МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР
ГЛАВНОЕ САНИТАРНО-ЭПИДЕМИОЛОГИЧЕСКОЕ УПРАВЛЕНИЕ

ИНСТРУКЦИЯ
ПО САНИТАРНО-ХИМИЧЕСКОМУ ИССЛЕДОВАНИЮ ИЗДЕЛИЙ ИЗ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ, ПРЕДНАЗНАЧЕННЫХ ДЛЯ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ В ХОЗЯЙСТВЕННО-ПИТЬЕВОМ ВОДОСНАБЖЕНИИ И ВОДНОМ ХОЗЯЙСТВЕ

Москва — 1987 г.

gost.e-ecolog.ru

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР
Главное санитарно-эпидемиологическое управление

И Н С Т Р У К Ц И Я

по санитарно-химическому исследованию изделий из полимерных материалов, предназначенных для использования в хозяйственно-питьевом водоснабжении и водном хозяйстве

Москва - 1987 г.

"Инструкция по санитарно-химическому исследованию изделий из полимерных материалов, предназначенных для использования в хозяйственно-питьевом водоснабжении и водном хозяйстве" разработана ВНИИ гигиены и токсикологии пестицидов, полимеров и пластических масс Минздрава СССР и Киевским институтом усовершенствования врачей Минздрава Украинской ССР (д.м.н. Шефтель В.О., к.м.н. Крат А.В. и к.б.н. Катаева С.Е.).

"Инструкция" определяет порядок проведения исследований, содержит описание методов анализа воды по II химическим веществам, наиболее характерным для полимерных материалов, и предназначена для научно-исследовательских институтов и кафедр гигиенического профиля, а также для санитарно-эпидемиологических станций, имеющих соответствующую лабораторную базу, занимающихся исследованиями по гигиеническому изучению полимерных материалов, предназначенных для использования в практике хозяйственно-питьевого водоснабжения.

Разрешается размножить в необходимом количестве экземпляров.

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Главного государственного санитарного врача СССР
А.И. Заиченко

4259-87 " 5 " марта
1987 год

ИНСТРУКЦИЯ

по санитарно-химическому исследованию изделий из полимерных материалов, предназначенных для использования в хозяйственно-питьевом водоснабжении и водном хозяйстве

I. ВВЕДЕНИЕ

С каждым годом возрастают масштабы применения полимерных материалов в водоснабжении и водном хозяйстве. Наряду с увеличением количественных показателей происходит постоянное расширение ассортимента изделий и рецептур.

Использование полимерных материалов в водоснабжении представляет собой гигиеническую проблему ввиду возможного неблагоприятного влияния на качество контактирующей с ними воды за счет выделения в неё исходных мономеров, различных добавок и продуктов деструкции пластмасс.

Основное требование, которое предъявляется к материалам, используемым в практике хозяйственно-питьевого водоснабжения, заключается в том, чтобы они обеспечивали сохранение качества воды в соответствии с требованиями ГОСТ 2874-82 "Вода питьевая".

Исследования, предусмотренные настоящей "Инструкцией", проводятся в соответствии с "Методическими указаниями по гигиенчес-

кому контролю за изделиями из синтетических материалов, предлагаемых для использования в практике хозяйственно-питьевого водоснабжения" №2349-81, с целью получения объективных научных данных для решения вопроса о допустимости внедрения новых полимерных материалов в практику хозяйственно-питьевого водоснабжения и установления регламента их применения.

Для положительной гигиенической оценки новых материалов необходимо руководствоваться следующими основными критериями:

— полимерные материалы (ПМ) не должны ухудшать органолептические свойства воды;

— в процессе эксплуатации изделия из ПМ не должны выделять в воду химические вещества; в случае миграции химических веществ концентрация их в воде не должна превышать допустимые уровни (ДУ), утвержденные в установленном порядке (приложение №1);

— ПМ не должны оказывать влияния на развитие микрофлоры в воде;

— полимерные материалы не должны изменять своих гигиенических характеристик (влияние на качество воды) под действием применяемых в водоснабжении методов обеззараживания воды (хлорирование, озонирование и др.) и не должны снижать эффективность обеззараживания.

Материалы, получившие положительную санитарно-гигиеническую оценку, рекомендуется проверить в условиях опытной эксплуатации.

2. ПОРЯДОК РАССМОТРЕНИЯ И СОГЛАСОВАНИЯ ПРОЕКТОВ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ДОКУМЕНТАЦИИ НА ИЗДЕЛИЯ ИЗ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Рассмотрение и согласование нормативно-технической документации (ОСТ, ТУ) на новые виды полимерных материалов и изделий из них, предлагаемых для использования в практике хозяйственно-питьевого водоснабжения, возложено на Минздравы республик, на-

территории которых находится организация (учреждение)-разработчик

К представленным на рассмотрение материалам должны быть приложены следующие данные:

— назначение, область и условия применения материала;

— количественное содержание каждого компонента в материалах, отдельных рецептурах;

— наличие четкого указания о маркировке материала и условий хранения.

Предоставленные на рассмотрение материалы на новые виды изделий Минздравами союзных республик направляются для проведения гигиенической экспертизы в соответствующие научно-исследовательские учреждения гигиенического профиля (приложение №2) или в адрес тех санитарно-эпидемиологических станций, которые могут обеспечить проведение необходимых исследований на должном уровне Экспертное заключение, включающее результаты санитарно-химических, а при необходимости и санитарно-токсикологических исследований, дает основание Минздравам союзных республик решить вопрос о возможности применения предлагаемого нового материала в практике хозяйственно-питьевого водоснабжения.

Разрешение на применение импортных синтетических материалов в питьевом водоснабжении выдается только при наличии заключения органов здравоохранения экспортирующей страны и описания санитарно-химических методов анализа воды для определения содержания мигрирующих компонентов.

Минздравы союзных республик, ежегодно представляют в Главное санитарно-эпидемиологическое управление Минздрава СССР сведения о согласовании научно-технической документации на новые виды синтетических материалов.

3. ПОРЯДОК ПРИЕМКИ ОБРАЗЦОВ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ ГИГИЕНИЧЕСКОГО ИССЛЕДОВАНИЯ

Образцы новых полимерных материалов и изделий из них могут быть приняты институтами или лабораториями системы Министерства здравоохранения для гигиенического исследования по поручению санитарно-эпидемиологических управлений Министерства здравоохранения СССР и союзных республик. Для гигиенической оценки могут направляться материалы или их композиции, имеющие заключения о возможности их использования по техническим показателям в водопроводной практике. При лабораторных исследованиях труб используются отрезки длиной 5-20 см, диаметром 2,5-10 сантиметров.

При исследовании синтетических покрытий (пленки, краски, лаки и пр.) последние должны быть нанесены на внутренние поверхности экспериментальных металлических емкостей или на металлические пластины размерами 5х5, 5х10 см. в соответствии с промышленной технологией.

Одновременно с образцами в лабораторию должны быть предоставлены разработчиком или организацией, применяющей изделие:

1. Наименование материала, из которого изготовлено изделие (торговое, химическое, марка).

2. Сфера применения изделия (конкретное назначе) и условия его эксплуатации (время контакта с водой, температурные режимы, удельная поверхность).

3. Организация, ответственная за выпуск материала и изделия.

4. На основании каких ГОСТов, ТУ, МРТУ и т.д. выпускается данный материал и изделие.

5. Краткое описание технологического процесса изготовления материала с указанием температурного режима.

6. Физико-химические свойства полимерного материала - стойкость к температурным воздействиям, действию кислот и щелочей, газо-во-

до- и паропроницаемости.

7. Подробная рецептура материала с указанием следующих физико-химических свойств отдельных компонентов :

а) химическое название компонента ;

б) его структура формула, мол. масса ;

в) растворимость в воде ;

г) агрегатное состояние при нормальных условиях ;

д) температура кипения и плавления ;

е) достаточно чувствительный и специфический метод определения микроколичеств каждого компонента в воде.

8. Образцы новых или малоизвестных ингредиентов, входящих в состав синтетических изделий, в чистом виде.

4. ПОДГОТОВКА ОБРАЗЦОВ К ИССЛЕДОВАНИЯМ И УСЛОВИЯ ИХ ПРОВЕДЕНИЯ

Полученные образцы синтетических материалов и изделий прежде всего подвергаются тщательному осмотру. При этом отмечается наличие запаха, характер поверхности, цвет снаружи и изнутри. Затем образцы подвергают механической очистке, промывают в проточной воде и приступают к исследованию.

Контакт воды с пластмассовыми трубами моделируется следующим образом. Отрезок трубы закрывается с одной стороны стеклянной, корковой или деревянной пробкой, а затем заливается в него вода. Удобнее погружать отрезки испытуемых труб в заполненные водой широкогорлые стеклянные сосуды. Такая форма контакта с водой возможна в тех случаях, когда трубы изнутри и снаружи изготовлены из одного материала (нередко трубы покрывают лишь с одной стороны защитным покрытием). При этом надо соблюдать определенное соотношение между площадью поверхности исследуемого материала (отрезка пластмассовой трубы) и объемом соприкасающейся с ним воды

(удельная поверхность). Это требование объясняется тем, что количество веществ, вымываемых из пластмассы в определенный объем воды, пропорционально площади соприкасающейся с водой поверхности, т.е. степень неблагоприятного влияния на качество воды обратно пропорционально величине удельной поверхности.

ПРИМЕР РАСЧЕТА

Толщина стенки пластмассовой трубы 0,5 см ;

Внутренний диаметр трубы 4 см, радиус (r) 2 см ;

Наружный диаметр 5 см, радиус (R) 2,5 см ;

Длина отрезка трубы (l) 10 см.

1. Объем воды (V), заключенной в данном отрезке трубы $\pi r^2 l = 3,14 \times 4 \times 10 = 125,6$ см^3 воды.

2. Площадь (S) внутренней поверхности трубы на этом отрезке

$$S = 2\pi r l = 2 \times 3,14 \times 2 \times 10 = 125,6 \text{ см}^2.$$

3. Удельная поверхность.

$$S/V = 125,6 \text{ см}^2 : 125,6 \text{ см}^3 = 1 \text{ см}^{-1}$$

Теперь рассчитаем, в какое количество воды следует поместить взятый в примере отрезок трубы. Общая поверхность отрезка (наружная и внутренняя с учетом торцов) вычисляется по формуле :

$$2\pi(R^2 - r^2) + 2\pi l(R + r).$$

Таким образом, общая площадь поверхности трубы в данном примере равна :

$$2 \times 3,14 \times (2,5^2 - 2^2) + 2 \times 3,14 \times 10 \times (2,5 + 2) = 269,7 \text{ см}^2.$$

Следовательно, отрезок трубы в опыте надо погрузить примерно в 300 см^3 воды.

Аналогичный расчет проводится для отрезка трубы любого диаметра. В случае испытания покрытий емкостей, используемых в водопроводном строительстве, для расчетов применяют соответствующие геометрические формулы, в зависимости от формы емкостей и их

При этом в заключении, направляемом в Минздрав, необходимо указывать наряду с удельной поверхностью, при которой проводились исследования, и соответствующий ей диаметр трубы или объем емкости. Эти величины будут теми минимальными размерами изделий, которые разрешается использовать в соответствии с данным заключением.

