Министерство здравоохранения Республики Беларусь

# Инструкция 2.3.3.10-15-64-2005

# Санитарно-химические исследования изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, контактирующих с пищевыми продуктами

Минск - 2005

gost.e-ecolog.ru

УТВЕРЖДЕНО
Постановление
Главного государственного
санитарного врача
Республики Беларусь
21.11.2005 № 184

# Инструкция 2.3.3.10-15-64-2005 «САНИТАРНО-ХИМИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ИЗДЕЛИЙ, ИЗГОТОВЛЕННЫХ ИЗ ПОЛИМЕРНЫХ И ДРУГИХ СИНТЕТИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ, КОНТАКТИРУЮЩИХ С ПИЩЕВЫМИ ПРОДУКТАМИ»

## ГЛАВА 1
## ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

1. Настоящая Инструкция 2.3.3.10-15-64-2005 «Санитарно-химические исследования изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, контактирующих с пищевыми продуктами» (далее – Инструкция) устанавливает требования к проведению санитарно-химических исследований изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, предназначенных для контакта с пищевыми продуктами (далее – изделий), выполняемых производственными лабораториями предприятий, изготавливающих указанные изделия, и лабораториями учреждений государственного санитарного надзора (далее – госсаннадзора).

## ГЛАВА 2
## ГИГИЕНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К ИЗДЕЛИЯМ ИЗ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ, ПРЕДНАЗНАЧЕННЫХ ДЛЯ КОНТАКТА С ПИЩЕВЫМИ ПРОДУКТАМИ

2. Исследуемый образец изделия не должен выделять в воздушную среду или в контактирующие с ним модельные растворы вещества в количествах, превышающих предельно допустимые концентрации (далее – ПДК) или допустимые количества миграции (далее – ДКМ), регламентированные СанПиН 13-3 РБ 01 «Предельно допустимые количества химических веществ, выделяющихся из материалов, контактирующих с пищевыми продуктами», утвержденными постановлением Главного государственного санитарного врача Республики Беларусь от 19.09.2001 г. № 48 (далее – СанПиН 13-3 РБ 01).

3. Поверхность образца должна быть чистой, гладкой, без раковин, трещин, наплывов, неровностей и не липкой. Образец не должен иметь запаха выше одного балла.

В случае наличия одного из вышеперечисленных дефектов образец без

дальнейших исследований признается непригодным для использования по назначению.

4. Внешний вид образца не должен изменяться при воздействии на него соответствующих модельных растворов, имитирующих пищевые продукты.

5. Исследуемый образец не должен изменять органолептических свойств модельных растворов, имитирующих пищевые продукты, после контакта с ними при соответствующих условиях.

При наличии в модельных растворах, контактировавших с образцом одного из ниже перечисленных изменений: запаха выше 1 балла, постороннего привкуса, изменения прозрачности и цвета растворов — образец без дальнейших исследований признается непригодным для контакта с пищевыми продуктами.

Органолептические свойства пищевых продуктов после контакта их с исследуемым образцом не должны изменяться, т.е. пищевые продукты не должны иметь каких-либо особенностей по сравнению с контрольными пищевыми продуктами.

6. Исследованные образцы, признанные удовлетворительными на основании данных органолептических и санитарно-химических исследований, могут допускаться к использованию. В случае необходимости (при использовании новых материалов, отсутствии или неполной информации об использованных материалах, обнаружении миграции в модельные среды комплекса веществ на уровнях, близких к ДКМ или ПДК), образцы подвергаются токсикологическим исследованиям в соответствии с Инструкцией 1.1.11-12-35-2004 «Требования к постановке экспериментальных исследований для первичной токсикологической оценки и гигиенической регламентации веществ», утвержденной постановлением Главного государственного санитарного врача Республики Беларусь от 14.12.2004 г. № 131.

7. На изделиях, разрешенных для контакта с пищевыми продуктами, должно быть указано: название материала (обозначение), из которого изготовлено изделие; товарный знак или наименование изготовителя; область применения (обозначение).

8. Схема санитарно-химического исследования изделий из полимерных и других синтетических материалов представлена в приложении 1.

## ГЛАВА 3
## ПОРЯДОК ПРЕДСТАВЛЕНИЯ ОБРАЗЦОВ ДЛЯ ЛАБОРАТОРНОГО ИССЛЕДОВАНИЯ

9. Образцы для исследования представляются в натуральную величину, если они не громоздки, в противном случае представляются их модели емкостью не более 1 $дм^3$. В тех случаях, когда лаками, шпаклевками и т.п. покрывается или обрабатывается не вся поверхность изделия, а только отдельные ее участки (как, например, клепка с сучками, трещинами и пр.), для лабораторных исследований могут быть представлены пластинки

размером 4х5 $см^2$, покрытые синтетическими материалами со всех сторон, включая и торцы, по той же технологии, которая применена для покрытия изделия.

10. Образцы, предназначенные для исследований, должны быть изготовлены по той же технологии, которая будет применяться при массовом производстве данных изделий, и представлены для исследования не менее чем через 10 дней после их изготовления.

11. Количество образцов, необходимых для испытания, зависит от характера и объема исследования и согласовывается заинтересованной организацией с учреждением, которое будет проводить исследование. Минимальное количество: 1-5 экземпляров (в зависимости от размеров образцов). Количество упаковочного материала должно быть не менее 1 $м^2$.

12. Одновременно с образцами заинтересованные организации представляют следующие сведения:

наименование материала, его марка, состав, технический нормативный правовой акт (ГОСТ, ТУ и др.) на данный материал;

сведения о том, с какими пищевыми продуктами будет контактировать изделие;

условия эксплуатации изделия (длительность контакта, температурный режим и т. д.).

## ГЛАВА 4
## ПРОВЕДЕНИЕ САНИТАРНО-ХИМИЧЕСКОГО ИССЛЕДОВАНИЯ ИЗДЕЛИЙ, ИЗГОТОВЛЕННЫХ ИЗ ПОЛИМЕРНЫХ И ДРУГИХ СИНТЕТИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ ИЛИ С ИХ ПРИМЕНЕНИЕМ

13. Характеристика исследуемого образца:

цвет наружной и внутренней поверхностей;

поверхность образца (гладкая, шероховатая, неровная и т. д.);

запах образца.

14. Результаты определения запаха выражают описательно с указанием характера запаха (фенольный, ароматический, посторонний, неприятный и т. д.) и его интенсивности (выражается в баллах, приложение 2).

15. В случае наличия запаха интенсивностью выше 1 балла образец без дальнейших исследований считают непригодным для применения в пищевой промышленности и быту. При наличии запаха интенсивностью до 1 балла образец подвергается дальнейшему исследованию.

16. Подготовка образца к исследованию:

образец посуды, тары и т.д. после внешнего осмотра моют с помощью марли теплой водопроводной, а затем дистиллированной водой;

упаковочные материалы, предназначенные для затаривания пищевых продуктов с влажностью выше 15%, исследуют в виде квадратов 4х5 $см^2$; загрязнения, возможные на поверхности в виде пыли, удаляют путем погружения каждого квадрата последовательно в два стакана с дистиллированной водой и тут же помещают в соответствующие модельные

растворы;

исследование целлофана проводится без предварительной мойки.

17. Исследование изделий, предназначенных для контакта с сухими пищевыми продуктами (с влажностью до 15%).

