сажа газовая, сажа ламповая, стеариновая кислота, парафин, вазелиновое масло, бензойная кислота	16/XII 1960 г. № 08с/Б-7-2449
Резина рецепта ИР-23 (ПЛ-124)	Для изготовления деталей доильных аппаратов	Состав: бутил-каучук, сера, вулкацит Р экстра, тиурам, цинковые белила, стеарин, вазелиновое масло, сажа печная	11/III 1961 г. № 08с/Б-7-430 разрешено при условии, что бутилкаучук, входящий в состав, будет изготовлен без заправки неозоном-Д
Резина рецепта ИР-23а	Для изготовления деталей к доильным машинам (доильный чулок и молочная трубка)	Состав: бутилкаучук, сера, вулкацит экстра Н, тиурам, белила цинковые, стеарин, масло вазелиновое, смола печная	17/X 1961 г. № 08с/Б-7-2187
Резина рецепта 28-167-2	Для изготовления трубок и шланга переменного вакуума, так как эти детали не вступают в соприкосновение с молоком в процессе эксплуатации доильного аппарата	Состав· смокед-шитс, серный цвет, дифенилгуанидин, мел, вазелиновое масло, сажа ламповая, стеарин, цинковые белила	17/X 1961 г. № 08С/Б-7-2188
Резина рецепта КР-235-а	Для резиновых камер прессов ГППД-I, применяемых для отжима сока из винограда	Состав: светлый креп, дифенилгуанидин, сажа ламповая, сажа газовая, сера	21/VI 1961 г. № 08с/Б-7-1085
Резина рецепта 279-В	Для изготовления оборудования в пивоваренной промышленности	Состав: смокед-шитс, вулкацит Р экстра, тиурам, белила цинковые, стеариновая кислота, сажа газовая, вазелиновое масло, сера	6/VII 1961 г. № 08с/Б-7-1175
Резина рецепта 279-И	Для оборудования винодельческой промышленности	Состав: натуральный каучук, тиурам, стеариновая кислота, белила цинковые, газовая сажа, печная сажа, вазелиновое масло, сера	18/IX 1961 г. № 08с/Б-7-1942
Смола ионообменная «СДВ-3»	В винодельческой промышленности при стабилизации вин против коллоидных и кристаллических помутнений		20/XI 1960 г. № 08с/Б-7-2183
Смола марки «СП-3»	Для изготовления фанерных бочек, обработанных смолой марки «СП-3»	Состав: фенол-формалин, едкий натр, аммиак, желатина или декстрин, хлористый натрий, уксусная кислота, спирт	2/X 1951 г. № 113-17/361
Смола «ММФ»	Для склеивания дубовых дощечек, предназначенных для изготовления клепок для бочек под вино		29/III 1959 г. № 123-10/59

Продолжение

Наименование	Для каких целей	Характеристика и рецептура	Дата разрешения
Смола обесфеноленная фенолоформальдегидная	Для покрытия и склеивания фанеры, идущей на изготовление бочек, предназначенных под пищевые продукты	Состав: фенол, формалин, едкий натр, вода	28/VII 1953 г. № 113-17/173
Смолы полиамидные (поликапролактам, капрон, анид и смешанные полиамиды)	В пищевой промышленности		20/IV 1960 г. № 123-10/63
Смола полихлорвиниловая, пластифицированная бутилфталилбутилгликолятом	Для трубок торговых автоматов. Разрешены только для кратковременного пропускания жидких пищевых продуктов и напитков		3/X 1958 г. № 123-10/65
Смола «Резит»	Для изготовления мундштуков	Фенол-формальдегидная смола	19/II 1959 г. № 123-10/17
Спирт гидролизный и сульфитный	Для растворения лаков и красителей, предназначенных для лакировки алюминиевой фольги, используемой для завертки и упаковки пищевых продуктов (кондитерских изделий, плавленых сыров)		18/IX 1958 г. № 123-10/79 разрешен при условии соответствия указанных спиртов требованиям действующих ГОСТов и ТУ
Стекло жидкое	Для силикатирования бочек, предназначенных для хранения топленого масла	Силикат натрия	30/I 1952 г. № 113-17/65
Стекло органическое	Для ящиков как внутрицеховой тары под ястыки кетовой икры		15/VII 1958 г. № 123-10/55
Стекло органическое (плексиглас) сорт «ПА»	Для изготовления молокопроводов на молокозаводах и деталей, соприкасающихся с молоком	Метиловый эфир метакриловой кислоты, дибутилфталат, перекись бензоила	17/IV 1961 г. № 123-7/34
Сурик свинцовый на олифе	Для покрытия ребристых охлаждающих частей холодильников		18/II 1954 г. № 113-17/59
Сурик железный на олифе	Для покрытия цистерн и водонапорных баков		30/III 1954 г. № 113-17/125
Ткань из стеклянного волокна на эпоксидной смоле марки ЭД-6 по ВТУ МХП № М 646-55	В качестве покрытия в трюмах рыболовецких судов		23/IX 1960 г. № 08с/Б-16-1980
Фторопласт	Для транспортеров в хлебопекарной промышленности		17/I 1957 г. № 123-8/12
Фторопласт-4	Для обработки тесторазделочных линий в хлебопекарной промышленности		10/III 1960 г. № 123-10/31
Фторопласт-4-Д	Для покрытия алюминиевых хлебных форм		7/X 1960 г. № 123-10/142
Целлофан «алкатен» (пленка)	Для упаковки мясных продуктов	Комбинированная пленка «целлофан-полиэтилен» представляет собой целлофан, покрытый с одной стороны пленкой нестабилизированного полиэтилена (алкатена)	14/IV 1961 г. № 123-7/32

