МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ

СССР

ГЛАВНОЕ САНИТАРНО-ЭПИДЕМИОЛОГИЧЕСКОЕ УПРАВЛЕНИЕ

МЕЖДУВЕДОМСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ ПО ИЗУЧЕНИЮ И ГИГИЕНИЧЕСКОЙ РЕГЛАМЕНТАЦИИ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ

ВНИИГИНТОКС

ДОПУСТИМЫЕ УРОВНИ ВЫДЕЛЕНИЯ ВРЕДНЫХ ХИМИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ ИЗ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ, ПРИМЕНЯЕМЫХ В СТРОИТЕЛЬСТВЕ И ВОДОСНАБЖЕНИИ, И ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИХ ОПРЕДЕЛЕНИЯ В РАЗЛИЧНЫХ СРЕДАХ.

Киев– 1977

gost.e-ecolog.ru

Министерство здравоохранения СССР

Утверждаю
Зам.Главного Государственного
санитарного врача СССР
В.Е.КОНШИЛО
"20" октября 1976 г.
№ 1510-76

Методические рекомендации

по определению кадмия в воде, среде, имитирующей пот, и биологических средах /кровь, моча, органы/ при санитарно-химических исследованиях поливинилхлоридных материалов[x]

Методические рекомендации разработаны во ВНИИГИНТОКС"е
Катаевой С.Е.

Стеарат кадмия, каприлат кадмия, стеарат цинк-кадмия, стеарат барий-кадмий-цинка широко используются в производстве поливинилхлоридных материалов как термостабилизаторы. По химическому составу это соли стеариновой и каприловой кислот и соответствующих металлов /кадмия, цинк-кадмия, барий-кадмий-цинка/. Молекулярный вес этих соединений - от 679 до 704. Температура плавления - от 104 до 200°С. Плотность - от 1,11 до 1,14 г/см^3. Все эти соединения хорошо растворимы в бензоле, толуоле, фталатах и практически нерастворимы в воде /1/.

Описанный в литературе метод определения кадмия в воде /по образованию окрашенного комплекса с дитизоном/ недостаточно чувствителен и специфичен/2/.

Разработанные методические рекомендации предназначены для определения кадмия/ т.к. токсичность этих соединений объясняется, в основном, содержанием в них кадмия/ в биосредах и воде при санитарно-химических исследованиях поливинилхлоридных материалов, стабилизированных органическими соединения на основе кадмия.

Определению не мешают свинец, цинк, барий, кадмий, медь и другие металлы.

Принцип метода: Метод основан на экстракции комплексного соединения кадмия с диэтилдитиокарбаминатом натрия хлороформом и последующим разделением кадмия в тонком слое силикагеля.

Чувствительность метода - 1-2 мкг на пластине.

Полнота определения - 90-95%.

Реактивы и растворы

1. Хлороформ, "хч", ГОСТ 3160-51
2. Диэтилдитиокарбаминат натрия, 2% водный раствор

3. Хлористый аммоний, "хч"

4. Аммиак, 25% водный раствор, "хч"

5. Серная кислота, "хч"

6. Хлорная кислота, "хч"

7. Азотная кислота, "хч",

8. Гексан, "хч",

9. Диэтиламин, "хч",

I0. Проявляющий раствор -0,05-0,I% раствор дитизона в хлороформе

II. Натрий сернокислый безводный, "хч"

I2. Стандартный раствор кадмия с диэтилдитиокарбаминатом натрия с содержанием препарата 200 мкг/мл /в делительную воронку помещают 200-250 мл дистиллированной воды, добавляют I0 мл водного раствора растворимой в воде соли кадмия с содержанием кадмия I000 мкг/мл, I мл буферного раствора, 2 мл 2% водного раствора диэтилдитиокарбамината натрия и экстрагируют трижды по 5 мл хлороформом. Объединенные экстракты хлороформа пропускают через безводный сульфат натрия и переносят в мерную колбу на 50 мл. Для получения концентрации раствора 200 мкг/мл в мерную колбу до метки доливают хлороформ. Хранят раствор в темной склянке с притертой пробкой/.

I3. Буферный раствор: 35 г хлористого аммония растворяют в 285 мл 25% водного раствора аммиака.