Например, если исследуемые трубы не оказывали неблагоприятного влияния на качество воды при удельной поверхности I $см^{-I}$ (диаметр 4 см), то изученный полимерный материал может использоваться для изготовления труб диаметром 4 см и более, так как с увеличением диаметра трубы концентрация мигрирующих из неё вредных веществ в воде снижается за счёт опережающего роста объема воды по отношению к площади материала.

Подобным образом затруднительно рассчитывать удельную поверхность для различных соединяющих и уплотняющих деталей и материалов, поэтому с учетом опыта работ по гигиенической оценке полимерных материалов, применяемых в водоснабжении, рекомендуются следующие величины удельной поверхности:

I - Соединительные детали водопроводов-10% от величины удельной поверхности трубы, для соединения которой предназначены детали;

2 - герметики, мастики, для заделки стыков деталей емкостей-5% от величины удельной поверхности данной емкости;

3 - прокладки водопроводных кранов, сальники и др. изделия, суммарная поверхность которых в водопроводной сети незначительна-1% от величины удельной поверхности труб в которых их предполагается использовать.

Например:

Соединительные детали водопровода диаметром 4 см (удельная поверхность I $см^{-I}$) необходимо исследовать при удельной поверхности 0,1 $см^{-I}$, а прокладки водопроводных кранов, установленных на трубах диаметром 2 см (удельная поверхность 2 $см^{-I}$), - при удельной поверхности 0,02 $см^{-I}$.

При исследовании изделий, контактирующих с проточной водой (трубы, детали водопроводов), рекомендуется проводить 3 последовательных 72-часовых цикла приготовления вытяжек из образцов с обязательным определением качества воды в первой и третьей пробе. Таким образом, третья проба будет получена из материала, прошедшего двухкратную отмывку. В том случае, если в первой пробе некоторые показатели будут превышать нормативные величины, а в третьей пробе вода будет полностью соответствовать гигиеническим требованиям, исследуемые материалы могут быть разрешены для использования в водопроводном строительстве, так как подобная промывка происходит в процессе пуска и испытаний водопровода, а кратковременное превышение норматива опасности не представляет.

При исследовании покрытий и деталей резервуаров водопроводной сети экспозиция необходимо подбирать с учетом времени полного водообмена (в зависимости от объема).

При исследовании емкостей, предназначенных для хранения воды, экспозиция должна быть сопоставима со сроком хранения воды в емкости (недели-месяцы).

Качество воды, контактирующей с материалами, предназначенными для изготовления или покрытия емкостей, не должно ухудшаться при приготовлении первой же вытяжки из материала. Незначительное ухудшение отдельных показателей допускается, если они нормализуются после непродолжительной отмывки или проветривания материала, которые могут быть осуществлены при изготовлении изделия или строительстве объектов.

Вытяжки из материалов, предназначенных для контакта с холодной водой, исследуют при температуре 20 и 37°С. Если же исследуемые материалы специально предназначаются для использования при высоких температурах - горячее водоснабжение, дистилляционное опреснение и т.д., то контакт воды с ними осуществляется при

температуре 60-80°С или более высокой (в зависимости от технологического режима эксплуатации полимеров).

Температура 37, 60 и 80°С может быть обеспечена лишь в термостатах, сушильных шкафах, куда большие отрезки труб или емкости не могут быть помещены. В этих случаях выбирают небольшие отрезки изделий (трубы нарезают кольцами) и заливают соответствующим количеством воды в стеклянных сосудах емкостью 3-5 литров. Все серии опытов обязательно сопровождаются контролем.

Для исследований берут хлорированную или дехлорированную водопроводную воду, отвечающую требованиям ГОСТ 2874-82 "Вода питьевая".

При оценке полимеров, предназначенных для опреснения или фильтрации воды, исследования проводят не только с водными вытяжками, полученными в статических условиях контакта, но и непосредственно с водой, полученной при эксплуатации модели опреснительной или фильтровальной установки или действующей модели (например, оценка дистиллята, полученного на дистилляционной установке). Экспозиция при приготовлении вытяжек не должна значительно отличаться от времени контакта воды с ПМ в производственных условиях.

Если известно, что по условиям эксплуатации изделия соприкасаются с водой, pH которой выходит за пределы 6,5-8,5, в лабораторных условиях производится исследование с искусственно подкисленной или подщелоченной водой (это имеет значение в бальнеотехнике). Подкисление воды целесообразно производить CO_2 или уксусной кислотой, подщелачивание - $NaOH$, $Ca(OH)_2$ или раствором аммиака.

Если в состав материалов, из которых изготовлены изделия, входят фенол или его производные, необходимо провести изучение возможности возникновения хлорфенольного запаха в хлорированной воде, соприкасавшейся с этими материалами.

При моделировании натурных условий эксплуатации пластмасс в лабораторных исследованиях нельзя произвольно увеличивать или уменьшать удельную поверхность или срок экспозиции,

т.к. пока отсутствуют надежные способы соответствующего пересчета. Аграваций условий проведения эксперимента допустима только как вспомогательный прием, имеющий целью выявить характер влияния синтетического материала на качество воды.

Условия приготовления вытяжек из материалов, применяемых в водоснабжении, приведены в таблице I.

Полимерные материалы, применяемые в мелиоративном строительстве, оцениваются в соответствии с гигиеническими критериями, разработанными для материалов, применяемых в водоснабжении. Но в связи с особенностями условий эксплуатации ПМ,применяемых в мелиорации (сезонность, периодичность и пр.), условия приготовления вытяжек из этих материалов отличаются от таковых для материалов, применяемых в водоснабжении.

Условия приготовления вытяжек при исследовании материалов, применяемых в мелиоративном строительстве, приведены в таблице 2.

5. ИЗУЧЕНИЕ ВЛИЯНИЯ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ НА КАЧЕСТВО ВОДЫ

Полимерные и синтетические материалы должны подвергаться тщательному гигиеническому изучению с использованием современных методов исследования. Однако не всегда требуется постановка исследований в полном объеме, т.к. в гигиене полимеров должен широко применяться принцип последовательного эксперимента - шаговая стратегия. Смысл шаговой стратегии эксперимента состоит в том, что после каждого "шага" (этапа исследований) производится анализ результатов и на основании этого анализа принимается решение о дальнейшей работе. При этом общая схема (рис.I) эксперимента может и должна меняться в зависимости от результатов, полученных на отдельных этапах работы.

В соответствии со схемой можно выделить следующие этапы исследований новых материалов :

I. ЭТАП. Органолептичеокие исследования

При неблагоприятном влиянии на органолептические показатели качества воды, соприкасающейся с пластиассами в условиях, близких к эксплуатационным, материал бракуется. В случае отсутствия органолептических изменений, материал подлежит дальнейшему изучению.

2 ЭТАП. Санитарно-химические исследования

Материал бракуется или разрешается в зависимости от того, превышает ли реальная миграция вредных веществ допустимые уровни их выделения в воду или нет.

На данном этапе могут быть закончены исследования новых материалов, если в их рецептуру входят связующие и добавки, изученные с точки зрения токсикологии и имеющие ДУ.

При наличии в рецептуре материала неизученных компонентов или невозможности аналитического их определения проводят изучение биологической активности ПМ и их компонентов (3 этап) (проводится в организациях, указанных в приложении 2).

СХЕМА ГИГИЕНИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ, ПРИМЕНЯЕМЫХ В ВОДОСНАБЖЕНИИ

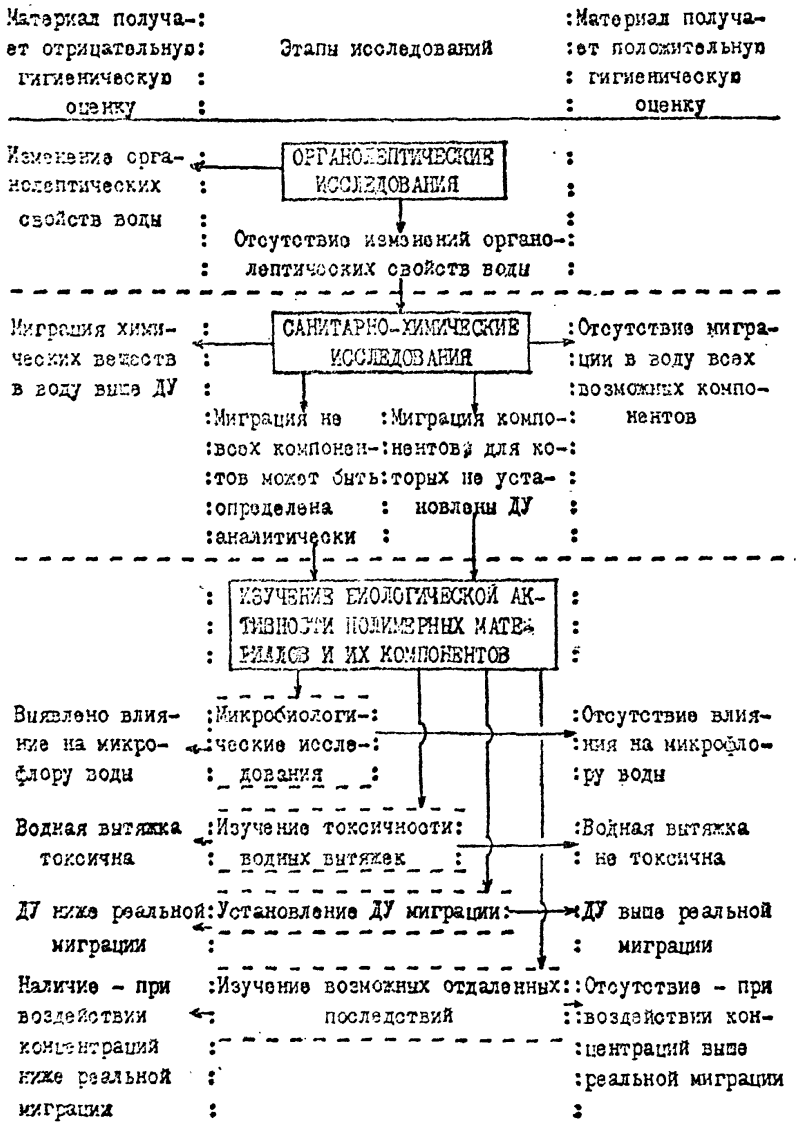

Таблица I

Условия приготовления вытяжек при исследовании материалов, применяемых в водоснабжении

Группа материалов		Изделия	Условия моделирования: время контакта	удельная поверхность (у.п.)	температура
А Для контакта с проточной водой	I:	Трубы	3 цикла по 3 суток	В зависимости от диаметра	20 и 37°С (для горячего водоснабжения -90-95°С)
	2:	Соединительные детали водопроводов	то же	10% от величины у.п. соединяемых труб	то же
	3:	Герметики, уплотняющие прокладки труб	то же	5% от величины у.п. соединяемых труб	то же
	4:	Прокладки кранов, сальники, клеи	то же	1% от величины у.п. труб	то же
Б Для изготовления емкостей питьевой воды на водопроводной сети	I:	Покрытия емкостей	I-I0 дней (в зависимости от времени полного водообмена)	В зависимости от объема	то же
	2:	Герметики	то же	5% от величины у.п. емкости	то же
В Для изготовления емкостей для хранения питьевой воды	I:	Покрытия емкостей	I-2 месяца (в зависимости от времени хранения воды)	В зависимости от объема	то же
	2:	Герметики	то же	5% от величины у.п. емкости	то же

Таблица 2

Условия приготовления вытяжек при исследовании материалов, применяемых в мелиорации

Группа материалов	Изделия	Условия моделирования		
		время контакта	удельная поверхность ($см^{-1}$)	температура
А Для магистральных каналов	1: Пленки, облицовка каналов	3 цикла по 3 суток	0,01	20 и 37°С
	2: Герметики	то же	0,001	то же
Б Для распределительной сети	1: Облицовка каналов, трубы, покрытия труб, лотки	3 цикла по 6 часов	0,01	то же
	2: Герметики	то же	0,001	то же
В[x] Для изготовления деталей	Шланги, сифоны, детали поливных установок и пр.	3 цикла по 30 минут	0,0001	то же

[x] – материалы этой группы исследуются только при наличии в композиции высокотоксичных веществ, в остальных случаях заключение выдается на основании литературных данных

6. ИЗУЧЕНИЕ ВЛИЯНИЯ СИНТЕТИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ НА ОРГАНОЛЕПТИЧЕСКИЕ И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ПОКАЗАТЕЛИ КАЧЕСТВА ВОДЫ

Органолептические свойства вытяжек из ПМ обуславливаются переходом в них веществ, входящих в рецептуру материала. Изменяя органолептические показатели качества воды, некоторые компоненты ПМ, даже в концентрациях безопасных с токсикологической точки зрения, могут влиять на водопотребление населения. Поэтому изделия из ПМ не должны оказывать неблагоприятного влияния на органолептические показатели воды качества воды.