17.1. При исследовании используется способность пищевых продуктов сорбировать летучие вещества; кроме того, проводится определение летучих веществ, выделяемых образцом в воздушную среду. В качестве сорбента применяют хлеб, печенье, муку, масло и другие пищевые продукты, исходя из условий эксплуатации образца на практике. Исследуемый образец после вышеуказанной подготовки вытирают чистым сухим полотенцем и помещают в него используемый в качестве сорбента продукт, закрывают крышкой или стеклянной пластинкой; при исследовании отдельных деталей образец вместе с пищевым продуктом помещают в эксикатор или другую герметически закрывающуюся стеклянную емкость. При этом поверхность образца должна быть 3000 $см^2$ и объем эксикатора 7,5 $дм^3$. Условия опыта устанавливают исходя из наиболее неблагоприятных условий, встречающихся при эксплуатации исследуемых изделий на практике. Время экспозиции образца такое же, как и для изделий, предназначенных для контакта с пищевыми продуктами с влажностью выше 15%. Одновременно пищевые продукты помещают в стеклянную банку или эксикатор без образца (контроль), закрывают крышкой и выдерживают в аналогичных условиях. После соответствующей экспозиции проводят закрытую дегустацию пищевого продукта, контактировавшего с образцом, пользуясь для сравнения пищевым продуктом, являющимся контролем.

17.2. Лимитирующим показателем при гигиенической оценке образца служат данные, полученные при органолептических исследованиях пищевых продуктов.

В случае изменения органолептических свойств пищевых продуктов (цвет, запах и вкус) исследуемый образец признается непригодным для использования по назначению. Если органолептические свойства пищевого продукта (сорбента) остаются без изменения, образец подвергают дальнейшему исследованию.

17.3. Исследуемый образец с общей площадью не менее 3000 $см^2$ помещают в стеклянную емкость (соотношение площади образца к объему воздуха 1 $см^2$ : 2,5 $см^3$). Стеклянная емкость должна иметь две отводные трубки: одну — доходящую до дна, вторую — оканчивающуюся под пробкой с таким расчетом, чтобы при взятии пробы протягиваемый воздух проходил через всю емкость. Экспозиция и температурный режим при данном испытании те же, что и при испытании образцов, предназначенных для контакта с пищевыми продуктами с влажностью свыше 15%. После соответствующей экспозиции через емкость с образцом протягивают предварительно очищенный воздух со скоростью, указанной в методе определения искомого вещества, и улавливают летучие вещества в два последовательно соединенных поглотительных прибора, содержащих

соответствующий поглотительный раствор. При выборе поглотительного раствора исходят из физико-химических свойств определяемого ингредиента, его растворимости в тех или иных растворителях и неспособности к образованию с поглотительными растворами летучих соединений. При этом учитывается также возможность дальнейшего определения искомых ингредиентов в поглотительном растворе.

Количество протягиваемого воздуха должно быть в 3 раза больше того количества, которое находится в емкости с образцом.

17.4. В поглотительном растворе определяют отдельные ингредиенты, входящие в рецептуру исследуемого изделия. Количества обнаруженного вещества выражают в мг/м$^3$ воздуха (X).

Формула расчета:

$$X = \frac{а \ x \ в}{б \ x \ V},$$

где *а* — количество вещества, найденное в анализируемом объеме раствора из первого поглотительного прибора, в мкг; *б*—объем раствора, взятый для анализа, в $см^3$; *в* — объем раствора из первого поглотителя, в $см^3$; *V* — объем воздуха в эксикаторе, в $дм^3$.

17.5. При обнаружении искомого вещества в растворе из второго поглотительного прибора расчет проводят по этой же формуле и результаты суммируют.

Найденные количества оценивают, сопоставляя их с ПДК.

18. Исследование изделий, предназначенных для контакта с пищевыми продуктами, имеющими влажность свыше 15%

18.1. Исследуемый образец изделия после соответствующей мойки подвергают обработке модельными растворами, выбираемыми в зависимости от того, для контакта с какими пищевыми продуктами предполагается использовать данное изделие (приложение 3). Обработка модельными растворами проводится при определенной экспозиции, температурном режиме и с учетом площади поверхности образца. Если исследуемый образец невелик по объему, его помещают в плотно закрывающуюся стеклянную емкость и заливают модельными растворами таким образом, чтобы образец был полностью погружен в них. Если образец велик, то модельные растворы наливают в него и плотно, закрывают. Особое внимание следует обратить на герметизацию в тех случаях, когда можно предполагать выделение из синтетического материала летучих компонентов.

18.2. В том случае, когда образец полностью погружен в модельные растворы, рассчитывают площадь его внутренней и наружной поверхности. Если же модельные растворы контактируют лишь с внутренней поверхностью, то ведут расчет площади, покрытой жидкостью.

18.3. Упаковочные пленки, пластинки, покрытые лаком, шпаклевкой и другими, помещают в плотно закрывающийся стеклянный сосуд и заливают модельными растворами из расчета на 2 $см^2$ поверхности 1 $см^3$ модельного раствора (с учетом площади обеих поверхностей).

18.4. Полученные результаты анализа пересчитывают в $мг/дм^3$ с указанием площади, контактировавшей с модельным раствором (в $см^2$), и количества модельного раствора.

*Пример. Изделия из мелалита с площадью, равной 300 $см^2$, обработано 1% раствором уксусной кислоты в количестве 150 $см^3$ (V).*

*Содержание формальдегида в $мг/дм^3$ вытяжки (X) определяют по формуле:*

$$X = \frac{C}{V},$$

*где С — количество формальдегида, найденное в анализируемом объеме раствора, в мкг; V — количество исследуемого раствора (вытяжки), взятое для определения, в $см^3$.*

*Площадь образца, контактировавшего с уксусной кислотой, равна 300 $см^2$;*

*количество модельного раствора, взятого для обработки вышеуказанной поверхности, — 150 см$^3$.*

Полученные данные (в мг/дм$^3$) сопоставляют с допустимыми количествами веществ, мигрирующих из изделий в модельные растворы. В случае отсутствия регламента для исследуемого показателя в СанПиН 13-3 РБ 01 допускается использование регламентов, указанных в санитарных правилах и нормах «2.1.4. Питьевая вода и водоснабжение населенных мест. Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды централизованных систем водоснабжения. Контроль качества. Санитарные правила и нормы СанПиН 10-124 РБ 99», утвержденных постановлением Главного государственного санитарного врача Беларуси 19 октября 1999 г. № 46.

19. На основании всего комплекса данных, полученных при исследовании образца (органолептических, полученных при исследовании образца и вытяжек из него, миграции в вытяжки общего количества органических веществ, отдельных ингредиентов и т.д.), делают заключения о пригодности его для контакта с пищевыми продуктами.

20. Моделирование продолжительности контакта изделий с модельными растворами.

Продолжительность контакта изделия с модельными растворами устанавливается в зависимости от условий его эксплуатации с некоторой аггравацией:

если время предполагаемого контакта пищевого продукта с изделием не превышает 10 минут, экспозиция при исследовании —2 часа;

если время контакта пищевого продукта с изделием не превышает 2 часов, экспозиция при исследовании — 1 сутки;

если время контакта пищевого продукта с изделием от 2 до 48 часов, экспозиция при исследовании — 3 суток;

если время контакта пищевого продукта с изделием свыше 2 суток, экспозиция при исследовании 10 суток;

изделия, предназначенные для контакта с пищевыми продуктами, подлежащими стерилизации, наполняют модельными растворами и автоклавируют в герметически закрытом виде в течение 2 часов и далее оставляют на 10 суток при комнатной температуре;

при исследовании упаковочных материалов для фасовки (розлива) пищевых продуктов, алкогольных и безалкогольных напитков и т.д. для санитарно-гигиенической экспертизы условий хранения, сроков годности (хранения) продукции, установленных изготовителем, продолжительность контакта с модельными растворами должна устанавливаться в соответствии со сроками исследования пищевых продуктов (напитков), но не более 60 суток.