Продолжение

Наименование	Для каких целей	Характеристика и рецептура	Дата разрешения
Целлофан лакированный	Для упаковки пищевых продуктов, содержащих влаги не более 15% (сахар, крупа, чай, мука, макароны, сухари, сухое печенье и т. п.). Продукты гигроскопические, а также содержащие значительный процент влаги не могут храниться в лакированном целлофане, так как при соприкосновении с лаком последний слущивается	Состав лака: нитроклетчатка, дибутилфталат, бутиловый эфир метакриловой кислоты, дициклогексилфталат, поливинилацетат, парафин, воск-шлимман, аэросил, алюминий стеарат, канифольномалеиновая смола, толуол, этилацетат, бутилацетат	29/X 1959 г. № 123-10/17
Целлофан лакированный	1. В качестве внутренней упаковки сухих молочных продуктов		Разрешено Главной государственной санитарной инспекцией до 1/I 1962 г.
	2. В качестве упаковочного материала для конфет и кондитерских изделий	Состав лака: сополимер винилиденхлорида с акрилнитрилом, адгезионная добавка в виде эпоксидной смолы и растворители: ацетон и циклогексан	11/VII 1960 г. № 123-10/66
Эмаль белковоустойчивая	Для лакировки внутренней поверхности консервной тары	Состав: суспензия цинковых белил в масляных лаках № 41, 41-т и 50 с добавлением или без добавления сиккатива	Технические условия на эмаль согласованы 24/X 1951 г.
Эмаль КР-1 белковоустойчивая	Для лакировки консервной тары под расфасовку крабовых консервов	То же с добавлением резината марганца	Технические условия на эмаль согласованы 24/X 1951 г.
Эмалевая пленка КР-1	Для покрытия тары, предназначенной для хранения и транспортировки в ней топленого масла	Масло тунговое, смола 101, уайт-спирит, резинат марганца, скипидар	8/IV 1954 г. № 113-17/III
Эмаль глифталевая алюминиевая А-170	Для покрытия винодельческого оборудования	Состав: глифталевый лак и алюминиевая пудра	3/VII 1954 г. № 113-17/380
Эмаль марки АК-71 по грунту марки АК-01	Для окраски внутренней поверхности вагонов рефрижераторов для перевозки пищевых продуктов и внутренней поверхности водяных бачков в санитарных узлах пассажирских вагонов		12/XII 1960 г. № 08с/Б-7-2380
Эмаль ЭС-42	Для покраски наружной поверхности автоматов по розливу молока в бумажные пакеты. Мытье поверхности автоматов, покрытых эмалью ЭС-42, едкими щелочами не допускается		4/V 1961 г. № 08с/Б-7-729
Эмаль с примесью двуокиси титана	Для покрытия витринных лотков и окорят		13/V 1954 г. № 113-17/261
Эмаль пентофталевая серо-голубая № 560	Для покрытия наружных и внутренних поверхностей хлебных автофургонов	ТУ МХП № 1764-48, бессвинцовая эмаль	17/V 1954 г. № 113-17/270
Эмаль силикатная белая	Для покрытия внутренней поверхности холодильных камер		24/VII 1950 г. № 113-17/72
Эмаль	Для покрытия внутренней поверхности бочек под тузлучные рыбопродукты	Канифоль, парафин, петролатум	29/VIII 1957 г. № 123-8/80