При органолептических исследованиях вытяжек определяют наличие постороннего запаха, вкуса или привкуса, мути, осадка, пенообразования, цветности.

6.1 Определение запаха вытяжек.

Определение запаха вытяжек проводят путем закрытой дегустации, исключающей обмен мнениями между дегустаторами, бригадным методом, предусматривающим отбор испытателей по способности к восприятию запахов и предварительно ознакомленных с характером запаха. Каждый дегустатор результаты исследования заносит в индивидуальную дегустационную карту. Из полученных от каждого дегустатора результатов определения интенсивности запаха выводят их среднее арифметическое значение.

Исследования следует проводить в хорошо проветренном помещении, где отсутствуют посторонние запахи, не менее чем через 1,5-2 часа после приема пищи и курения.

Для приготовления вытяжек используют водопроводную дехлорированную воду.

Характер запаха и его интенсивность определяют сразу же после окончания соответствующей экспозиции во всех вытяжках из исследуемого образца, при комнатной температуре и температурах, предусматриваемых

условиями моделирования. Вытяжки, приготовленные при температуре 20 и 37°С, исследуют также и после подогревания до 60°С.

Ход определения.

В колбы с притертыми пробками емкостью 250-300 мл наливают по 100 мл исследуемых вытяжек. В одну колбу (контрольную) наливают 100 мл воды, на которой готовили вытяжки. Колбы закрывают пробками. Поочередно, начиная с контрольной пробы, содержимое колб несколько раз перемешивают вращательными движениями и, открыв колбу, определяют характер и интенсивность запаха.

Определение запаха вытяжек при 60°С проводят таким же образом, предварительно подогрев их и контрольную пробу в колбах, прикрытых часовыми стеклами, на водяной бане до 60°С.

Характер запаха выражают описательно: фенольный, ароматический, неопределенный и т. д.

Интенсивность запаха вытяжек оценивают по пятибальной системе согласно требованиям табл.3

Таблица 3

Интенсивность запаха	Характер проявления запаха и вкуса	Оценка интенсивности запаха и вкуса, баллы
Нет	Запах, вкус и привкус не ощущаются	0
Очень слабая	Запах, вкус и привкус не ощущаются потребителем, но обнаруживаются при лабораторном исследовании	I
Слабая	Запах, вкус и привкус замечаются потребителем, если обратить на это его внимание	2
Заметная	Запах, вкус и привкус легко замечаются и вызывают неодобрительный отзыв о воде	3

Продолжение таблицы 3

I	2	
Отчетливая	Запах, вкус и привкус обращают на себя внимание и заставляют воздержаться от питья	4
Очень сильная	Запах, вкус и привкус настолько сильные, что делают воду непригодной к употреблению	5

6.2 Определение вкуса вытяжек.

Вкус и привкус вытяжек из исследуемого изделия проводят путем закрытой дегустации, бригадным методом, при температуре 20 и 37°С. При этом набирают в рот 10-15 мл контрольной воды, держат во рту несколько секунд не проглатывая, а затем сплевывают. Точно так же поступают с исследуемыми вытяжками.

Характер вкуса выражают описательно: соленый, кислый, сладкий, горький. Все другие виды вкусовых ощущений называют привкусами, например: щелочной, металлический, щипящий и т.д.

Интенсивность вкуса и привкуса оценивают по пятибальной шкале согласно требованиям табл.3.

6.3 Определение мутности вытяжек.

Мутность вытяжек определяют визуально и характеризуют описательно по величине: слабая муть, заметная муть, сильная муть.

6.4 Определение осадка.

Осадок определяют визуально и характеризуют описательно по его величине: незначительный, заметный, большой. Кроме того отмечают его свойства: кристаллический, аморфный и т.п.; отмечают также цвет осадка: белый, серый, бурый и т.п.

6.5 Определение пенообразовательной способности вытяжек.

При наличии в рецептуре ПМ поверхностно-активных веществ определяют пенообразовательную способность вытяжек.

Для этого в градуированные цилиндры емкостью 1000 мл с притертыми пробками наливают по 500 мл исследуемых вытяжек, а в один из цилиндров – 500 мл контрольной воды. В течение 15 сек. производят 15 умеренно резких опрокидываний цилиндра, сначала контрольного, затем опытных и отмечают интенсивность пенообразования.
За пороговую принимается интенсивность пенообразования, при которой отсутствует стабильная крупнопузырчатая пена, а высота мелкопузырчатой у стенок цилиндра не превышает 1 мм.

6.6 Определение цветности вытяжек.

Определение цветности вытяжек, при необходимости, проводят фотометрическим методом. Цветность вытяжек не должна отличаться более, чем на 5 градусов платиново-кобальтовой шкалы от контрольной пробы и в любом случае не должна превышать 20 град.

6.7. Определение активной реакции (pH) вытяжек.

Определение pH вытяжек проводят при наличии в рецептуре ПМ компонентов, которые могут влиять на pH воды.

Для определения активной реакции вытяжек используют pH-метр или иономер. pH вытяжек не должен более, чем на 1 отличаться от контроля и в любом случае должен быть в пределах 6,5-8,5.

6.8 Определение окисляемости вытяжек.

Определение перманганатной или бихроматной окисляемости вытяжек проводится при помощи общепринятых методик. Изменение окисляемости вытяжек по сравнению с контрольными пробами является одним из интегральных показателей, характеризующим миграционную способность ПМ,

и позволяет в определенной степени судить о химической стойкости изделий из ПМ. При гигиенической оценки изделий из полимерных материалов данный показатель используется в комплексе с другими показателями качества воды.

6.9 Оценка образцов на основании органолептических и физико-химических исследований.

По органолептическим и физико-химическим показателям вода, контактировавшая с полимерными материалами, должна соответствовать требованиям, указанным в табл.4

Таблица 4.

Наименование показателей	Разница с контролем	Допустимые величины
I. Запах при 20°С и при подогревании до 60°С, баллы	I	2
2. Привкус при 20°С, баллы	I	2
3. Мутность	на уровне контроля	
4. Осадок	отсутствие	
5. Пенообразование	отсутствие стабильной крупнопузырчатой пены, а высота мелкопузырчатой у стенок цилиндра не превышает I мм	
6. Цветность по платино-кобальтовой или имитирующей шкале, град.	5	20
7. pH	I,0	6,5-8,5

Если один или несколько из перечисленных показателей превышат допустимые величины, то образцы признаются непригодными для использования в питьевом водоснабжении. Если же изменение исследовавшихся показателей не превышает допустимых величин, то при необходимости, проводят санитарно-химические исследования, исходя из рецептуры материала.

Перечень основных компонентов, мигрирующих из полимерных материалов в воду

Материал	Компоненты
Полиэтилен	Вещества, изменяющие органолептические
Полипропилен	свойства вытяжек
ПВХ	Катионы металлов, фталаты
Полистирол	Стирол
Сополимеры стирола	Стирол и соответствующий сомономер
Поликапроамид	Капролактам
Другие полиамиды	Гексаметилендиамин
Эпоксидные составы	Эпихлоргидрин, дифенилолпропан, отвердители, растворители
Фенолформальдегидные смолы	Фенол, формальдегид, растворители
Стеклопластик на основе полиэфирных смол	Стирол, гипериз, кобальт
Стеклопластик на основе эпоксидных смол	см. Эпоксидные составы

Примечание. Таблица является ориентировочной. Перечень веществ, мигрирующих из ПМ и подлежащих определению в воде, устанавливают в соответствии с конкретной рецептурой материала.

7. САНИТАРНО-ХИМИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ.

В настоящей Инструкции приведены 10 методик с применением хроматографии в тонком слое сорбента и 1 методика (определение эпихлоргидрина) с применением газовой хроматографии. Для определения анализируемых веществ во всех методиках предлагаются готовые хроматографические пластины " *Silufol* " (производства ЧССР).

Апробация методик была проведена на водопроводной воде, поэтому в формулу расчета количественного определения веществ внесены коэффициенты поправки.

При работе с методиками определения химических веществ в водопроводной воде, основанными на хроматографии в тонком слое (ТСХ), необходимо руководствоваться следующими положениями:

1. если ДУ определяемого вещества находится на одном уровне с чувствительностью метода, для анализа необходимо отбирать 750-1000 мл водной вытяжки;
2. сконцентрированную пробу после упаривания из концентратора количественно переносят в градуировочную пробирку до объема 0,5 мл. Из этого объема на хроматографическую пластину в центре наносят 3 аликвотные части-0,25; 0,1 и 0,05 мл; и рядом наносят не менее 2-3 концентраций стандартов, (если для анализа отбирают 750-1000 мл водной вытяжки). При проведении одного анализа на хроматографическую пластину рядом с аликвотными частями пробы можно наносить концентрации стандартного раствора в хлороформе (не менее 4-5; 1/10 ДУ; 1/5 ДУ; ДУ; 2 ДУ). Расчет содержания вещества в 1л водной вытяжки проводят по формуле, указанной в методике. Причем в этом случае в формуле расчета необходимо учитывать коэффициент поправки для определения вещества в водопроводной воде.

В том случае, если для анализа отбирают 250–500 мл водной вытяжки (при чувствительности метода не менее чем на I порядок ниже ДУ), в качестве стандартов на хроматографическую пластину наносят следующие концентрации: I/25 ДУ; I/I0 ДУ; I/5 ДУ; I/2 ДУ; ДУ.