21. Температурные режимы при исследовании изделий:

изделия, предназначенные для контакта с пищевыми продуктами при температуре окружающей среды, заливают модельными растворами комнатной температуры и выдерживают в течение вышеуказанного времени;

изделия, предназначенные для контакта с горячей пищей (столовая, чайная, кофейная посуда), заливают нагретыми до 80°С модельными растворами и далее выдерживают при комнатной температуре в течение вышеуказанного времени;

изделия и упаковочные материалы, предназначенные для затаривания пищевых продуктов в горячем виде (топленое масло, плавленые сыры и др.), заливают нагретыми до 80°С модельными растворами и далее выдерживают при комнатной температуре в течение вышеуказанного времени;

автоклавирование проводят при 121°С;

формы для выпечки хлеба, ветчины и т. д. заливают кипящим модельным раствором, закрывают крышкой и кипятят в течение 30 минут.

22. Органолептическое исследование вытяжек, полученных после соответствующей обработки изделий.

Органолептические свойства вытяжек из исследуемых изделий обусловливаются переходом в них веществ, входящих в рецептуру исследуемого изделия. Органолептические исследования вытяжек проводят комиссионно (не менее пяти человек) методом закрытой дегустации.

В дегустации могут участвовать только те лица, которые четко различают запах, вкус и привкус в образцах. В связи с этим необходимо провести отбор дегустаторов следующим способом: для дегустации предлагают два одинаковых контрольных образца и два одинаковых образца, имеющих слабый посторонний запах, вкус или привкус. Лица, обнаружившие несколько раз различие в органолептических свойствах между одинаковыми образцами, не могут участвовать в дегустации.

23. При органолептическом исследовании вытяжек определяют наличие мути, осадка, окрашивания, постороннего запаха или привкуса.

23.1. Мутность вытяжек характеризуют описательно: слабая опалесценция, опалесценция, сильная опалесценция, слабая муть, заметная муть, сильная муть.

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

23.3. Запах и его интенсивность определяют сразу же после окончания соответствующей экспозиции во всех вытяжках из исследуемого образца при комнатной температуре, а в водной вытяжке и после нагревания приблизительно до 60°С.

При определении запаха при комнатной температуре исследуемые вытяжки и контрольные модельные растворы должны иметь комнатную температуру.

Если температурные условия обработки образца отличаются от комнатной, проводят определение запаха также и при комнатной температуре.

24. Определение запаха в вытяжках проводят путем закрытой дегустации, исключающей обмен мнениями между дегустаторами, методом

«расширенного треугольника».

24.1. Определение запаха при комнатной температуре. В четыре колбы Эрленмейера с притертыми пробками емкостью по 100 $см^3$ вносят: в три колбы — по 50 $см^3$ контрольного модельного раствора и в одну — 50 $см^3$ исследуемого раствора, и закрывают пробками.

Предварительно каждому дегустатору предлагают открыто ознакомиться с запахом контрольного модельного раствора. Для этого одну из трех колбочек с контрольным модельным раствором тщательно взбалтывают, открывают пробку и слегка втягивают в нос воздух из колбочки у самого горлышка..

После этого проводят закрытую дегустацию растворов в оставшихся трех колбочках, чтобы выявить запах раствора, отличающийся от контрольного.

Характер запаха выражают описательно, интенсивность - выражают в баллах.

Каждый дегустатор результаты исследования заносит в индивидуальную дегустационную карту (приложение 4).

Из полученных от каждого дегустатора результатов определения интенсивности запаха выводят ее среднее арифметическое значение.

Пример: дегустаторы определили наличие запаха интенсивностью 0, 1, 2, 2 и 1 балл. Среднее арифметическое равно 1,2 балла. Десятые доли до 0,5 отбрасываются, а от 0,5 и более — округляют до целого значения следующего балла. В приведенном случае интенсивность запаха будет равна 1 баллу.

24.2. Определение запаха в водной вытяжке при нагревании. В четыре колбы Эрленмейера объемом по 100 $см^3$ вносят: в три колбы — по 50 $см^3$ дистиллированной воды, которая использовалась для получения вытяжек из образца (контроль), в четвертую — 50 $см^3$ исследуемой водной вытяжки. Колбы закрывают хорошо подобранными часовыми стеклами и нагревают на водяной бане приблизительно до 60°С, взбалтывают содержимое колб вращательными движениями, сдвигают часовое стекло в одну сторону и быстро определяют запах.

Вначале каждому дегустатору предлагают открыто ознакомиться с запахом нагретого контрольного модельного раствора, как указано выше. Затем проводят закрытую дегустацию нагретых модельных растворов в оставшихся трех колбочках, чтобы выявить запах раствора, отличающийся от контрольного.

Характер и интенсивность запаха обозначают так же, как и при определении запаха в вытяжках при комнатной температуре.

25. Привкус определяют только в водных вытяжках из исследуемого изделия при комнатной температуре и при температуре около 40°С по сравнению с контролем методом закрытой дегустации аналогично определению запаха. При этом набирают в рот 10—15 $см^3$ контрольной воды, держат во рту несколько секунд не проглатывая, а затем сплевывают, точно так же поступают с исследуемыми растворами.

Привкус характеризуют словами: горьковатый, щиплющий, нефтепродуктов, посторонний неопределенный и т. д. Интенсивность привкуса выражают словами: слабый привкус, ясно выраженный, сильный.

26. Оценка образцов на основании органолептических исследований.

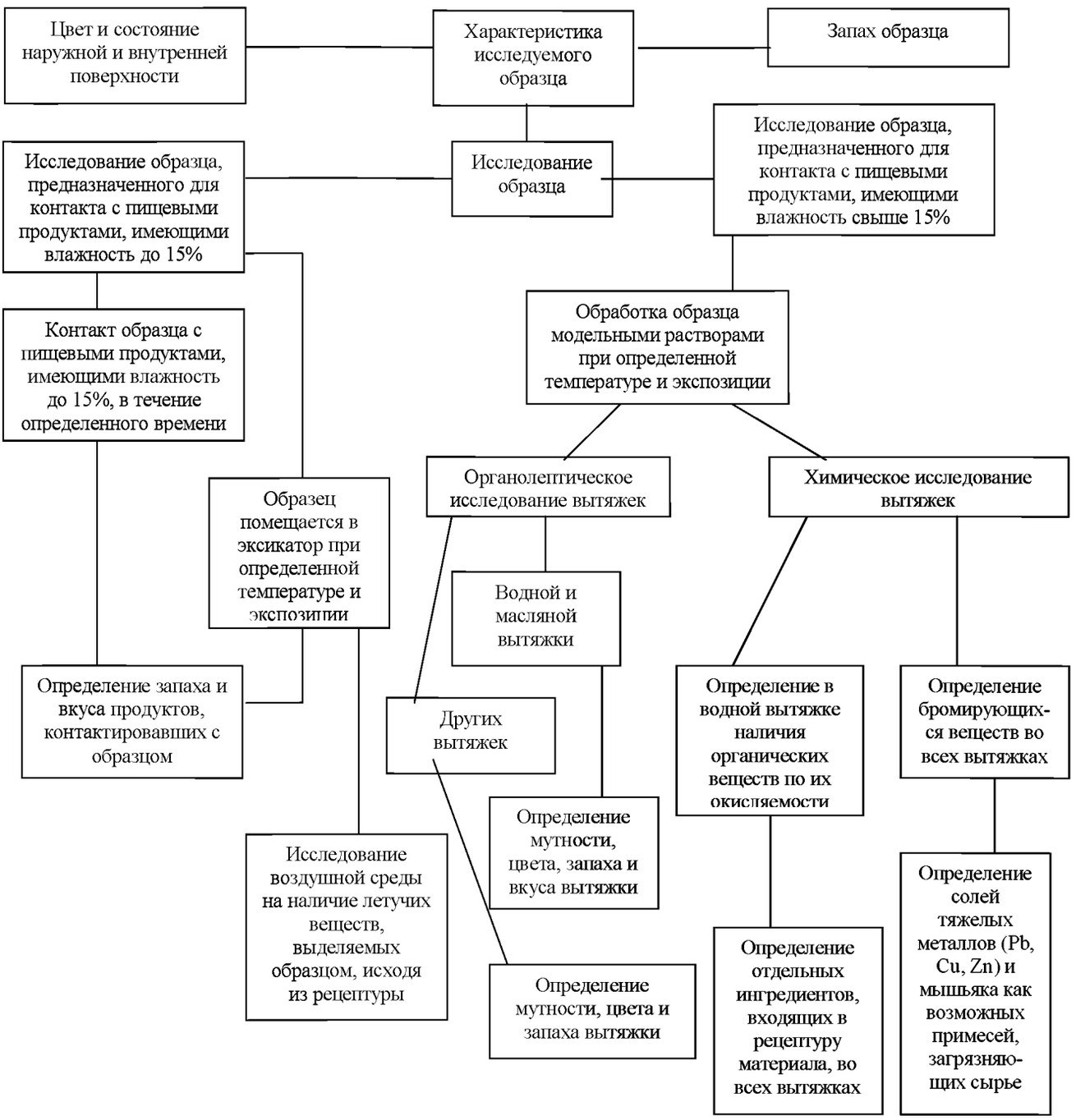
При наличии одного из вышеперечисленных изменений органолептических свойств вытяжек: запаха выше 1 балла, постороннего привкуса (обнаруживаемого всеми дегустаторами), наличии мути, осадка, изменения цвета вытяжки — образец признается непригодным для использования в пищевой промышленности.

