Министерство здравоохранения Республики Беларусь

УТВЕРЖДАЮ
Главный Государственный
санитарный врач Республики
Беларусь
В.П.Филонов
"20" марта 1992 г.
Регистрационный номер 75

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ФОРМАЛЬДЕГИДА В ВОДЕ, ВОДНЫХ ВЫТЯЖКАХ ИЗ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ И МОДЕЛЬНЫХ СРЕДАХ, ИМИТИРУЮЩИХ ПИЩЕВЫЕ ПРОДУКТЫ

УЧРЕЖДЕНИЕ РАЗРАБОТЧИК: Белорусский научно-исследовательский санитарно-гигиенический институт
Авторы: ст.н.сотр.БелНИСГИ Перцовский А.Л., Кремко Л.М.

Предельно допустимая концентрация формальдегида в воде хозяйственно-питьевого назначения - 0,5 мг/л, допустимое количество миграции (ДМК) из полимерных материалов в водные вытяжки и модельные среды, имитирующие пищевые продукты - 0,1 мг/л.

Метод основан на реакции взаимодействия формальдегида с 2,4-динитрофенилгидразином (2,4-ДНФГ) в кислой среде, экстракции образовавшегося 2,4-динитрофенилгидразона (2,4-ДНФгидразона) формальдегида толуолом и хроматографировании толуольного экстракта на приборе с детектором по электронному захвату (ДЭЗ) или детектором постоянной скорости рекомбинации (ДПР). Чувствительность метода 0,02 мг/л. Погрешность определения составляет ± 14%. Диапазон определяемых без разбавления пробы концентраций формальдегида от 0,02 до 0,5 мкг/мл.

Определению формальдегида не мешают углеводороды, спирты, альдегиды, фенол и др.

I. Методы отбора проб

Пробы воды отбирают по ГОСТ 24481-80 и ГОСТ 18963-73.

Объем пробы воды для определения содержания формальдегида должен быть не менее 20 мл.

Пробы воды, предназначенные для определения содержания формальдегида, отбирают в стеклянные бутыли, не консервируют.

gost.e-ecolog.ru

Вытяжки из полимерных материалов готовят в соответствии с "Инструкцией по санитарно-химическому исследованию изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, предназначенных для контакта с пищевыми продуктами № 880-71" М.,1972.

2. Аппаратура, материалы, реактивы

Хроматограф с детектором по электронному захвату или постоянной скорости рекомбинации
Колонка стеклянная (100 х 0,4 см)
Пробирки с пришлифованной пробкой на 5 мл, ГОСТ 10515-75
Пипетки, вместимостью 1, 5, 10 мл, ГОСТ 20292-74
Бюретка, ГОСТ 20292-74
Колбы мерные, вместимостью 50 и 100 мл, ГОСТ 1770-74
Колбы конические плоскодонные с пришлифованной пробкой на 250 мл, ТУ 38-10554-76
Микрошприц МШ-10, ТУ 2.833-106
Линейка измерительная
Испаритель ротационный
Формалин, ГОСТ 1625-75
Соляная кислота, хч, ГОСТ 3118-77
2,4-динитрофенилгидразин (2,4-ДНФГ), хч, ТУ 6-09-2394-77
Йод, стандарт-титр 0,1 н, ТУ 6-09-2540-87
Натрия тиосульфат, стандарт-титр 0,1 н, ТУ 6-09-2540-87
Натрия гидроксид, хч, ГОСТ 4328-77
Крахмал растворимый (амилодекстрин), ч, ГОСТ 10163-76
Силиконовый каучук СКТФВ-803 или Е-301 для хроматографии
Хроматон N'-AW (0,2-0,25 мм)
Гексан, ч, ТУ 6-09-3375-78
Толуол, чда, ГОСТ 5789-78
Азот осч, МРТУ 6.027.376-65 в баллоне с редуктором
Вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72

3. Подготовка к анализу

3.1. Приготовление основного стандартного раствора формальдегида

Основной стандартный раствор готовят из 1% -ного раствора формальдегида, полученного путем разбавления 40%-ного раствора формалина. В 1%-ном растворе формалина титрованием определяют

точное содержание формальдегида.

В колбу вместимостью 200 мл наливают I мл I%-ного раствора формалина, добавляют I0-I5 мл воды, I0 мл 0,I н раствора йода и по каплям 20%-ный раствор едкого натра до получения устойчивой светло-желтой окраски, закрывают колбу пробкой и оставляют на I0 минут. Затем подкисляют 5 мл I0 %-ного раствора соляной кислоты, оставляют на I0 минут в темноте и титруют 0,I н раствором тиосульфата натрия. Когда раствор станет бледно-желтым, прибавляют несколько капель 0,5%-ного раствора крахмала. Предварительно устанавливают количество тиосульфата, расходуемого на титрование I0 мл 0,I н раствора йода. По разности между количеством тиосульфата, израсходованного на контрольное титрование, и избытком йода, не вошедшим в реакцию с формальдегидом, устанавливают количество йода, израсходованного на окисление формальдегида; I мл 0,I н раствора йода соотвествует I,5 мг формальдегида.