Если чувствительность метода на несколько порядков ниже ДУ вещества (в случае определения цинка, капролактама) для анализа отбирается I00–250 мл водной вытяжки, а в качестве стандартов на хроматографическую пластину наносят следующие концентрации: I/I00 ДУ; I/50 ДУ; I/25 ДУ; I/I0 ДУ;

3. . при количественном определении веществ с применением ХТС учитывается зависимость: концентрация – площадь пятна, поэтому обязательно необходимо предварительно построить градуировочную кривую на концентрациях, указанных выше для каждого конкретного случая. Причем, вещество вносят в делительные воронки, предварительно заполненные водопроводной водой, в объеме, равном объему пробы (в каждом конкретном случае разном, т.е. от I00 до 750 мл., см. методику) и проводят по всему ходу анализа.

При построении градуировочной кривой проводят не менее 3 параллельных серий.

После детектирования зон локализации вещества измеряют площадь полученных пятен и строят градуировочную кривую в зависимости: площадь пятна-концентрация.

Более достоверные результаты анализа получают при использовании градуировочной кривой.

Примечание. При построении градуировочной кривой необходимо использовать стандартные растворы, приготовленные не на хлороформе, а на растворителях, которые хорошо растворяются в воде (в основном, этиловом спирте). Поэтому, если в методике указывается стандартный раствор, приготовленный на хлороформе, то его

рекомендуют использовать при нанесении на хроматографическую пластину, т.к. хлороформ быстрее улетучивается, чем этанол.

4. Приборы и посуда необходимые для постановки всех методик с использованием ХТС.

I. Камера для хроматографирования (стеклянный сосуд с притертой крышкой),

2. пульверизатор стеклянный,.

3. прибор для отгонки растворителей на шлифах, и концентраторы на шлифах, емкостью 30-50, 75 мл,

4. микропипетки на 0,I, с ценой деления на 0,00I,

5. воронки делительные на 500 и I000 мл,

6. колбы мерные, емкостью 50 и I00 мл,

7. воронки химические,

8. весы аналитические,

9. пипетки на I и 5 мл,

I0. хроматографические пластины "Silufol" (производство ЧССР) размером I5 x I5 $см^2$ или 20 x 20 $см^2$,

II. колбы конические, емкостью 500-I000 мл,

I2. колбы круглодонные, емкостью 250 мл,

I3. воронки делительные, емкостью 500-I000 мл,

I4. сушильный шкаф,

I5. термостат,

I6. баня водяная,

I7. электрическая плитка с закрытой спиралью.

ПРИГОТОВЛЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ РАСТВОРОВ:

I. Твердые порошкообразные или кристаллические вещества должны быть сухими, химически чистыми. При вычислении навески необходимо учитывать кристаллизационную воду.

Стандартный раствор готовят из точно вычисленной и взятой на

аналитических весах навески и растворяют ее в определенном объеме, указанного в методике растворителя.

Предположим, что нужно приготовить 100 мл стандартного раствора с содержанием 100 мкг искомого вещества в 1 мл раствора, т.е. в 100 мл содержится 10 мг иона этого вещества. Если обозначить молекулярную массу соединения, из которого готовят стандартный раствор- "а", содержание в нем иона искомого вещества "a_I", то необходимая навеска "Х" составит:

$$X = \frac{a \times 10}{a_I} \text{ (мг)}$$

2. Жидкие вещества предварительно перегоняют (стирол, фенол). В некоторых случаях стандартный раствор готовят из вещества, применяемого на производстве, без перегонки (фталаты).

Чтобы получить основной стандартный раствор, в мерную колбу наливают 10-20 мл растворителя, закрывают пробкой и взвешивают на аналитических весах. Затем вносят в колбу 0,05-0,1 мл исследуемого жидкого вещества и взвешивают вторично. Соответствующим разбавлением готовят рабочие стандартные растворы.

Стандартные растворы необходимо хранить непродолжительное время (несколько месяцев) в темном холодном месте в склянках с притертыми пробками.

3. Приведенные в формулах расчета количественного определения веществ коэффициенты поправки используют при вычислениях только в тех случаях, когда при количественном определении пользуются не градуировочной кривой, а непосредственно, стандартными растворами.

ТСХ относят в основном к качественным и полуколичественным методам анализа. Используя основное назначение ТСХ-разделение химической смеси и идентификацию токсических веществ, разработаны условия для количественного определения фталатов (диоктил- и дибутилфталат), формальдегида, фенола, дифенилолпропана, стирола и металлов (цинка и свинца) с применением спектрофотометра или

фотоэлектроколориметра.

При количественном определении вещества для анализа отбирают не менее 500-1000 мл водной вытяжки из ПМ. Сконцентрированные экстракты веществ и стандарты наносят в виде полос (см.рис.2). Причем последней (крайняя справа) наносится концентрация стандарта на уровне 1/2 -1 ДУ

На одну пластину можно нанести 6-9 проб; для одновременного проведения качественного и количественного анализа из одной пробы наносят несколько аликвотных частей: две минимальные-для качественного и одну максимальную-для количественного анализа (так, например, из объема экстракта 0,3 мл две аликвотные части пробы 0,01 и 0,05 наносят для качественного, а 0,2 мл-для количественного определения вещества).

После хроматографирования пластину вынимают из хроматографической камеры, высушивают от паров растворителей, отрезают ножницами крайнюю справа полоску пластины со стандартной концентрацией (ту часть пластины, на которой нанесены аликвотные части пробы для качественного определения), и обрабатывают реактивами, указанными в соответствующей методике.

Обнаруженные зоны локализации стандарта и вещества в аликвотных частях пробы позволяют сделать вывод о наличии или отсутствии определяемого компонента. Затем отрезанную крайнюю полоску со стандартом прикладывают к основной части пластины и с помощью карандаша проводят поперечные линии, отмечая приблизительные зоны локализации вещества в виде квадратов. Отмеченные карандашом квадраты вырезают, осторожно сгибают в виде трубочек так, чтобы на внешней стороне находился сорбент с веществом, и помещают в пробирки на шлифах. В пробирки заливают по 5 мл растворителя элюента и энергично встряхивают в течение 1-2 минут вручную (или помещают на центрифугу).

Через 5-10 минут отделяют квадраты пластины от растворите-

ля и измеряют оптическую плотность бесцветных или (после добавления соответствующих реактивов) окрашенных растворов (таблица3).

При построении градуировочных кривых использованы, как стандартные растворы, так и экстракты этих веществ из водных или модельных сред. Потери при использовании экстрактов составляют 5-10%. Поэтому для количественного определения вещества рекомендуется строить градуировочную кривую на той модельной среде, которая будет применяться для анализа ПМ.

Прямолинейная зависимость между значениями оптической плотности и концентрацией вещества сохраняется, включая процесс экстракции из воды, хроматографирование и элюирование вещества с пластины, в интервале от I/2 - I/3 до I,5-2 ДУ.

Рис. 2

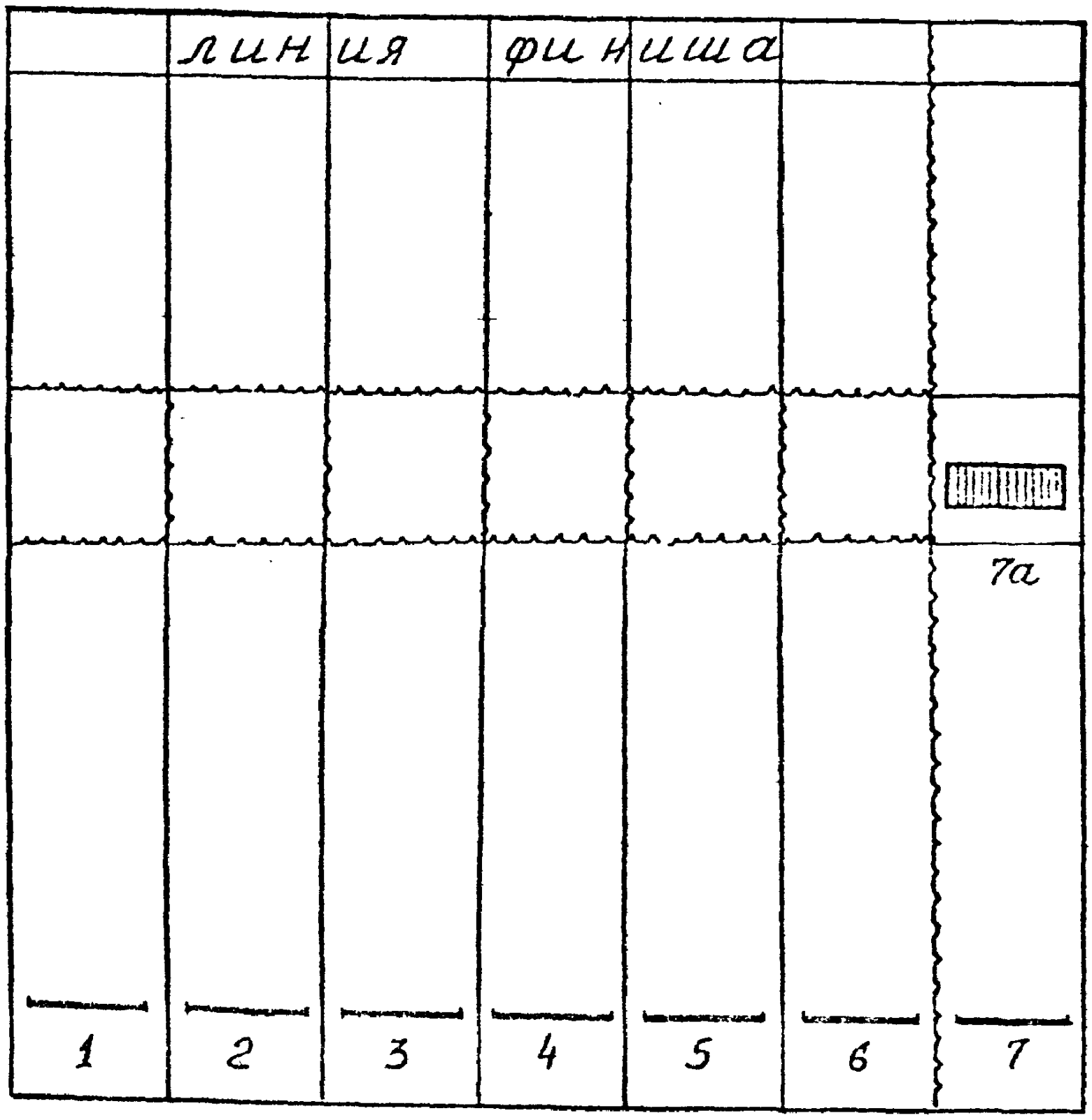

Таблица 3

Условия количественного определения веществ методом ТСХ

Вещество	Элюент для извлечения вещества с пластины	Длина волны при которой измеряют оптическую плотность нм (ммк)	Реактивы для получения окрашенных растворов	Минимально определяемая концентрация вещества мг/л
Диоктилфталат Дибутилфталат	ЭТАНОЛ	275	———	0,03
Цинк	АЦЕТОН	440-460	1% хлорид меди в водном растворе уксусной к-ты (1:4)-1-2 капли	0,01
Свинец				0,025
Формальдегид	ХЛОРОФОРМ	260	-----	0,01
Стирол	ХЛОРОФОРМ	440 - 460	раствор дитизона в хлороформе-0,001% - 5 мл	0,01
Фенол	АЦЕТОН	475 - 500	0,1 мл-пара-нитрофенилдиазония (50 мл 0,5% пара-нитроанилина в воде +3мл конц. HCl и 0,05 мл 25% $NaNO_2$) и 0,2 мл 5% NaOH	0,005
Дифенилолпропан				0,01

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ.