В случае отсутствия органолептических изменений проводят химическое исследование вытяжек, исходя из рецептуры образца.

27. При проведении физико-химических исследований используются методы определения, указанные в СанПиН 13-3 РБ 01. При необходимости используются методы, изложенные в приложениях 5–33.

Приложение 1
к Инструкции 2.3.3.10-15-64-2005
«Санитарно-химические исследования изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, контактирующих с пищевыми продуктами»

# СХЕМА САНИТАРНО-ХИМИЧЕСКОГО ИССЛЕДОВАНИЯ ИЗДЕЛИЙ ИЗ ПОЛИМЕРНЫХ И ДРУГИХ СИНТЕТИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ



Приложение 2
к Инструкции 2.3.3.10-15-64-2005
«Санитарно-химические исследования изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, контактирующих с пищевыми продуктами»

## БАЛЛЬНАЯ ОЦЕНКА ИНТЕНСИВНОСТИ ЗАПАХА

| Интенсивность запаха | Характеристика | Проявление запаха |
|---|---|---|
| 0 | Никакого запаха | Отсутствие ощутимого запаха |
| 1 | Очень слабый | Запах, обычно не замечаемый, но обнаруживаемый опытным дегустатором |
| 2 | Слабый | Запах, обнаруживаемый неопытным дегустатором, если обратить на это его внимание |
| 3 | Заметный | Запах, легко замечаемый и способный вызвать неодобрительный отзыв |
| 4 | Отчетливый | Запах, обращающий на себя внимание, вызывающий отрицательный отзыв |
| 5 | Очень сильный | Запах настолько сильный, что вызывает неприятное ощущение |

Приложение 3
к Инструкции 2.3.3.10-15-64-2005
«Санитарно-химические исследования изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, контактирующих с пищевыми продуктами»

## ПЕРЕЧЕНЬ МОДЕЛЬНЫХ РАСТВОРОВ, используемых при исследовании изделий из синтетических материалов

| Наименование продуктов, для контакта с которыми предназначены изделия | Модельные растворы, имитирующие пищевые продукты |
|---|---|
| Мясо, рыба свежие | Дистиллированная вода, 0,3 раствор молочной кислоты |
| Мясо и рыба соленые и копченые | Дистиллированная вода, 5% раствор поваренной соли |
| Молоко, молочнокислые продукты и молочные консервы | Дистиллированная вода, 0,3 раствор молочной кислоты, 3,0% раствор молочной кислоты |
| Колбаса вареная, консервы: мясные, рыбные, овощные; овощи маринованные и квашеные, томат-паста и др. | Дистиллированная вода, 2% раствор уксусной кислоты, содержащей 2% поваренной соли, нерафинированное подсолнечное масло |
| Фрукты, ягоды, фруктово-овощные соки, консервы фруктово-ягодные, безалкогольные напитки, пиво | Дистиллированная вода, 2% раствор лимонной кислоты |
| Алкогольные напитки, вина | Дистиллированная вода, 20% раствор этилового спирта, 2% раствор лимонной кислоты |
| Водки, коньяки | Дистиллированная вода, 40% раствор этилового спирта |
| Спирт пищевой, ликеры, ром | Дистиллированная вода, 96% раствор этилового спирта |
| Готовые блюда и горячие напитки (чай, кофе, молоко и др.) | Дистиллированная вода, 1% раствор уксусной кислоты |

Примечание:
1. Изделия, используемые в условиях, отличных от вышеизложенных, обрабатываются при максимальном приближении к режимам эксплуатации с некоторой аггравацией.
2. При исследовании изделий из пластмасс, содержащих азот и альдегиды, в качестве модельной среды используют лимонную кислоту 0,3% и 3% вместо молочной кислоты.
3. При исследовании тары под рыбные консервы в собственном соку в качестве модельной среды используется только дистиллированная вода.
4. При проведении гигиенической экспертизы алкогольных напитков, разлитых в

полимерную тару, с целью подтверждения сроков годности (хранения), допускается исследование отгонов алкогольных напитков.

Приложение 4
к Инструкции 2.3.3.10-15-64-2005
«Санитарно-химические исследования изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, контактирующих с пищевыми продуктами»

# ДЕГУСТАЦИОННАЯ КАРТА

Фамилия, имя, отчество _____
Дата анализа _____

| №№ растворов | Муть | Осадок | Окрашивание | Запах | | Привкус | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | характер | в баллах | характер | интенсивность |
| 1. | | | | | | | |
| 2. | | | | | | | |
| 3. | | | | | | | |

Примечания:
1. Характер запаха исследуемого раствора – фенольный, ароматический посторонний, неопределенный и т.д.
2. Характер привкуса исследуемого раствора – горьковатый, щиплющий, нефтепродуктов, посторонний, неопределенный и т.д.
3. Интенсивность привкуса исследуемого раствора – слабый привкус, ясно выраженный, сильный.

Приложение 5
к Инструкции 2.3.3.10-15-64-2005
«Санитарно-химические исследования изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, контактирующих с пищевыми продуктами»

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕГО КОЛИЧЕСТВА ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ В ВОДНОЙ ВЫТЯЖКЕ ПО ИХ ОКИСЛЯЕМОСТИ

Окисляемостью называется количество кислорода, выраженное в миллиграммах, которое необходимо для окисления неорганических и органических веществ.

Если в рецептуру изделия входят неорганические восстановители, их необходимо определить специальными методами, и расход окислителя, соответствующий содержанию неорганических веществ, вычесть из общей окисляемости. По разности можно приблизительно установить содержание органических веществ, перешедших из исследуемого изделия в водную вытяжку.

Таким образом, определением окисляемости можно приблизительно установить содержание органических веществ, для чего, главным образом, это определение и проводится.

В зависимости от применяемого окислителя различают следующие методы определения окисляемости: перманганатный, бихроматный, цериевый, йодатный и хлорный (хлорное число).

Результаты, полученные различными методами, могут быть различны для одной и той же пробы вследствие неодинаковой степени окисления органических веществ, которая зависит от свойств, окислителя и его концентрации, температуры, pH и т. д.

В настоящее время еще нет методов, с помощью которых можно было бы полностью окислить все встречающиеся органические вещества.

Перманганатный метод в двух его вариантах — окисление в кислой среде или в щелочной среде — очень неточен не только потому, что окисление органических веществ перманганатом проходит неполно и многие из них совсем не окисляются, но и потому, что и сам окислитель — перманганат калия — в принятых условиях метода в некоторой степени разлагается.