3.2. Приготовление рабочих стандартных растворов формальдегида

а) Стандартный раствор № I , содержащий I00 мкг/мл формальдегида, готовят соответствующим разбавлением основного стандартного раствора дистиллированной водой.

Основной стандартный раствор и стандартный раствор № I хранят в склянках с притертой пробкой из темного стекла при температуре +3-5 °С. Время хранения основного стандартного раствора - 6 месяцев, стандартного раствора № I - 7 суток.

б) Стандартный раствор № 2, содержащий I мкг/мл формальдегида, готовят в день анализа разбавлением раствора № I в I00 раз дистиллированной водой.

в) Стандартный раствор № 3, содержащий 0,I мкг/мл формальдегида, готовят в день анализа разбавлением раствора № 2 в I0 раз дистиллированной водой.

3.3. Приготовление раствора крахмала в воде

0,5 г крахмала (амилодекстрин) растворяют при кипячении в I00 мл дистиллированной воды. При необходимости раствор фильтруют. Раствор готовят в день употребления.

3.4. Приготовление I0%(по объему) раствора соляной кислоты

I00 мл 36%-ной соляной кислоты разбавляют водой до 360 мл.

3.5. Приготовление 2 н соляной кислоты

170,6 мл 36% (d = 1,18) соляной кислоты разбавляют до 1 л дистиллированной водой.

3.6. Приготовление 0,1 н раствора йода

Готовят из фиксанала.

3.7. Приготовление 0,1 н раствора тиосульфата

Готовят из фиксанала.

3.8. Приготовление 20%-ного раствора едкого натра

20 г едкого натра растворяют в 80 мл дистиллированной воды.

3.9. Приготовление 0,02%-ного раствора 2,4-ДНФГ в соляной кислоте

0,02 г 2,4-ДНФГ растворяют в 100 мл 2 н HCl при интенсивном перемешивании.

3.10. Приготовление насадки для колонки

Взвешивают 6 г хроматона N-AW (0,2-0,25 мм) и 0,3 г силиконового каучука СКТФВ-803 или Е-301. Взвешенный СКТФВ-803 (Е-301) растворяют в таком количестве гексана, чтобы объем жидкости был больше объема хроматона. К хроматону N-AW в круглодонной колбе прибавляют растворенный в гексане СКТФВ-803 (Е-301). Стакан ополаскивают гексаном и жидкость тоже переносят в колбу. Смесь оставляют на 3 часа при периодическом перемешивании. По истечении указанного времени гексан удаляют на ротационном испарителе.

3.11. Приготовление колонки

Стеклянную колонку (100 х 0,4 см) заполняют под вакуумом хроматоном N-AW с 5% СКТФВ-803(Е-301), кондиционируют при 300°С в течение 20 часов в токе азота.

4. Условия анализа

Колонка стеклянная хроматографическая (100 х 0,4 см)
Насадка, хроматон N-AW с 5% СКТФВ-803 или Е-301

Температура колонки	190 °С
Температура испарителя	250 °С
Температура детектора	200 °С
Скорость потока газа-носителя	90-120 мл/мин
Скорость диаграммной ленты	600 мм/час
Объем вводимой пробы	2 мкл

Количественный анализ проводят методом абсолютной калибровки по высотам пиков.

5. Проведение анализа

5.1. К 1 мл исследуемой воды, водной вытяжки из полимерного материала или модельной среды в пробирке вместимостью 5 мл с пришлифованной пробкой прибавляют 1 мл 0,02% раствора 2,4-ДНФГ в 2 н соляной кислоте и 1 мл толуола. Смесь интенсивно встряхивают в течение 0,5 часа на электровстряхивателе или вручную.

После разделения слоев 2 мкл толуольного слоя через самоуплотняющуюся мембрану вводят в испаритель хроматографа.

5.2. Приготовление шкалы стандартных растворов

Для построения градуировочного графика используют стандартные растворы № 3 и № 2, из которых в пробирках на 5 мл с пришлифованными пробками готовят шкалу стандартов с концентрацией 0,02; 0,05; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 мкг/мл формальдегида. Растворы обрабатывают аналогично пробам. В качестве контрольного раствора во всех случаях используют дистиллированную воду, 1 мл которой обрабатывают аналогично пробам.

5.3. Построение градуировочного графика

2 мкл каждого градуировочного раствора вводят в испаритель хроматографа не менее 3-х раз. Проводят хроматографирование. На основании полученных данных строят графическую зависимость высоты пика (после вычета контроля) от содержания формальдегида в пробе(мкг)

Градуировочный график линеен при содержании формальдегида от 0,02 до 0,5 мкг в анализируемом объеме раствора.

5.4. Расчет результатов анализа

Концентрацию формальдегида в исследуемой воде, водной вытяжке или модельной среде (X) в мкг/мл (мг/л) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{a}{V}, \quad \text{где}$$

a - содержание формальдегида в анализируемом объеме раствора, найденное по градуировочному графику, мкг;

V - объем исследуемого раствора, взятый для анализа, мл.

Методика апробирована при определении формальдегида в водопроводной и речной воде, водных вытяжках из полимерных материалов и модельных средах, имитирующих пищевые продукты.

gost.e-ecolog.ru