МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ

ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ГЕКСАМЕТИЛЕНДИАМИНА В ВОДЕ ПРИ САНИТАРНО-ХИМИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЯХ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ, ПРИМЕНЯЕМЫХ В ПИЩЕВОЙ И ТЕКСТИЛЬНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ.[I]

ОБЩАЯ ЧАСТЬ

В настоящее время широкое применение нашли полиамидные пластмассы, которые получают конденсацией гексаметилендиамина и адипиновой кислоты. Многие из них используются для изготовления изделий, предназначенных для применения в быту. При этом не исключено, что в окружающую среду будут мигрировать исходные вещества, применяемых при производстве полиамида, в том числе и гексаметилендиамин.

Гексаметилендиамин является высокотоксичным веществом, содержание его в водных вытяжках не должно превышать 0,01 мг/л. Поэтому для его определения при санитарно-химических исследованиях полимеров необходимо применение высокочувствительных и специфичных методов.

I. Утверждено Заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР А.И. Заиченко. 23 сентября 1976 г. № 1503 - 76

gost.e-ecolog.ru

Предлагаемый метод определения гексаметилендиамина с помощью хроматографии в тонком слое сорбента является достаточно специфичным и позволяет определять гексаметилендиамин в количестве 0,01 мг/л, т.е. на уровне допустимых количеств миграции.

1,6 - гексаметилендиамин, мол. вес 116,20

представляет собой бесцветные блестящие кристаллы в виде крупных пластинок или игл, т.пл. 42°С, т. кип. 204-205°С (100°/20 мм рт. ст.). Легко растворим в воде, спирте, хлороформе, эфире, бензоле и других органических растворителях. Перегоняется с водным паром.

Принцип метода

Метод основан на упаривании подкисленных водяных вытяжек до объема 0,1 - 0,3 мл с последующим хроматографированием в тонком слое силикагеля. В качестве системы подвижных растворителей используются смесь метанол - ацетон - 25%-й аммиак 5: 1: 1. Реагентом для обнаружения служит нингидрин.

Метод позволяет обнаружить 0,01 - 0,02 мг гексаметилендиамина в литре водяной вытяжки.

Процент определения составляет 85 - 90 %.

Реагенты и растворы

1. Серная кислота, ГОСТ 4204-66, 0,1н раствор,
2. Метиловый спирт, чда.
3. Ацетон, ГОСТ 2603-63.
4. Аммиак водный, 25%-й раствор, ГОСТ 3760-64.
5. Уксусная кислота ледяная, ГОСТ 61-69.

6. Бутиловый спирт нормальный, ГОСТ 3769-64.
7. Реагент для обнаруживания: Раствор 0,3 г нингидрина в 3 мл ледяной уксусной кислоты и 100 мл н-бутанола
8. Силикагель марки КСК, ГОСТ 3956-54, очищенный от примесей способом, рекомендованным М.А. Клисенко, и М.В. Письменной
9. Гипс медицинский, Ст. ГОХП 27-1868
10. Стандартный раствор тексаметилендиамина в хлороформе концентрацией 100 мкг/кл.

Приборы и посуда

1. Прибор для отгонки воды в вакууме (круглодонная колба, емкостью 150-200 мл, ГОСТ 10394-62; насадка Вюрца, ГОСТ 9425-60; холодильник Либиха, ГОСТ 9499-60 ; алонж вакуумный, ГОСТ 9425-60; приемник - круглодонная колба, емкостью 100 мл, капилляр - все на шлифах.
2. Насос водоструйный, ГОСТ 10696-63
3. Градуированные пипетки с ценой деления 0,01 мл, емкостью 1 мл, для нанесения проб, ГОСТ 1770-61.
4. Камера для хроматографирования (цилиндрический сосуд 150 мм, ГОСТ 1065-63, с притертой крышкой).
5. Камера для опрыскивания пластинок (стеклянный колпак 250 мм, СТУ 30-6192-62.
6. Пульверизатор стеклянный.
7. Баня водяная
8. Термометр технический на 100°С.
9. Шкаф сушильный

Приготовление пластинок с тонким слоем сорбента

Стеклянные пластинки размером 9 х 12 см тщательно промывают водой, содой, хромовой смесью, дистиллированной водой

и сушат в вертикальном положении.

В ступке смешивают 6,9 г силикагеля и I г гипса, предварительно просеянных через сито I00 меш. Полученную смесь растирают с I2 мл дистиллированной воды до образования сметанообразной массы, затем добавляют еще 6 мл воды, перемешивают и наносят равномерным слоем на 3 – 4 пластинки.

Ход определения

К I00 мл водной вытяжки добавляют 0,I мл 0,I н раствора серной кислоты, перемешивают и воду отгоняют в вакууме водоструйного насоса до объема 0,I – 0,3 мл. Остаток после упаривания наносят на пластинку силикагель – гипс, на расстоянии I,5 – 2 см от нижнего края, пипеткой для нанесения проб. Слева и справа от пробы на ту же пластинку и для каждой пробы в отдельности наносят раствор свидетеля – стандартный раствор гексаметилендиамина в хлороформе, концентрацией I00 мкг/мл, в количестве 0,0I; 0,05; 0,I и 0,2 мл, что соответствует I, 5, I0 и 20 мкг. При содержании гексаметилендиамина в пробе в количестве, превышающем 20 мкг, пробы нужно соответственно разбавлять.

Пластинку с нанесенными растворами помещают в камеру для хроматографирования, в которую налита смесь подвижных растворителей метанол–ацетон–25 %-й аммиак 5: I: I. Камера используется без предварительного насыщения. После подъема растворителя на высоту I0 см пластинку вынимают из камеры, отмечают линию фронта и сушат на воздухе до полного исчезновения запаха аммиака. Затем пластинку опрыскивают раствором нингидрина и нагревают в течение I0 – I5 минут в су-

шильном шкафу при температуре 100 – 110°С.

Гексаметилендиамин при этом дает пятна розово-лилового цвета на белом или бело-розовом фоне.

Идентификацию и количественное определение гексаметилендиамина в пробе производят путем визуального сравнения размера и интенсивности окраски пятен пробы и стандартного раствора гексаметилендиамина и при сравнении значений R_f.

Расчет содержания гексаметилендиамина в пробе производится по формуле :

$$A = \frac{a}{V},$$

где A – искомое количество гексаметилендиамина в мг/л ;

a – найденное количество гексаметилендиамина в анализируемом объеме пробы, в мг ;

V – объем анализируемой пробы в литрах.

gost.e-ecolog.ru