Йодатный метод не имеет существенных преимуществ по сравнению с бихроматным, но он требует значительно больше времени и, как показала практика, иногда дает плохо воспроизводимые результаты.

В связи с этим ниже приводится описание только бихроматного метода определения окисляемости, предложенного для определения органических веществ при исследовании воды.

## Определение окисляемости бихроматным методом

Бихромат при кипячении в сернокислой среде окисляет большинство органических веществ. Избыток бихромата определяется титрованием. Для повышения полноты окисления органических веществ добавляют сульфат серебра в качестве катализатора.

### Оборудование

Колбы круглодонные со шлифами на 300 $см^3$.

Обратные холодильники прошлифованные к этим колбам.

### Реактивы

1. Бихромат калия 0,25 н основной раствор 12,258 г $K_2Cr_2O_7$ чда., предварительно высушенного в течение 2 часов при 105° С, растворяют в дистиллированной воде и доводят до 1 $дм^3$.

2. Бихромат калия 0,025 н раствор: 100 $см^3$ 0,25 н раствора бихромата калия разбавляют дистиллированной водой до 1 $дм^3$.

3. Серная кислота чда, концентрированная с уд. в 1,84 (96%). Для окисления возможной примеси органических веществ концентрированную серную кислоту наливают в колбу Кьельдаля, закрывают воронкой и кипятят в течение 4 часов; после охлаждения сливают в хорошо вымытую хромовой смесью и высушенную стеклянную банку с притертой пробкой, закрывают сверху колпачком из плотной бумаги и для защиты от внешнего грязнения хранят под стеклянным колпаком.

4. Сернокислое серебро чда, кристаллическое. Приготовление: 34 г азотнокислого серебра (чда) растворяют в 20 $см^3$ горячей дистиллированной воды, добавляют предварительно профильтрованный через, стеклянную воронку с пористым дном горячий раствор: 13,2 г сернокислого аммония $(NH_4)_2SO_4$ (чда) в 20 $см^3$ воды. По охлаждении кристаллический осадок $Ag_2SO_4$, отсасывают в стеклянной воронке с пористым дном, промывают холодной водой и сушат в сушильном шкафу.

5. Соль Мора (двойная соль сернокислого закисного железа и сернокислого аммония) — $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ (чда), 0,25 н раствор: 98 г соли Мора растворяют в дистиллированной воде, добавляют 20 $см^3$ концентрированной серной кислоты и после охлаждения доводят дистиллированной водой до 1 $дм^3$. Титр раствора устанавливают для каждой серии определений, для чего 25 $см^3$ 0,25 н раствора бихромата калия разбавляют дистиллированной водой приблизительно до 250 $см^3$, прибавляют 20 $см^3$ концентрированной серной кислоты и после охлаждения титруют раствором соли Мора при добавлении 3–4 капель раствора ферроина или дифениламина (или 10–15 капель раствора N-фенилантраниловой кислоты или дифениламинсульфоната натрия).

6. Соль Мора, 0,025 н титрованный раствор. Приготовляют соответствующим разбавлением 0,25 н раствора.

Титр устанавливают так же, как и 0,25 н раствора, используя 0,025 н раствор бихромата калия.

7. Индикатор, один из следующих растворов: а) ферроин — 1,485 г моногидрата 1,10-фенантролина и 0,695г $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ (чда) растворяют в

дистиллированной воде и доводят до 100 см$^3$; б) дифениламин — 1 г дифениламина растворяют в 100 см$^3$ концентрированной серной кислоты: в) N-фенилантраниловая кислота — 0,25 г растворяют в 12 см$^3$ 0,1 н раствора едкого натра и разбавляют водой до 250 см$^3$; г) дифениламинсульфонат натрия или бария— 0,2% водный раствор.

8. Бидистиллированная вода. К дистиллированной воде добавляют марганцевокислый калий до малинового окрашивания и 1 см$^3$ концентрированной серной кислоты, после чего проводят вторичную перегонку в дистилляционном аппарате со стеклянными шлифами.

Ход определения

50 см$^3$ водной вытяжки помещают в круглодонную колбу на 300 см$^3$ с обратным холодильником. Добавляют 25 см$^3$ 0,025 н раствора бихромата калия, 0,4г сульфата серебра и стеклянные шарики или стеклянные капилляры, запаянные с одного конца, размером около 1 см, перемешивают, осторожно приливают малыми порциями 75 см$^3$ концентрированной серной кислоты, смесь тщательно перемешивают после добавления каждой порции, соединяют колбу с обратным холодильником и содержимое колбы нагревают до слабого кипения, которое поддерживают в течение 2 часов. После охлаждения обмывают стенки холодильника 25 см$^3$ бидистиллированной воды и переносят содержимое круглодонной колбы в коническую колбу емкостью 500 см$^3$, обмывая стенки круглодонной колбы несколько раз 175 см$^3$ бидистиллированной воды. Содержимое колбы охлаждают, добавляют 3–4 капли индикатора ферроина или дифениламина, или 10–15 капель раствора N-фенилантраниловой кислоты, или 10–15 капель дифениламинсульфоната натрия и оттитровывают избыток бихромата титрованным раствором соли Мора до перехода окраски из синевато-зеленой в красновато-синюю, пользуясь при этом микробюреткой с делениями, равными 0,02 см$^3$.

Проводят холостой опыт с 50 см$^3$ бидистиллята вместо исследуемой вытяжки в одинаковых условиях с исследуемой вытяжкой.

Расчет

Окисляемость бихроматная в мг кислорода на

$$\Lambda = \frac{(a-в)K0{,}2\ x\ 1000}{V} = \frac{(a-в)K200}{V},$$

где:

а — расход титрованного раствора соли Мора на холостой опыт, в см$^3$;

в — расход титрованного раствора соли Мора на титрование исследуемой вытяжки, в см$^3$;

К — поправочный коэффициент 0,025 н раствора соли Мора;

0,2 — количество мг кислорода (1 см$^3$ 0,025 н раствора соли Мора соответствует 0,25 мг кислорода);

V — количество исследуемой вытяжки, взятой для определения, в см$^3$.

Примечание. Необходимо иметь в виду, что незначительное загрязнения кислоты, посуды, холодильника и пр. следами органических веществ приводят к грубым ошибкам.

Окисляемость характеризует водоустойчивость исследуемого материала. При наличии органических веществ в водной вытяжке, обнаруженных по их окисляемости, необходимо исследовать вытяжки из исследуемого изделия на переход в них отдельных ингредиентов, входящих в рецептуру полимерного материала.

Нормировать количества органических веществ, обнаруженных в водной вытяжке по их окисляемости, не представляется возможным вследствие различной токсичности отдельных органических веществ. Так, например, высокая окисляемость, полученная при исследовании пленочных материалов, пластифицированных глицерином, не может служить лимитирующим показателем при оценке исследуемого материала, если при этом не изменены органолептические свойства вытяжки. С другой стороны, небольшая окисляемость, обусловленная наличием в водной вытяжке токсичного вещества, например, стирола, является отрицательным показателем.

Приложение 6
к Инструкции 2.3.3.10-15-64-2005
«Санитарно-химические исследования изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, контактирующих с пищевыми продуктами»

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ БРОМИРУЮЩИХСЯ ВЕЩЕСТВ

С помощью определения бромирующихся веществ можно получить представления о миграции из изделия из полимерного материала в модельную среду, контактирующую с ним, фенола, непредельных соединений и других веществ, присоединяющих бром, т.е. о суммарном количестве органических веществ, реагирующих с бромом.

Нормировать суммарное количество бромирующих веществ без их разделения не представляется возможным вследствие различной токсичности отдельных бромирующих веществ.