7.I. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТИРОЛА.

Принцип метода.

Метод основан на извлечении стирола из воды экстрактивной дистилляцией с этанолом, переведении его в нелетучее ртутьорганическое соединение и последующем хроматографировании в тонком слое сорбента / стандартные хроматографические пластинки "Силуфол" , размером I5xI5 или 20x20 см. Производство ЧССР /.

Хроматографирование проводят в системе бензол (или толуол):этилацетат (30:I,5). Для обнаружения зон локализации ртутноорганического комплекса стирола используют раствор дитизона в хлороформе. Зоны локализации комплекса проявляются на пластине в виде желто-оранжевых пятен на светло-голубом фоне с R_f = 0,70-0,05.

Диапазон определяемых концентраций (в 250 мл воды) I-I0 мкг. Предел обнаружения в анализируемой пробе - I мкг. Чувствительность метода- 0,005 мг/л.

Метод селективен. Определению стирола не мешают акрилонитрил, метилметакрилат, винилацетат.

Реактивы.

I. Хлороформ.

2. Стирол перегнанный.

3. Бензол.

4.Этилацетат (этиловый эфир уксусной кислоты).

5. Натрий сернокислый безводный.

6. Спирт этиловый 96^0, ректификат.

7. Ледяная уксусная кислота.

8. Ртуть уксуснокислая окисная.

При длительном хранении цвет реактива становится желтоватым. Для очистки реактив перекристаллизовывают из подкисленного уксусной кислотой водного раствора. Для этого 5 г соли растворяют при подогревании в 15 мл воды, подкисленной 3 мл ледяной уксусной кислоты и осторожно упаривают раствор при температуре 60-70°С на водяной бане. Кристаллы с поверхности отделяют от маточного раствора, сушат между листами фильтровальной бумаги при комнатной температуре и сохраняют в банке из темного стекла. 0,01% раствор уксуснокислой ртути приготавливают на этиловом спирте, подкисленном 0,5 мл ледяной уксусной кислоты.

9. 0,25% раствор дитизона в хлороформе.

10. Рабочий стандартный раствор стирола приготавливают путем разбавления стандартного раствора в этаноле до концентрации 10мкг/мл. Раствор годен в течении нескольких дней при хранении в холодильнике.

11. Стандартный раствор ртутьорганического производного стирола в хлороформе концентрацией 50 мкг/мл. В мерную колбу на 50мл наливают 10 мл этилового спирта, вносят туда же не менее 3,0мг стирола, вносят 7,5 мг ацетата ртути и 0,5мл уксусной кислоты. Взбалтывают содержимое колбы до полного растворения ацетата ртути и колбу помещают на 30 мин в сушильный шкаф или термостат при температуре 40-60°С, для образования ртутьпроизводного комплекса стирола. По истечении указанного времени колбу вынимают из термостата (или сушильного шкафа) и доводят объем раствора до метки хлороформом.

12. Прибор для отгонки с водяным паром на шлифах (круглодонная или коническая колба емкостью 500 мл, насадка Вирца, холодильник Либиха, аллонж с вытянутым концом, колба-приемник, грушевидная емкостью 50 мл).

Ход определения.

Для проведения анализа 250-500 мл вытяжки помещают в круглодонную или коническую колбу, добавляют в нее 25 мл этанола и с помощью насадки Вюрца соединяют колбу с прямым холодильником. Из колбы (помещенной над закрытой электроплиткой) отгоняют в колбу приемник 50-55 мл дистиллята. В колбу приемник предварительно перед началом отгонки заливают 0,5 мл 0,01 % раствора ацетата ртути в спирте. После отгона дистиллята колбу приемник закрывают пробкой, содержимое колбы тщательно перемешивают и помещают в термостат или сушильный шкаф на 30 минут при температуре 40-60° С для проведения реакции меркурирования. По истечении указанного времени содержимое колбы-приемника количественно переносят (сливая водопроводной водой) в делительную воронку и проводят экстракцию трижды хлороформом по 3-5 минут. Экстракты объединяют, осушают безводным сульфатом натрия, переносят в концентраторы и упаривают на водяной бане. Нанесение пробы на пластину см. на стр.23. п. 2.

Рядом с пятнами пробы наносят стандартные растворы стирола с ацетатом ртути (комплекса). Диаметр всех пятен нанесенных на пластину не должен превышать 0,5 см. Хроматографирование проводят в хроматографической камере заполненной смесью бензола (или толуола) и этилацетата (30:1,5). После поднятия подвижной системы на высоту 13 см / или при использовании пластин размером 20х20 см-на высоту 18 см / пластину вынимают из хроматографической камеры и высушивают на воздухе от растворителей. Зоны локализации комплекса стирола с ацетатом ртути с R_f = 0,75- 0,05 определяют после опрыскивания пластины 0,25% раствором дитизона в хлороформе в виде желто-оранжевых пятен на голубом фоне.

Количественное определение проводят так, как описано на стр.23.. п. 3.

Количество стирола в анализируемой пробе, мг / л (С), рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{a \times 1000}{B \times K} \text{ мг / л}$$

где а – количество стирола в анализируемом объеме раствора, мг,

В – объем вытяжки, взятый для анализа, мл.

К – поправочный коэфициент для определения стирола данным методом, учитывающий ошибки при экстракции, дистилляции и меркурировании равен– 0,7

7.2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФЕНОЛА И ДИФЕНИЛОЛПРОПАНА.

ПРИНЦИП МЕТОДА

Метод основан на экстракции препаратов органическим растворителем из водн с последующим хроматографированием.

Чувствительность определения дифенилолпропана и фенола при обнаружении в виде азокрасителей – 0,001 мг / л.

РЕАКТИВЫ.

1. Ацетон
2. Бензол ч.д.а.
3. Этилацетат (этиловый эфир уксусной кислоты) х.ч.,
4. Натрий сернокислый безводный ч.д.а.,
5. Натрий азотистокислый ,х.ч.,
6. Соляная кислота х. ч..
7. Хлороформ $CHCl_3$, ч. д. а..
8. п- Нитроанилин. ч. д. а..
9. Фенол ч. д. а., стандартный раствор в этаноле и хлороформе, концентрации 100 мкг / мл.
10. Дифенилолпропан, стандартный раствор в этаноле и хлороформе концентрации 100 мкг / мл.

II. Проявляющий реактив - смесь двух растворов:

а) 0,1 г п - нитроанилина растворяются в 0,5 мл 25% соляной кислоты и доводят до 100 мл дистиллированной водой.

б) 5% водный раствор нитрита натрия.

Перед проявлением оба раствора смешивают в соотношении 10:1.

Для анализа используют перекристаллизованный дифенилолпропан и перегнанный фенол.

Дифенилолпропан растворяют 1:1 в 70%-ой уксусной кислоте, нагретой до 65°С, данную температуру поддерживают при нагревании в водяной бане. Далее раствор охлаждают до температуры 18-20°С в течение часа в водяной бане, имеющей температуру около 10-12°С. Выпавший кристаллический осадок отделяют фильтрованием через стеклянный фильтр № 3, промывают небольшим количеством холодной дистиллированной воды, снова растворяют в 70%-ой уксусной кислоте и проводят переосаждение как указано выше. Полученный осадок отделяют фильтрованием через стеклянный фильтр № 3, промывают холодной дистиллированной водой до нейтральной реакции промывных вод, высушивают в сушильном шкафу при температуре 70°С в течение суток и определяют точку плавления.

Фенол для приготовления стандартного раствора перегоняют как указано ниже.

Перегонка фенола. 5-7 г фенола помещают в колбу Вирца емкостью 50 мл, снабженную термометром и прямым воздушным холодильником, осторожно нагревают на асбестовой сетке и собирают в приемник фракцию фенола, кипящую при 180°С, предварительно отбросив первые 8-10 капель отгона. Свежеперегнанный фенол следует сохранять в плотно закупоренной посуде, в затемненном от света месте.

Ход определения.

500-1000 мл вытяжки из полимерного материала, помещают в делительную воронку и экстрагируют трижды по 20-25 мл хлороформом. Экстракты объединяют, сушат над слоем безводного сернокислого натрия и упаривают в приборе для отгонки растворителя до объема 0,2-0,3 мл. Нанесение проб на хроматографическую пластину см. на стр.23.п.2.

Диаметр наносимого на слой сорбента пятна не должен превышать 0,5 см. Хроматографирование производят в герметической камере, заполненной системой растворителей: бензол-этилацетат 9:1. фронт системы растворителей поднимают по слою сорбента на высоту 18 см. После этого пластинку высушивают на воздухе до отсутствия запаха растворителей и опрыскивают проявляющим реактивом.

Зоны локализации веществ проявляются на пластине в виде желтых пятен с величиной для дифенилолпропана - 0,33 - 0,05$ фенола - 0,7 - 0,05.

Для количественной оценки пластинку дополнительно опрыскивают 15% раствором щелочи. Пятна приобретают окраску от светло-розового до оранжевого цвета.

Количественное определение см. на стр.23. п. 3.

Расчет количественного содержания веществ производят по формуле:

$$C = \frac{a \times 1000}{K \times B} \text{ МГ / Л ;}$$ где

С - определяемое содержание вещества, в мг/л

В - количество мл вытяжки, взятой для исследования;

А - содержание вещества в анализируемом объеме пробы,- мг;

К - коэффициент поправки для фенола 0,3, для дифенилолпропана 0,4.

7.3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИОКТИЛФТАЛАТА

Принцип метода.

Метод основан на экстракции диоктилфталата из воды хлороформом и последующим хроматографировании на пластинках "Silufol".

Чувствительность метода – 0,05 мг/л.

Метод селективен. Определению диоктилфталата не мешает дибутилфталат и другие фталаты.

Реактивы.

1. Бензол, х.ч. (или толуол)
2. Хлороформ...
3. Натрий сернокислый, безводный,
4. Соляная кислота,
5. Фосфорномолибденовая кислота,
6. Этиловый спирт, гидролизный.
7. Проявляющий реактив: 15-10% раствор фосфорномолибденовой кислоты в этиловом спирте с добавлением 4мл концентрированной соляной кислоты.
8. Этилацетат.
9. Камера с аммиаком.

Ход определения.

Для анализа отбирают в делительную воронку 500 мл водной вытяжки и экстрагируют хлороформом трижды по 20 мл в течение 3-5 минут каждый раз. Объединенные экстракты пропускают через безводный сульфат натрия и упаривают на водяной бане до 0,2-0,3 мл.

Нанесение пробы на пластину см. на стр. 23.. п. 2.

Хроматографирование проводят в системе, толуол: этилацетат (95:5) После подъема подвижной системы на высоту 13-14см пластину вынимают из хроматографической камеры и оставляют в вытяжном шкафу на 5-10минут для улетучивания растворителей. После чего пластину опрыскивают проявляющим реактивом и помещают на 10-15 минут в сушильный шкаф при температуре 100-120°С.

Зоны локализации диоктилфталата проявляются на пластине в виде синих пятен на слегка зеленоватом фоне с R_f = 0,7-0,09. Для осветления фона пластину помещают в камеру с аммиаком на 10-15 минут.

Количественное определение проводят ... см. стр. 43 п. 3.