Продолжение

Наименование	Для каких целей	Характеристика и рецептура	Дата разрешения
Эмалировочное покрытие с предварительной шпаклевкой	Для покрытия внутренней поверхности заливных бочек под тузлучные рыбопродукты	Состав шпаклевки: казеин, гашеная известь, жидкое стекло, алебастр. Состав эмали: парафин очищенный, канифоль (ГОСТ 797-41)	14/VII 1951 г. № 113-17/106
Эмалировочное покрытие	Для покрытия внутренней поверхности бочек под штучные рыбопродукты	Состав: канифоль, парафин, петролатум	29/VIII 1957 г. № 123-8/80
Энант в виде фильтрующих тканей	Для фильтрования молока и отжима творога		16/III 1961 г. № 08с/Б-7-439
Энант твердый	Для деталей оборудования в молочной промышленности		16/III 1961 г. № 08с/Б-7-439
Этиленгликоль	В качестве хладоагента на предприятиях, производящих шампанские вина		22/VIII 1959 г. № 123-10/63

СОДЕРЖАНИЕ

Введение 3
Порядок направления и правила приема образцов посуды, тары и упаковочных материалов для лабораторного исследования 6
Подготовка образцов к лабораторному исследованию . . . 7
Методы, применяемые при исследовании образцов посуды, тары и других материалов 7
Методы определения в «вытяжках» веществ, могущих перейти из испытуемых образцов 9
Определение общего количества органических веществ по окисляемости их в водной вытяжке 9
Среды (растворы) и условия исследования пищевой посуды, тары и других предметов, изготовленных с применением лаков, эмалей, клея и других синтетических материалов . . 10
Определение бромирующихся веществ 16
Определение отдельных органических веществ, входящих в рецептуру исследуемых материалов 17
Реакция на галоиды по Бельштейну 17
Определение гексаметилендиамина 18
Определение диметилового эфира терефталевой кислоты (диметилтерефталата) 19
Определение дифенилгуанидина 21
Определение Е-капролактама 21
Количественное определение Е-капролактама и низкомолекулярных азотсодержащих соединений 22
Определение меламина 24
Определение метилового спирта с фуксинсернистой кислотой 25
Определение метилового спирта с хромотроповой кислотой 28
Определение мочевины 30
Определение неозона Д (фенил-β-нафтиламин) 32
Определение салициловой кислоты 33
Определение стирола 34
Определение тиурама (тетраметилтиурамидсульфида) . . 36
Определение уротропина (гексаметилентетрамина) . . . 36
Определение фенола 37
Определение формальдегида, реакция с фуксинсернистой кислотой (Шиффа) 40
Определение фталевой кислоты и фталевого ангидрида . . 44
Определение этиленгликоля 45
Определение неорганических веществ, входящих в рецептуру исследуемого материала 50

Определение железа 50
Определение кальция 51
Определение кобальта 52
Определение кремнекислоты 54
Определение марганца 55
Определение мышьяка 56
Определение солей тяжелых металлов 56
Определение титана 56
Определение фтора 60
Определение хрома 67
Приложение. Форма протоколов анализа образцов посуды, тары и других материалов 70
Перечень пластмасс, лаков, эмалей и других веществ, разрешенных Государственной санитарной инспекцией СССР и РСФСР для применения их при изготовлении посуды тары, оборудования пищевых предприятий и упаковки пищевых продуктов за время с 1950 по 1961 г. включительно . . . 74

Техн. редактор *А. В. Королев.* Корректор *Н. П. Задорнова.*

Сдано в набор 19/IX 1963 г. Подписано к печати 5/II 1964 г. Формат бумаги 84×108¹/₃₂ 3,12 печ. л. (условных 5,13 л.) 4,77 уч.-изд. л. Тир. 7000 экз. Т-01248. МО-53. Заказ № 6449.

Издательство «Медицина». Москва, Петроверигский пер., 6/8
Типография издательства «Горьковская правда», г. Горький, ул. Фигнер, 32.
Цена 24 коп.

gost.e-ecolog.ru