Необходимый для реакции бром получается при взаимодействии бромата калия ($KBrO_3$) с бромидом калия (KBr) в кислой среде:

$$KBrO_3 + 5KBr + 3H_2SO_4 \rightarrow 3Br_2 + 3K_2SO_4 + 3H_2O$$

Обычно или добавляют бромид в анализируемый раствор перед титрованием, или вводят его в титрованный раствор бромата.

## Реактивы

1. Бромидброматная смесь. Чтобы получить 0,1 н раствор брома, растворяют точно 2,7837 г чистого, высушенного при $180^0$ в течение 1—2 часов бромата калия

$$(\frac{KBrO_3}{60} = \frac{167,02}{60} = 2,7837г),$$

около 10 г бромида калия $(\frac{5KBr}{60} = \frac{5119,02}{60} = 9,92г)$ и доводят до 1 $дм^3$.

Бромат калия (KBrOз) должен быть точно отвешен, тогда как бромид калия (KBr) может быть отвешен на технических весах, но навеска его не должна быть меньше 9,92, избыток бромида калия не мешает.

Перед определением готовят 0,005 н раствор бромид-броматной смеси. Для этого 50 $см^3$ 0,1 н раствора бромидброматной смеси разбавляют бидистиллированной водой до 1 $дм^3$.

2. Тиосульфат натрия ($Na_2S_2O_3$), 0,1 н раствор. Перед употреблением из 0,1 н раствора тиосульфата натрия готовят соответствующим разведением 0,005 н раствор.

3. Иодид калия (KJ).

4. Серная кислота, разведенная 1 : 3 (по объему).

5. Крахмал, 0,5% раствор, свежеприготовленный.

## Ход определения

50 $см^3$ вытяжки из исследуемого изделия, не содержащей спирта и сахара•, переносят в коническую колбу емкостью 250—300 $см^3$ с хорошо притертой пробкой и добавляют 25 $см^3$ бромидброматной смеси. Затем прибавляют 10 $см^3$ разбавленной 1 : 3 серной кислоты, тут же закрывают колбу пробкой, осторожно перемешивают содержимое колбы и ставят в темное место на 30 минут. Далее добавляют 1 г иодида калия, снова быстро закрывают колбу пробкой, осторожно перемешивают и через 5 минут титруют выделившийся йод 0,005 н раствором тиосульфата натрия до слабо-желтого цвета жидкости. После этого добавляют 1—2 $см^3$ 0,5% раствора крахмала и продолжают титрование до обесцвечивания раствора.

В другой такой же колбе проводят контрольное деление, для чего вместо исследуемой вытяжки берут 50 $см^3$ контрольного модельного раствора и добавляют все реактивы в тех же количествах, в каких они были взяты при исследовании вытяжки, и титруют выделившийся йод 0,005 н раствором тиосульфата натрия.

Результаты определения выражают в количестве прореагировавшего брома (X), в $мг/дм^3$:

$$X = \frac{(а - в)К1000\ x\ 0{,}3996}{г},$$

где:

*а* — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный при проведении контрольного опыта, в $см^3$;

*в* объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный в опыте с вытяжкой из исследуемого материала, в $см^3$;

*К* - поправочный коэффициент для проведения концентраций раствора тиосульфата натрия к точно 0,005 н;

0,3996 - количество мг брома, эквивалентное 1 $см^3$ 0,005 н раствора тиосульфата натрия;

*г* — объем вытяжки, взятой для определения, в $см^3$.

---

• Спирт и сахар мешают определению

Приложение 7
к Инструкции 2.3.3.10-15-64-2005
«Санитарно-химические исследования изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, контактирующих с пищевыми продуктами»

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕГО КОЛИЧЕСТВА АМИНОСОЕДИНЕНИЙ

Метод основан на количественном определении аминосоединений по общему содержанию азота путем их минерализации по Кьельдалю с последующим определением аммонийного азота колориметрическим методом с реактивом Несслера. Определению мешает аммиак.

Чувствительность метода 0,001 мг азота в колориметрируемом объеме.

## Реактивы

Все реактивы готовят на дистиллированной воде, не дающей положительной реакции на аммиак.

1. Серная кислота, концентрированная, химически чистая, прокипяченная для сожжения органических веществ и проверенная на отсутствие в ней аммиака.
2. Медь сернокислая, 10% раствор.
3. Калий сернокислый, 10% раствор.
4. Безаммиачная дистиллированная вода. Безаммиачную воду получают вторичной перегонкой обычной дистиллированной воды, подкисленной 1 $см^3$ концентрированной серной кислоты с добавлением перманганата калия до малинового окрашивания.
5. Кали едкое, 10% раствор.
6. Едкий натр (или калий), концентрированный раствор (500 *г* едкого натра в 1 $дм^3$ воды).
7. Серная кислота, 0,1 н раствор.
8. Реактив Несслера — 50 г иодата калия растворяют в 50 $см^3$ безаммиачной воды; 30 г хлорной ртути (сулема) растворяют при постоянном помешивании в 150 $см^3$ безаммиачной воды, нагретой до кипения. Колба с нагретой до кипения водой должна быть перед внесением сулемы снята с нагревательного прибора. Горячий раствор сулемы приливают по каплям к раствору иодата калия до появления нерастворимого красного осадка и оставляют стоять до следующего дня.

Растворяют при нагревании 150 г химически чистого кали едкого (или 107 г едкого натра) в 300 $см^3$ безаммиачной воды и по охлаждении вливают его в раствор йодистого калия и хлорной ртути, доводят объем до 1 $дм^3$ безаммиачной водой и добавляют сверх этого объема 4—6 $см^3$ раствора

сулемы до появления неисчезающего красного осадка.

Реактив оставляют стоять в темном месте до полного осветления и в дальнейшем хранят также в темноте хорошо закрытым (но не стеклянной пробкой). При употреблении берут прозрачный раствор, не взмучивая осадка. Хорошо отстоявшийся раствор слить сифоном с осадка и в таком виде хранить.

Все операции по приготовлению реактива Несслера следует выполнять в вытяжном шкафу.

9. Стандартный раствор хлористого аммония.

0,3818 г хлористого аммония (хч) растворяют в безаммиачной воде и доводят объем раствора до 100 $см^3$ (1 $см^3$ = 1 мг азота). Раствор должен быть всегда свежеприготовленным. Разведением в 100 раз основного раствора готовят рабочий стандартный раствор (1 $см^3$ = 0,01 мг азота).

Ход определения

50 $см^3$ испытуемой вытяжки (полученной на безаммиачной воде) помещают в колбу Кьельдаля емкостью 250 $см^3$, добавляют 10 $см^3$ концентрированной серной кислоты (уд. в. 1,835—1,84), 2—3 капли 10% раствора сернокислой меди и 1—2 $см^3$ 10% сульфат калия, кипятят до тех пор, пока раствор в колбе стане вполне прозрачным и бесцветным или слабо-зеленоватым. После окончания сжигания и охлаждения раствора содержимое колбы Кьельдаля без потерь переносят колбу перегонного аппарата емкостью около 500 $см^3$ - применяя при этом приблизительно 200 $см^3$ безаммиачной дистиллированной воды.

Собирают прибор для отгонки. Отгонка аммиака проводится в приборе с пришлифованными стеклянными частями. Прибор предварительно освобождается от возможных следов аммиака. Для этого в него вливают дистиллированную воду и кипятят до исчезновения в отгоне следов аммиака. Оставшуюся в колбе прибора воду выливают.