Расчет концентрации диоктилфталата (С) в пробе проводят по формуле

$$C = \frac{a}{K} \times \frac{1000}{в} \text{ МГ / Л, где}$$

а- концентрация диоктилфталата в анализируемом объеме, мг;

в - объем пробы, взятой для анализа, мл

К - коэффициент поправки равный 0,7

7.4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИБУТИЛФТАЛАТА

Принцип метода.

Метод основан на экстракции дибутилфталата из водных растворов хлороформом и дальнейшим хроматографировании в тонком слое силикагеля. Для проявления хроматограмм применена реакция получения флуоресцеина (при обработки хроматограммы 20% раствором резорцина в этаноле и выдерживании в сушильном шкафу при 150° С в течение 10 минут происходит гидролиз фталата и дальнейшая конденсация фталевой кислоты с резорцином с образованием флуоресцеина).

Полученные на хроматограмме пятна окрашены в желто-оранжевый цвет и флуоресцируют в Уф-свете.

Чувствительность метода 0,01мг/л.

Определению дибутилфталата не мешают другие эфиры фталевой кислоты.

Реактивы.

1. Серная кислота, 4н. водный раствор.
2. Хлороформ, х.ч.
3. Бензол, х.ч.
4. Аммиак, (газообразный) (на дно эксикатора наливают водный раствор аммиака).
5. Стандартный раствор дибутилфталата в этаноле и хлороформе

6. Проявляющий реактив: 20%- ный раствор резорцина в этаноле (с небольшой добавкой хлорида цинка) и 4н H_2SO_4 смешивают в соотношении I:I по объему. Реактив применяют свежеприготовленный

Ход определения.

Для анализа в делительные воронки на I000 мл отбирают 500 мл исследуемой водной вытяжки из полимерного материала и трижды экстрагируют хлороформом (по 25-30 мл в течение 3-5 минут). Весь собранный экстракт пропускают через безводный сернокислый натрий и отгоняют растворитель на водяной бане на приборе для отгонки растворителей до объема 0,2-0,3 мл. Нанесение проб на пластины см. на стр. 23 п. 2. Хроматографирование проводят в системе-бензол.

После поднятия элюента на высоту I3 см, пластинку вынимают из камеры, сушат на воздухе и опрыскивают проявляющим реактивом. Затем пластину помещают в сушильный шкаф на I0 мин при I00-I20° С. После чего пластину вынимают из шкафа, охлаждают на воздухе и помещают в эксикатор с газообразным аммиаком. Зоны локализации дибутилфталата проявляются на пластине в виде желто-розовых пятен с R_f = 0,60- 0,05.

Количественное определение дибутилфталата проводят так как рекомендовано на стр. 23 п. 3.

Расчет результатов анализа проводят по следующей формуле:

$$C = \frac{a \times 1000}{B \times K} \text{ мг/ л. ;}$$

где С- содержание дибутилфталата, в мг/ л ;

а - количество дибутилфталата в анализируемом объеме, в мг.

в - объем вытяжки, взятый для анализа, мл;

к - коэффициент экстракции дибутилфталата для водопроводной воды, равен 0,5.

7.5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СВИНЦА.

Принцип метода.

Метод основан на образовании комплекса ионов свинца с диэтилдитиокарбаминатом натрия в щелочной среде (pH 8,5÷ 9), экстракции образовавшегося комплекса из водных сред хлороформом и последующим хроматографическом определении на стандартных пластинах "Silufol" - UV - 254, или "Silufol-K"

Чувствительность метода 0,01 мг/л.

Реактивы.

1. Хлороформ.
2. Бензол, или толуол,
3. Дитизон, 0,05- 0,1% раствор в хлороформе.
4. Аммиак, 25% водный раствор,
5. Диэтилдитиокарбаминат натрия, 1% водный раствор.
6. Натрий сернокислый, безводный.
7. Стандартный раствор свинца с диэтилдитиокарбаминатом натрия с содержанием вещества 100 мкг/ мл. В делительную воронку помещают 500 мл водопроводной воды, добавляют 10 мл водного раствора растворимой в воде соли свинца с содержанием 1мг/мл, 1 мл буферного раствора, 3 мл 2% водного раствора диэтилдитиокарбамината натрия и экстрагируют трижды по 25 мл хлороформом. Объединенные экстракты хлороформа пропускают через сульфат натрия безводный и переносят в мерную колбу на 100 мл. Для получения концентрации раствора 100 мкг/ мл в мерную колбу до метки наливают хлороформ. Хранят раствор в темной склянке с притертой пробкой.
8. Буферный раствор: 35 г хлористого аммония растворяют в 285 мл 25% водного раствора аммиака.
9. Газообразный аммиак (на дно эксикатора наливают 25% аммиак)

Ход определения.

Для проведения анализа в делительные воронки отбирают по 500мл водной вытяжки из полимерных материалов. Для создания pH 8, 5-9 к пробам добавляют I мл буферного раствора и 0,5 мл I% водного раствора диэтилдитиокарбамината натрия. Экстракцию проводят хлороформом три раза по 20-25 мл. в течение 3-5 мин. Объединенные экстракты пропускают через безводный сульфат натрия и упаривают на водяной бане до объема 0,2 мл. Нанесение проб на хроматографическую пластину см. на стр.25 п. 2.

Хроматографирование проводят в стеклянной камере, заполненной смесью растворителей: Бензол или толуол: хлороформ (I:I). После поднятия подвижной системы на высоту I0-I2 или I8 см пластину вынимают из камеры и помещают в сушильный шкаф на 5-7 минут при температуре I00-I20° С. Детектирование веществ на пластине проводят раствором дитизона в хлороформе. После опрыскивания пластины раствором дитизона пластину помещают в камеру с аммиаком на I0-I5мин.

Зоны локализации свинца с дитизоном проявляются в виде розово-малиновых пятен на светлом фоне с R_f = 0,45± 0,05. Количественное определение свинца проводят так, как рекомендовано на стр.23 п.3.

Количественное содержание свинца в пробах рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{A \times 1000}{B \times K} \text{ МГ/Л , где}$$

A – количество свинца, обнаруженое в анализируемом объеме пробы мг.

B – объем пробы, взятый для анализа, мг;

K – коэффициент поправки – 0,75.

7.6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАДМИЯ

Принцип метода:

Метод основан на образовании комплекса ионов кадмия с диэтилдитиокарбаминатом натрия в щелочной среде (PH-9-10), экстракции комплексного соединения кадмия хлороформом и последующим разделением комплекса в тонком слое силикагеля.

Чувствительность метода - 0,01 мг/л.

Реактивы.

1. Хлороформ, х. ч.
2. Диэтилдитиокарбаминат натрия, 1% водный раствор
3. Хлористый аммоний , хч.
4. Аммиак, 25% водный раствор, хч.
5. Диэтиламин, хч.
6. Проявляющий раствор - 0,05- 0,1% раствор дитизона в хлороформе
7. Натрий сернокислый безводный, хч
8. Стандартный раствор кадмия с диэтилдитиокарбаминатом натрия с содержанием препарата 200 мкг/мл. В делительную воронку помещают 100-500мл водопроводной воды, добавляют 20 мл водного раствора растворимой в воде соли кадмия с содержанием кадмия 1000 мкг/мл, 1 мл буферного раствора, 5 мл 2% водного раствора диэтилдитиокарбамината натрия и экстрагируют трижды по 25 мл хлороформом. Объединенные экстракты пропускают через безводный сульфат натрия и переносят в мерную колбу на 100 мл. Для получения концентрации раствора 200 мкг/мл в мерную колбу до метки доливают хлороформ. Хранят раствор в темной склянке с притертой пробкой.

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

Ход определения:

2 л вытяжки упаривают до 500мл, Для создания $_{p}H$ 9-10 к пробе добавляют 1-2мл буферного раствора, 0,5 мл 1% водного раствора диэтилдитиокарбамината натрия и проводят экстракцию хлороформом по 20-25 мл в течении 3-5 минут. Экстракцию хлороформом проводят трижды (каждый раз по 20-25 мл).

Объединенные экстракты пропускают через безводный сульфат натрия и упаривают на водяной бане до объема 0,1 мл. Нанесение проб на хроматографическую пластину см. на стр 23 п. 2. Хроматографирование проводят в стеклянной камере, заполненной смесью растворителей: гексан; хлороформ; диэтиламин (20:2:1). После поднятия подвижной системы на высоту 13-18 см пластинку вынимают из камеры, высушивают в сушильном шкафу при температуре 80-100° С до удаления паров растворителей, а затем проявляют 0,05-0,1% раствором дитизона в хлороформе. После чего пластину помещают в камеру с газообразным аммиаком. Зона локализации кадмия с дитизоном проявляется в виде оранжево-красных пятен на белом фоне с R_f = 0,65- 0,05.

Количественное определение кадмия см. на стр 23 п. 3.

Количественное содержание кадмия в воде рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{A \times 1000}{B \times K} \text{ МГ / Л , где}$$

A - Количество кадмия, найденного в анализируемой объеме пробы: мг;

B - Объем пробы, взятый для анализа; мл: ,

K - Коэффициент поправки при определении кадмия- 0,65.

7.7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЦИНКА.

Принцип метода

Метод основан на образовании комплекса цинка с диэтилдитиокарбаминатом натрия, экстракции образовавшегося комплекса из воды хлороформом и последующим хроматографировании на стандартных хроматографических пластинках "Silufol" (без добавки).

Метод селективен. Определению цинка не мешают медь, свинец, никель, кобальт.

Чувствительность метода - 0,01 мг/л.

Реактивы

1. Бензол, хч.,
2. Хлороформ, хч.
3. Диэтилдитиокарбаминат натрия, 1% водный раствор.
4. Сульфат натрия, безводный.
5. Проявляющий реактив: Дитизон, 0,05-0,1% раствор в хлороформе.
6. Стандартный раствор цинка с диэтилдитиокарбаминатом натрия. В делительную воронку помещают 500 мл водопроводной воды, добавляют 20 мл водного раствора соли цинка с содержанием катиона цинка 1 мг/мл, 5 мл 1% водного раствора диэтилдитиокарбамината натрия, перемешивают содержимое и проводят экстракцию образовавшегося комплекса хлороформом (трижды по 25 мл). Объединенные экстракты хлороформа пропускают через безводный сульфат натрия и переносят в мерную колбу на 100 мл. Для получения концентрации раствора 200 мкг/мл объем раствора в мерной колбе доводят до метки хлороформом. Раствор устойчив в течение 3 месяцев при хранении в склянке с притертой пробкой в холодильнике.
7. Газообразный аммиак (эксикатор на дно которого налит водный раствор (25%) аммиак).

Ход определения.

Для проведения анализа в делительную воронку помещают 250 мл водной вытяжки из полимерного материала, добавляют 0,5 мл 1% водного раствора диэтилдитиокарбамината натрия, перемешивают и проводят экстракцию образовавшегося комплекса хлороформом трижды по 10-15 мл в течение 3-5 минут. Объединенные экстракты хлороформа пропускают через безводный сульфат натрия и упаривают на водяной бане до 0,1-0,2 мл.

Нанесение пробы на хроматографическую пластину проводят так, как указано на стр. 23 п. 2.