Приборы и посуда

I. Пластинки для хроматографии. Стеклянные пластинки/9xI2/ тщательно промывают водой, содовым раствором, хромовой смесью и дистиллированной водой.

2. Делительные воронки на 250 и 500 мл

3. Прибор для отгонки растворителя

4. Воронки стеклянные диаметром 75 мм
5. Микропипетки для нанесения проб на 0,I–0,2 мл
6. Камера для хроматографирования с притертой стеклянной крышкой
7. Пульверизатор стеклянный
8. Баня водяная
9. Камера для опрыскивания пластинок
I0. Электрическая плитка с закрытой спиралью
II. Фарфоровые чашки на 50 мл
I2. Пипетки на 2,5 и I0 мл
I3. Гипс медицинский
I4. Силикагель марки КСК, размолотый и просеянный через сито I00меш

Приготовление пластин с тонким слоем силикагеля. I4 г силикагеля, I г гипса и 50 мл дистиллированной воды тщательно растирают в ступке до образования гомогенной массы. Полученную массу равномерным слоем наносят на стеклянные пластинки и оставляют высыхать на воздухе при комнатной температуре в течение 20–24 часов. Из указанного выше количества сорбционной массы может быть приготовлено 8–I0 пластин.

Определение кадмия в воде. Для проведения анализа в делительную воронку отбирают 250–500 мл водной вытяжки из поливинилхлоридных материалов. Для создания pH 9–I0 к пробе добавляют I–2 мл буферного раствора и 2 мл I% водного раствора диэтилдитиокарбамината натрия и проводят экстракцию хлороформом по 5 мл в течение I–2 минут. Экстракцию хлороформом проводят трижды/каждый раз по 5 мл/.

Объединенные экстракты пропускают через безводный сульфат натрия и упаривают на водяной бане до объема 0,I–0,2 мл. Оставшийся объем экстракта стеклянной микропипеткой количественно переносят на хроматографическую пластинку в одну точку. Хроматографирование проводят в стеклянной камере, заполненной смесью растворителей:

гексан:хлороформ:диэтиламин/20:2:1/. После поднятия подвижной системы на высоту 10-12 см пластинку вынимают из камеры, высушивают в сушильном шкафу при температуре 80-100° до удаления паров растворителей, а затем проявляют 0,05-0,1% раствором дитизона в хлороформе.

Ионы кадмия с дитизоном проявляются в виде оранжево-красных пятен на белом фоне с $R_f = 0,65 \pm 0,05$.

Количественное определение кадмия проводят по калибровочному графику, построенному для данной серии пластин на стандартных растворах кадмия в зависимости площади пятна от концентрации кадмия.

Определение кадмия в биосредах.

В случае определения кадмия в биосредах для проведения анализа берут навеску органа /2-3 г/, мочу или кровь /2-3 мл/ и подвергают минерализации. В выпарительную фарфоровую чашку, куда помещена проба /навеска органа, моча, кровь/, заливают 5 мл серной, 3 мл хлорной и 6-7 мл азотной кислот. Минерализацию проводят на электрической плитке с закрытой спиралью до получения сухого остатка белого цвета. Сухой остаток после минерализации переносят количественно дистиллированной водой /до 50 мл/ в делительную воронку. Содержимое делительной воронки нейтрализуют едким натром до pH 7 и в дальнейшем проводят определение как описано выше при определении кадмия в водных растворах.

Количественное содержание кадмия в водных средах рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{A}{B} \cdot 1000 \text{ мг/л, где}$$

A - количество кадмия, найденное в пробе

B - объем пробы взятой для анализа

Количественное содержание кадмия в органах рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{A}{B} \cdot м \text{ мкг или мг/вес органа, где}$$

А – количество кадмия, найденное в пробе

м – вес органа

В – навеска органа, взятая для анализа

Количественное содержание кадмия в моче или крови рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{A}{B} \text{ мкг/мл, где}$$

А – количество кадмия, определенное в пробе

В – количество мочи или крови, взятое для анализа

Литература

1. Справочник химика том. УI "Сырье и продукты промышленности органических веществ", Изд-во "Химия", Л., 1967

2. Чухина З.С., Котова Г.С., Кузьмичева Р.А. ж."Аналитическая химия", т.XX, №7, 1965, стр.785-788.

gost.e-ecolog.ru