Нижний конец холодильника погружают в мерную колбу (приемник) объёмом 200 $см^3$, содержащую 10 $см^3$ 0,1 н серной кислоты. Затем, сняв колбу для отгонки аммиака с перегонного прибора, бросают в нее кусочек лакмусовой бумажки и, держа колбу наклонно, осторожно, чтобы жидкости не смешивались, вливают 50 $см^3$ концентрированного раствора едкого натра. Не встряхивая содержимого колбы, вводят стеклянные бусинки, сейчас же соединяют колбу с собранной установкой для отгонки, осторожно вращая колбу, смешивают в ней оба слоя жидкости (жидкость должна быть щелочной по лакмусу) и начинают нагревание. Отгоняют в приемник с кислотой около 200 $см^3$ дистиллята. Содержимое приемной колбы доводят до метки, перемешивают и определяют в нем аммиак с реактивом Несслера.

Для этого в колориметрическую пробирку вносят определенное количество дистиллята в зависимости от содержания азота, прибавляют 1 каплю 10% раствора едкого натра или кали и доводят объем раствора до 10 $см^3$ безаммиачной дистиллированной водой.

Затем готовят стандартную шкалу, как указано в таблице.

Далее одновременно в пробирку с дистиллятом и стандартным раствором добавляют по 0,2 $см^3$ реактива Несслера и тщательно перемешивают.

Таблица

Стандартная шкала для определения азота

| Реактив | Номер пробирки | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| Стандартный раствор хлористого аммония (1 $см^3$ = 0,01 мг азота) в $см^3$ | 0 | 0,1 | 0,2 | 0,4 | 0,6 | 0,8 | 1,0 |
| Дистиллированная вода, в $см^3$ | 10,0 | 9,9 | 9,8 | 9,6 | 9,4 | 9,2 | 9,0 |
| Содержание азота, в мг | 0 | 0,001 | 0,002 | 0,004 | 0,006 | 0,008 | 0,01 |

Через 5—10 минут сравнивают интенсивность образовавшейся окраски с окраской стандартных растворов.

Расчет производится в мг азота на 1 $дм^3$ вытяжки. Необходимо обязательно ставить контрольный опыт с применяемыми реактивами в тех же условиях.

Приложение 8
к Инструкции 2.3.3.10-15-64-2005
«Санитарно-химические исследования изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, контактирующих с пищевыми продуктами»

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ АКРИЛОНИТРИЛА В ПРИСУТСТВИИ АММИАКА

Метод основан на омылении акрилонитрила до аммиака при нагревании со щелочью и последующем определении аммиака колориметрическим методом с реактивом Несслера.

При взаимодействии аммиака с реактивом Несслера образуется соединение, окрашенное в желтовато-бурый цвет, интенсивность окраски прямо пропорциональна концентрации аммиака.

## Реактивы и оборудование

Дистиллированная вода, не содержащая иона $NH+_4$. Для очистки к 1 $дм^3$ дистиллированной воды прибавляют 5 $см^3$ 10% серной кислоты и перегоняют ее. Первые порции отгона (100 $см^3$) отбрасывают. Следующие порции проверяют с реактивом Несслера на содержание иона $NH+_4$. При отрицательной реакции на ион $NH+_4$ воду собирают и хранят в колбе с нормальным шлифом. Все нижеуказанные растворы готовят на воде, не содержащей аммиака.

Стандартный раствор аммиака. 1. Основной стандартный раствор, содержащий 0,1 $мг/см^3$ аммиака, готовят растворением 0,0314 г хлорида аммония (хч) в 100 $см^3$ дистиллированной воды. 2. Рабочий стандартный раствор, содержащий 0,01 $мг/см^3$ аммиака, готовят перед определением, разбавляя в 10 раз основной раствор дистиллированной водой.

При определении аммиака непосредственно в водных вытяжках стандартные растворы аммиака готовят на 0,1 н растворе серной кислоты.

Стандартный раствор акрилонитрила. 1. Основной раствор: в мерную колбу на 25 $см^3$ наливают 10—15 $см^3$ 0,1 н раствора серной кислоты и колбу взвешивают на аналитических весах. Затем вносят в колбу 2—3 капли акрилонитрила и вновь взвешивают. По разности веса определяют количество внесенного акрилонитрила. Раствор в колбе доводят до метки 0,1 н раствор ром серной кислоты и высчитывают содержание акрилонитрила в 1 $см^3$ раствора.

2. Путем соответствующего разведения основного раствора 0,1 н серной кислотой готовят перед употреблением рабочий стандартный раствор с содержанием акрилонитрила 0,0312 $мг/см^3$, что соответствует 0,01 мг аммиака в $см^3$.

Серная кислота — 1,0; 0,7; 0,1 н растворы из фиксанала разбавлением безаммиачной дистиллированной водой.

Едкое кали, 40% раствор.

Реактив Несслера. 10 г иодида ртути тщательно растирают в ступке,

добавляют 7 г иодида калия и вторично тщательно растирают смесь порошков, добавляют 3—5 см$^3$ воды и снова растирают смесь до получения прозрачного раствора зеленоватого цвета. Раствор при непрерывном помешивании переносят малыми порциями в 40% раствор щелочи (16 г КОН в 50см$^3$ безаммиачной дистиллированной воды). Общий объем раствора доводят водой до 100 см$^3$ и оставляют на 1—2 дня, после чего осторожно сифонируют прозрачный раствор в склянку из темного стекла и закрывают резиновой (корковой) пробкой, обернутой полиэтиленовой пленкой.

Колориметрические пробирки (высотой 15 см) нормальным шлифом, снабженные воздушными холодильниками (длиной 50 см).

Фотоэлектроколориметр.

Перегонная установка с нормальными шлифами для концентрирования вытяжки.

Ход определения

Ниже приводятся два метода определения аммиака и акрилонитрила при их совместном присутствии.

1. Аммиак и акрилонитрил определяют непосредственно в водных вытяжках, содержащих значительные количества этих соединений.

Чувствительность метода по аммиаку 0,3 мг/дм$^3$.

2. Аммиак и акрилонитрил определяют в отгонах из вытяжек.

Данный метод является более чувствительным — чувствительность по аммиаку 0,06 мг/дм$^3$.

а) Определение аммиака в водной вытяжке в присутствии акрилонитрила без омыления его. Для определения аммиака 3,5 см$^3$ вытяжки вносят в пробирку, добавляют в нее 0,5 см$^3$ 0,7 н серной кислоты, 1 см$^3$ 40% щелочи и 0,5 см$^3$ реактива Несслера. Смесь тщательно перемешивают и через 10 минут колориметрируют на фотоэлектроколориметре при длине волны $\lambda$ = 453 нм в кюветах с расстоянием между гранями 1 см.

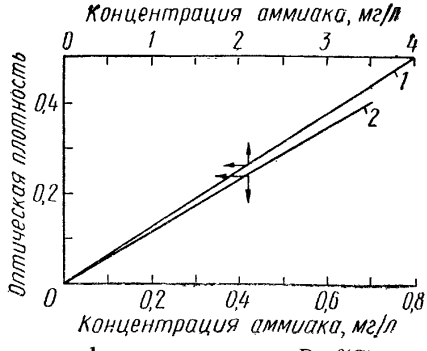



Рис.1. Градуировочные графики зависимости *D=f(C)* для определения содержания аммиака в водных вытяжках (1) и в отгонах (2).

Содержание аммиака в неомыленной вытяжке находят по графику зависимости D = f(C) (рис.1, кривая 1).

б) Определение общего количества аммиака: аммиака, содержащегося

в исследуемой вытяжке, и аммиака, образовавшегося при омылении акрилонитрила. 3,5 $см^3$ вытяжки вносят в пробирку, добавляют 0,5 $см^3$ 0,7 н раствора серной кислоты, 1 $см^3$ 40% щелочи, закрывают пробирку воздушным холодильником на нормальном шлифе и помещают в кипящую водяную баню на 20 минут для омыления. После охлаждения раствора холодильник снимают, добавляют к раствору 0,5 $см^3$ реактива Несслера и через 10 минут колориметрируют.