Хроматографирование проводят в камере, заполненной смесью бензол : хлороформ (1:1) по объему. После поднятия подвижной системы на высоту 13 или 18 см пластину вынимают из хроматографической камеры и помещают в сушильный шкаф на 5-7 минут при 100-120°С для улетучивания растворителей, а затем обрабатывают раствором дитизона в хлороформе. После чего пластину помещают в камеру с газообразным аммиаком для осветления фона пластины.

Зоны локализации цинка с дитизоном проявляют в виде розовых пятен на слегка желтоватом фоне с R_f = 0,8-0,05.

Количественное определение цинка проводят так, как рекомендовано на стр. 23 п. 3.

Расчет концентрации цинка в анализируемой пробе проводят по формуле:

$$C = \frac{a \times 1000}{B \times K} \text{ мг/л, где}$$

C - концентрация цинка в анализируемой пробе, мг/л.

a - содержание цинка в анализируемом объеме пробы мг;

B - объем пробы, взятый для анализа, мл

K - коэффициент поправки для определения цинка - 0,75

7.8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАПРОЛАКТАМА.

Принцип метода.

Метод основан на извлечении капролактама из воды органическим растворителем, концентрировании экстракта, хроматографировании в тонком слое сорбента и проявлении препарата по реакции N- галогенирования.

Чувствительность метода - 0,02 мг/л.

Реактивы.

1. Калий иодистый, 1% водный раствор.
2. Крахмал растворимый, 2% водный раствор.
3. Этиловый спирт, (гидролизный)
4. Калий марганцевокислый.
5. Кислота соляная, концентрированая.
6. Ацетон.
7. Четыреххлористый углерод.
8. Хлороформ.
9. Проявляющий реактив: иод-крахмальный реактив. Перед употреблением смешивают 20 мл 1% водного раствора иодистого калия, 40мл 2% водного раствора крахмала и 20 мл этанола. Раствор пригоден к употреблению до выпадения осадка (2-3 суток).
10. Камера с хлором: на дно эксикатора помещают 2-3г марганцевокислого калия, 10-15 мл концентрированой серной кислоты и закрывают сосуд хорошо притертой крышкой. Через 2-3 минуты камера с хлором готова к работе.
11. Стандартный раствор капролактама в этаноле и хлороформе, концентрации 200 мкг/мл.

Ход определения.

Для анализа отбирают 250 мл водной вытяжки и экстрагируют трижды по 20 мл хлороформом. Объединенный экстракт пропускают через безводный сульфат натрия и упаривают в концентраторе на водяной бане до объема 0,1 мл. Нанесение проб на хроматографическую пластину проводят так, как рекомендовано на стр.23 п. 2. Пластину помещают в хроматографическую камеру, заполненную смесью: ацетон-четыреххлористый углерод (1:1). После подъема жидкости на высоту 14-18 см пластину вынимают из камеры, сушат в вытяжном шкафу в течение 5-10 минут, а затем пластинку помещают в камеру с хлором на 5-7 минут. После улетучивания хлора под вытяжкой пластинку проявляют иод-крахмальным реактивом. Проявление темно-синих пятен на белом фоне с R_f = 0,45-0,08 свидетельствует о наличии капролактама в пробах. Количественную оценку проводят так, как рекомендовано на стр.23 п. 3.

Расчет результатов анализа проводят по формуле:

$$C = \frac{a \times 1000}{в \times к}$$ мг/л; где

С - содержание капролактама в воде, мг/л.

а - количество капролактама, определенное в анализируемом объеме пробы, мг.

в - объем пробы, взятый для анализа, мл.

к - коэффициент поправки равен 0,6

7.9. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФОРМАЛЬДЕГИДА.

Принцип метода.

Метод основан на взаимодействии формальдегида с димедоном, экстракции продукта взаимодействия (формальдимедона) органическим растворителем из водных сред и последующим хроматографировании его на пластинках "Silufol".

Чувствительность метода - 0,01 мг/л

Реактивы.

1. Хлороформ х. ч.
2. Димедон.
3. Стандартный раствор димедона в спирте 200 мкг/мл
4. Стандартный раствор формальдимедона в хлороформе 100 мкг/мл
5. Дистиллированная вода
6. Проявляющий раствор : 0,5% раствор иода в хлороформе
7. Натрий сернокислый безводный чда
8. Спирт этиловый ректификат
9. Получение формальдимедона:

К концентрированному водному раствору 1 г-моль формальдегида прибавляют 2,2 г-моль спиртового раствора димедона (5,5 - диметилдигидрорезорцин) и полученную смесь нагревают на водяной бане в течение 30-45 минут. Смесь охлаждают и продукт конденсации - формальдимедон, отфильтровывают водой и перекристаллизовывают из диметилформамида, Т. пл. 184-186° С.

10. Стандартный раствор формальдегида в воде, концентрации 100мкг/мл.

Ход определения.

К 100 мл водной вытяжки прибавляют 1 мл спиртового раствора димедона (концентрации 200 мкг/мл), нагревают 10 минут на кипящей водяной бане с обратным холодильником. Охлаждают и экстрагируют хлороформом два раза по 15 мл в течение 3-5 минут. Хлороформенные экстракты объединяют, пропускают через фильтр с безводным сульфатом натрия и упаривают на водяной бане до объема 0,1- 0,2 мл. Нанесение проб на хроматографическую пластину проводят так, как рекомендовано на стр.3п. 2. Пластину с нанесенными пробами помещают в камеру для хроматографирования, предварительно заполненную хлороформом. После подъема растворителя на высоту 13-18 см пластину вынимают из камеры и сушат на воздухе в вытяжном шкафу до полного исчезновения запаха растворителя.

Для обнаружения препарата пластинку опрыскивают 0,5% раствором иода в хлороформе. Формальдимедон обнаруживается на пластинках в виде желтых пятен на белом фоне с R_f = 0,48-0,02. Количественное определение вещества проводят так, как рекомендовано на стр.3п. 3.

Расчет содержания формальдегида в воде проводят по формуле:

$$C = \frac{a \times 1000}{в \times к} \quad \text{мг/л, где}$$

а - количество формальдегида в анализируемом объеме пробы, мг ;

в - объем пробы, взятый для анализа, мл ;

к - коэффициент поправки - 0,7.

7.10. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭПИХЛОРГИДРИНА

Принцип метода.

Метод основан на реакционно-хроматографическом определении эпихлоргидрина (ЭХГ). Это достигается путем раскрытия эпоксидного кольца ЭХГ соляной кислотой в присутствии хлористого натрия, дальнейшим извлечением продукта реакции (1,3 - дихлоргидрина глицерина) из водной вытяжки диэтиловым эфиром, концентрированием полученных

экстрактов и определением I,3-дихлоргидрина глицерина на газо-жидкостном хроматографе с пламенно-ионизационным детектором.

Чувствительность метода 0,010 мг/л, или $I,I0^{-6}$ % ЭПХГ. Минимально детектируемое количество I,3 - дихлоргидрина глицерина (ДХГ) $I \cdot I0^{-5}$ мг.

РЕАКТИВЫ.

I. Диэтиловый эфир для наркоза.
2. Гексан очищенный, х.ч.
3. Соляная кислота,ч.
4. Натрий хлористый, х.ч.
5. Стандартный раствор ЭПХГ в гексане (I00мкг/мл, годен I месяц)
6. Стандартный раствор ДХГ в эфире (I00мкг/мл, годен I месяц)
7. Натрий сернокислый безводный, чда.

ОЧИСТКА ГЕКСАНА

Очистку гексана проводят для удаления примесей, мешающих определению. Для этого гексан перемешивают при нагревании на водяной бане (Т 70^0) с серной кислотой (2% от количества гексана) в колбе, снабженной мешалкой и обратным холодильником в течении двух часов. После охлаждения органическую фазу отделяют и повторяют нагрев с перемешиванием с новой порцией кислоты. Процесс повторяют 3-4 раза (пока свежая порция кислоты не перестанет окрашиваться). Очищенный гексан перегоняют при Т. 69-70^0 С.

ПРИБОРЫ И УСЛОВИЯ ХРОМАТОГРАФИРОВАНИЯ ВЕЩЕСТВА

I. Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором
2. Микрошприц МШ-I0
3. Азот особой чистоты, расход газа-носителя 40 мл/мин.
4. Водород технический, марки А.
5. Воздух сжатый или подаваемый компрессором с устройством для его обезвоживания.

6. Колонка длинной 120 см, внутренним диаметром 0,3 см.

7. Неподвижная фаза-15% карбовакс 20 М

8. Твердый носитель (0,147-0,175мм)

9. Температура колонки - 150°

10. Температура испарителя - 160°

В этих условиях время удерживания 1,3 - дихлоргидрин глицерина - 6′04″. Чувствительность усилителя $2 \cdot 10^{-11}$ а

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Для проведения анализа готовят стандартные растворы, содержащие по 4,3,2,1, мкг/мл ЭХГ.

К 200 мл анализируемой воды, прибавляют 5 мл соляной кислоты, 25 г хлористого натрия и кипятят в колбе, снабженной шариковым холодильником, 60 мин. После охлаждения продукт реакции 1,3 - дихлоргидрин глицерина трижды экстрагируют диэтиловым эфиром (30,15,15 мл) в течении 10 мин. каждый раз. Экстракты объединяют и пропускают через безводный натрий сернокислый для удаления остатков влаги, упаривают на водяной бане (40°) до объема 0,2 мл, 2мкл полученного концентрата вводят в хроматограф микрошприцем, предварительно промытым диэтиловым эфиром. Для количественного определения несколько концентраций эпихлоргидрина: 1/2 ДУ; ДУ; 2ДУ;4ДУ; проводят по всему ходу анализа.

На основании полученных данных строят калибровочный график, выражающий зависимость высоты пика ДХГ на хроматограмме от концентрации ЭХГ в растворе. Для достоверности результатов делают 3 параллельных определения. Содержание ЭХГ в анализируемой пробе определяют по калибровочной кривой.

7.II. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОБАЛЬТА И НИКЕЛЯ.

Принцип метода.

Метод основан на образовании комплексов кобальта никеля с диэтилдитиокарбаминатом натрия в нейтральной среде, экстракции образовавшихся комплексов из воды хлороформом и последующим хроматографированием на стандартных хроматографических пластинах " Silufol " (без добавки).

Метод селективен. Определению никеля и кобальта не мешают медь, цинк, свинец, кадмий.

Минимально определяемое количество никеля 5 мкг в 500 мл воды, кобальта 25 мкг в 500 мл воды. Чувствительность метода для кобальта 0,05 мг/л, для никеля 0,01 мг/л.

Реактивы.

1. Бензол, х.ч.
2. Хлороформ, х.ч.
3. Толуол, х.ч.
4. Диэтилдитиокарбаминат натрия, 1% водный раствор
5. Дитизон, 0,05-0,1% раствор в хлороформе.
6. Стандартный раствор диэтилдитиокарбамината кобальта в хлороформе, концентрации 500 мкг/мл. Для приготовления раствора в делительную воронку помещают 475 мл водопроводной воды и 50мл водного стандартного раствора кобальта, добавляют 5мл 1% раствора диэтилдитиокарбамината натрия , перемешивают и проводят экстракцию хлороформом в течение 5 минут три раза по 30 мл. Объединенные экстракты пропускают через безводный сульфат натрия в мерную колбу на 100 мл и до метки добавляют хлороформ.

7. Стандартный раствор диэтилдитиокарбамината никеля в хлороформе концентрации 250 мкг/мл В делительную воронку помещают 475 мл водопроводной воды и 25 мл водного стандартного раствора никеля, добавляют 2,5 мл I% водного раствора I% водного раствора диэтилдитиокарбамината натрия, перемешивают и проводят экстракцию хлороформом в течение 5 минут три раза по 30 мл.
8. Стандартные растворы кобальта и никеля в воде концентрации 1000 мкг/ мл.
9. Газообразный аммиак (на дно эксикатора заливают водный раствор 25% аммиака).

Ход определения.

Для проведения анализа в делительную воронку помещают 500 мл водной вытяжки, добавляют I мл I% водного раствора диэтилдитиокарбамината, перемешивают и проводят экстракцию хлороформом трижды по 20-25мл в течение 3-5 минут. Полученные объединенные экстракты пропускают через безводный сульфат натрия и упаривают на водяной бане в приборе для отгонки растворителя до объема 0,I-0,2 мл.

Нанесение проб на хроматографическую пластину проводят так, как рекомендовано на стр.13 п. 2.

Хроматографирование проводят в системе бензол (или толуол) : хлороформ в соотношении I:I по объему. После поднятия подвижной системы на высоту I3-I8 см пластину вынимают из камеры, высушивают от растворителей в вытяжном или сушильном шкафу при I00°С и обрабатывают 0,05 раствором дитизона в хлороформе. Зоны локализации кобальта проявляются в виде зеленых пятен на белом фоне даже без обработки пластины раствором дитизона с R_f = 0,95-0,98. После обработка пластины дитизоном и газообразным аммиаком зоны локализации кобальта проявляются в виде темнозеленых пятен на светлом фоне.

Зоны локализации никеля после обработки пластины дитизоном и газообразным аммиаком проявляются в виде яркосиних пятен на светлом фоне, с R_f = 0,55 – 0,08

Количественное определение кобальта и никеля проводят так, как рекомендовано на стр. 4 п. 3.

Содержание никеля и кобальта в пробах (С) рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{a \times 1000}{B \times K} \text{ МГ/Л, где}$$

а – содержание никеля или кобальта в анализируемом объеме пробы, мг

В – объем пробы, взятый для исследования, мл

К – коэффициент поправки для никеля – 0,8 и для кобальта – 0,65, используемые в формуле в том случае, когда определение веществ проводится без построения градуировочной кривой.

Приложение I

Гигиенические нормативы для контроля миграции вредных химических веществ из полимерных материалов, применяемых в практике хозяйственно-питьевого водоснабжения [1]

№ п/п	Вещества	Лимитирующий признак вредности	Характер влияния на органолептические показатели качества воды	ДУ мг/л	ПДК[2] мг/л
I	2	3	4	5	6
I.	Азодикарбонамид	с.-т.		0,2	
2.	Алюминий	с.-т.			0,5
3.	Ацетон	с.-т.		2,0	
4.	Барий (Ba^{2+})	с.-т.			0,I
5.	Бензон ОА			н/к	
6.	Бутилакрилат	орг.	привкус		0,0I
7.	Бутилацетат	орг.	привкус	0,3	
8.	Бутилстеарат			н/к	
9.	Винилацетат	с.-т.			0,2
I0.	Гексаметилендиамин	с.-т.			0,0I
II.	Гидроперекись изопропилбензола	с.-т.			0,5
I2.	Гидрохинон	орг.	цветность		0,2
I3.	Диалкилтиодивалериат			н/к	
I4.	Диалкил-3,3'-тиодипропионат			н/к	
I5.	Дибутилмалеинат			н/к	
I6.	Дибутилсебацинат			н/к	
I7.	Дибутилфталат	с.-т.		0,I	
I8.	Дивинилбензол	орг.	привкус	0,0I	
I9.	Динафтилметилдисульфонат натрия	орг.	пенообразование	0,4	
20.	Диоктиладипинат			н/к	
2I.	Диоктилсебацинат			н/к	

1	2	3	4	5	6
22.	Диоктилфталат	с.-т.		0,1	
23.	Дифенилолпропан	орг.	хлорфенольный запах		0,01
24.	Дициклопентадиен	орг.	запах	0,002	
25.	Диэтилентриамин	орг.	запах (60°С)		0,2
26.	Изопрен	орг.	запах		0,005
27.	Изопропиловый спирт	орг.			0,25
28.	Кадмий (Cd^{2+})	с.-т.			0,001
29.	Кальция стеарат			н/к	
30.	Каптакс	орг.	привкус, запах		5,0
31.	Капролактам	с.-т.		0,3	
32.	Кобальт (Co^{2+})	с.-т.			0,1
33.	Медь (Cu^{2+})	орг.	мутность		1,0
34.	Меламин			н/к	
35.	Метанол	с.-т.			3,0
36.	Метилакрилат	орг.	запах		0,02
37.	Метилметакрилат	с.-т.			0,01
38.	β-нафталинсульфонат натрия	орг.	пенообразование	0,5	
39.	Нафтеновые кислоты	орг.		0,3	
40.	Октилэпоксистеарат	орг.	привкус, запах	1,0	
41.	ОП-10	орг.	пенообразование		0,1
42.	Полиэтиленполиамин	с.-т.			0,005
43.	Свинец (Pb^{2+})	с.-т.			0,03
44.	Стеариновая кислота			н/к	
45.	Стирол	орг.	привкус, запах		0,1
46.	Сульфенамид БТ	орг.	привкус		0,05
47.	Тетрагидробензальдегид	орг.	привкус, запах	0,25	
48.	Тетрагидробензиловый эфир	орг.	привкус, запах	0,25	
49.	Тетрагидрофуриловый спирт	орг.	запах	3,0	

I	2	3	4	5	6
50.	Титан (Ti^{4+})	орг.	привкус	4,0	
5I.	Толуол	орг.	запах		0,5
52.	Триэтаноламин	орг.	привкус		I,4
53.	Фенол	орг.	хлорфенольный запах		0,00I[3]
54.	п-фенолсульфокислота	орг.	пенообразование	0,I	
55.	Формальдегид	с.-т.			0,05
56.	Фурфурол	орг.	запах		I,0
57.	Хром (Cr^{3+})	с.-т.			0,5
58.	Хром (Cr^{6+})	с.-т.			0,05
59.	Цинк (Zn^{2+})	с.-т.		5,0	
60.	Эпихлоргидрин	с.-т.			0,0I
6I.	Этилендиамин	орг.	запах		0,2

I- В списке указаны ДУ миграции и ПДК веществ, наиболее часто встречающихся в рецептурах полимерных композиций. Контроль их миграции может проводиться при помощи методов санитарно-химических и органолептических исследований, изложенных в настоящей Инструкции и другой доступной литературе.

2- ПДК используются в качестве гигиенического норматива для веществ, не имеющих утвержденных ДУ миграции. Помимо приведенного перечня в качестве допустимых уровней выделения могут быть использованы утвержденные ПДК в воде, установленные по санитарно-токсикологическому или органолептическому показателю вредности.

3- В нехлорированной воде допускается содержание суммы летучих фенолов в концентрации 0,I мг/л.

Не контролируются ДУ (н/к) для тех веществ, реальная миграция которых значительно ниже порога неблагоприятного действия на органолептические свойства воды и на организм лабораторных животных в хроническом опыте.

Приложение 2

ОРГАНИЗАЦИИ, ПРОВОДЯЩИЕ ГИГИЕНИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ, ПРИМЕНЯЕМЫХ В ВОДОСНАБЖЕНИИ.

1. – ВНИИ гигиены и токсикологии пестицидов, полимеров и пластических масс (г. Киев),
2. – кафедра коммунальной гигиены и кафедра общей гигиены I ММИ им. И. М. Сеченова (г. Москва),
3. – Институт общей и коммунальной гигиены АМН СССР им. А. Н. Сысина (г. Москва),
4. – Киевский НИИ общей и коммунальной гигиены им. А. Н. Марзеева,
5. – Московский НИИ гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана,
6. – НИИ гигиены водного транспорта (г. Москва),
7. – Ленинградский санитарно-гигиенический медицинский институт,
8. – НПО "Пластполимер" (г. Ленинград),
9. – ВНИИ синтетических волокон (г. Калинин).

ЛИТЕРАТУРА

1. Катаева С.Е. Метод определения содержания стирола в водопроводной воде. Пластические массы. 1985, №4 с. 44-45.
2. Крат А.В. Методические подходы к гигиенической оценке полимерных материалов, применяемых в мелиорациях. В сб. Гигиена применения, токсикология пестицидов и полимерных материалов. Вып. 14, Киев, 1984, с. 97-100.
3. Методические рекомендации к определению дифенилолпропана, а также некоторых фенолов в его присутствии при санитарно-химических исследованиях изделий из полимерных материалов, предназначенных для контакта с пищевыми продуктами. №1436-76.
4. Методические рекомендации по определению дибутилфталата в воде и модельных средах, имитирующих пищевые продукты. №1864-78.
5. Методические рекомендации по определению катионов свинца в воде и модельных средах, имитирующих пищевые продукты. №2444-81.
6. Методические рекомендации по определению кадмия в воде, среде, имитирующей пот, и биологических средах (кровь, моча, органы) при санитарно-химических исследованиях ПВХ-материалов. №1510-76.
7. Методические рекомендации по определению капролактама в воде, воздухе и биологических средах. №1328-75.
8. Методические рекомендации по определению формальдегида в водных вытяжках и модельных средах. №1849-78.
9. Методическое письмо "Раздельное определение эфиров дикарбоновых кислот (фталатов и адипатов) в водных вытяжках и воздухе из поливинилхлоридных материалов". №956-72.
10. Методические указания по гигиеническому контролю за изделиями из синтетических материалов, предлагаемых для использования в практике хозяйственно-питьевого водоснабжения. №2349-81.

II. Шефтель В.О. Гигиена и токсикология пластмасс, применяемых в водоснабжении. Киев, "Здоров'я", 1981, 150 с.

12. Шефтель В.О., Катаева С.Е. Миграция вредных химических веществ из полимерных материалов. М. Химия, 1978, 168 с.

СОДЕРЖАНИЕ

	стр.
I. Введение	1.
2. Порядок рассмотрения и согласования проектов нормативно-технической документации на изделия из полимерных материалов	2.
3. Порядок приемки образцов полимерных материалов для гигиенического исследования	4.
4. Подготовка образцов к исследованиям и условия их проведения	5.
5. Изучение влияния полимерных материалов на качество воды	I0.
6. Изучение влияния синтетических материалов на органолептические и физико-химические показатели качества воды	I5.
7. Санитарно-химические исследования	2I.
7.I. Определение стирола	29
7.2. Определение фенола и дифенилолпропана	32.
7.3. Определение диоктилфталата	35.
7.4. Определение дибутилфталата	36.
7.5. Определение свинца	38.
7.6. Определение кадмия	40.
7.7. Определение цинка	42.
7.8. Определение капролактама	44.
7.9. Определение формальдегида	46.
7.I0. Определение эпихлоргидрина	47.
7.II. Определение кобальта и никеля	50.

Подп. в печ. 05.03.87г Зак. 839 Тир. 500

Типография Министерства здравоохранения СССР

gost.e-ecolog.ru