Содержание аммиака в омыленной вытяжке также определяют по графику зависимости D=f(C) (рис.1, кривая 1).

Содержание акрилонитрила в мг/$дм^3$ (А) определяют по формуле:

$$A = X \cdot 3{,}12,$$

где X — разность содержаний аммиака в омыленной и неомыленной вытяжке, в мг/$дм^3$; 3,12 — коэффициент перерасчета аммиака на акрилонитрил.

Приготовление стандартной шкалы. Стандартные растворы аммиака и акрилонитрила (табл.1) обрабатывают в той же последовательности, что и вытяжки.

По данным колориметрирования стандартных растворов строят график зависимости оптической плотности от концентрации аммиака при акрилонитрила D=f(C) (рис.1, кривая 1).

Таблица 1

Стандартная шкала для определения аммиака и акрилонитрила в вытяжках

| Реактив | Номер стандарта | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| Рабочий стандартный раствор, содержащий 10 мкг/$см^3$ аммиака или 31,2 мкг/$см^3$ лакрилонитрила, $см^3$ | 0 | 0,1 | 0,2 | 0,4 | 0,6 | 0,8 | 1,0 |
| Серная кислота 0,1 н раствор, $см^3$ | 3,5 | 3,4 | 3,3 | 3,1 | 2,9 | 2,7 | 2,5 |
| Едкое кали, 40% раствор | Во все пробирки по 1 $см^3$ | | | | | | |
| Реактив Несслера | Во все пробирки по 0,5 $см^3$ | | | | | | |
| Содержание аммиака, мкг | 0 | 1 | 2 | 4 | 6 | 8 | 10 |
| Содержание акрилонитрила, мкг | 0 | 3,12 | 6,26 | 12,48 | 18,72 | 24,96 | 31,2 |

Определение аммиака и акрилонитрила в отгонах из вытяжек.

50 $см^3$ моделируемой вытяжки помещают в колбу Вюрца и отгоняют 9,5 $см^3$ раствора в градуированную пробирку с притертой пробкой, содержащую 1 $см^3$ 1 н серной кислоты (общий объем раствора 10,5 $см^3$).

Для определения аммиака и акрилонитрила отбирают в две пробирки по 3,5 $см^3$ дистиллята и добавляют в них по 1 $см^3$ 40% щелочи; определение

аммиака проводят без омыления и с омылением акрилонитрила, как указано в пунктах «а» и «б».

Содержание аммиака в неомыленном и омыленном отгоне определяют по графику зависимости D = f(C) (см. рис. 1, кривая 2).

Содержание акрилонитрила в мг/дм$^3$ (А) определяют по формуле:

$$A = X \cdot 3{,}12,$$

где X — разность содержаний аммиака в омыленном и неомыленном отгонах, в мг/дм$^3$; 3,12 — коэффициент пересчета аммиака на акрилонитрил.

Приготовление стандартной шкалы. Стандартные растворы аммиака и акрилонитрила приготовляют по данным табл.2. Каждый стандартный раствор отгоняют в тех же условиях, что и вытяжку. Учитывая, что аммиак и акрилонитрил из 50 см$^3$ раствора могут быть количественно отогнаны только при условии отбора не менее 9,0 см$^3$ отгона, а анализу подвергается лишь 1/3 часть отгона, в 50 см$^3$ каждого стандартного раствора вносят утроенное количество аммиака или акрилонитрила.

При получении стандартной шкалы для определения аммиака из стандартного раствора хлорида аммония в каждые 50 см$^3$ приготовленного для отгона раствора следует добавить по 0,5 см$^3$ 40% щелочи, так как хлорид аммония — соль слабого основания и сильной кислоты. В данном случае отгоняют только 9,0 см$^3$ в 1,5 см$^3$ 1 н серной кислоты.

По данным колориметрирования стандартных растворов, приготовленных по табл. 2, строят график зависимости оптической плотности от концентрации аммиака (рис.1, кривая 2).

Таблица 2

Стандартная шкала для определения аммиака и акрилонитрила в отгонах из вытяжек

| Реактив | Номер стандарта | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| Рабочий стандартный раствор, содержащий 10 мкг/см$^3$ аммиака или 31,2 мкг/см$^3$ акрилонитрила, см$^3$ | 0 | 0,3 | 0,6 | 1,2 | 1,8 | 2,4 | 3,0 |
| Дистиллированная безаммиачная вода, см$^3$ | 50,0 | 49,7 | 49,4 | 48,8 | 48,2 | 47,8 | 47,0 |
| Дистилляция стандартных растворов | | | | | | | |
| Общее количество дистиллята, см$^3$ | | 10,5 см$^3$ в каждой пробирке | | | | | |
| Количество дистиллята, взятое для определения, см$^3$ | | 3,5 см$^3$ из каждой пробирки | | | | | |
| Едкое кали, 40% раствор | | Во все пробирки по 1 см$^3$ | | | | | |
| Реактив Несслера | | Во все пробирки по 0,5 см$^3$ | | | | | |
| Содержание аммиака, мкг | 0 | 1 | 2 | 4 | 6 | 8 | 10 |
| Содержание акрилонитрила, мкг | 0 | 3,12 | 6,26 | 12,48 | 18,72 | 24,96 | 31,2 |

Для определения акрилонитрила из 50 $см^3$ стандартного раствора отгоняют 9,5 $см^3$ дистиллята в 1 $см^3$ 1 н серной кислоты (общий объем пробы 10,5 $см^3$). Для определения аммиака из 50 $см^3$ стандартного раствора отгоняют 9 $см^3$ дистиллята в 1,5 $см^3$ 1 н серной кислоты (общий объем пробы 10,5 $см^3$). Для определения аммиака и акрилонитрила отбирают из 10,5 $см^3$ по 3,5 $см^3$ пробы.

Приложение 9
к Инструкции 2.3.3.10-15-64-2005
«Санитарно-химические исследования изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, контактирующих с пищевыми продуктами»

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ АМИДА ОЛЕИНОВОЙ КИСЛОТЫ В ВОДНОЙ И МОЛОЧНОКИСЛОЙ ВЫТЯЖКАХ

Определение олеиламида, или амида олеиновой кислоты, основывается на гидролизе его соляной кислотой с последующим обнаружением хлорида аммония с реактивом Несслера.

Метод позволяет обнаружить 0,001 мг азота в колориметрируемом объеме. На определение влияет аммиак и азотсодержащие соединения.

## Реактивы

1. Соляная кислота, концентрированная.
2. Едкий натрий, 2 н раствор.
3. Безаммиачная дистиллированная вода. Приготовление см. приложение 7.
4 Серная кислота, 0,1 н раствор.
5 Реактив Несслера. Приготовление см. приложение 7.
6 Стандартный раствор хлористого аммония. Приготовление см. приложение 7.

## Ход определения

200 $см^3$ вытяжки выпаривают в фарфоровой чашке на кипящей водяной бане досуха, затем прибавляют в чашку 2 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и снова выпаривают. После этого остаток из чашки переносят в колбу перегонного аппарата, применяя для этого безаммиачную дистиллированную воду — 100 $см^3$, добавляют несколько стеклянных шариков или стеклянных капилляров, запаянных с одного конца. В приемную колбу наливают 10 $см^3$ 0,1 н раствора серной кислоты и опускают в нее трубку, соединенную с холодильником. В колбу перегонного аппарата через воронку по стенке наливают осторожно 100 $см^3$ 2 н раствора едкого натра, закрывают пробкой с каплеуловителем и соединяют с холодильником. Далее содержимое реакционной колбы перемешивают круговыми движениями и начинают нагревать. После полной отгонки аммиака (проба на аммиак) холодильник и трубку с шариком промывают безаммиачной дистиллированной водой. Отгон с промывной водой доводят в мерной колбе до 100 $см^3$ и приступают к определению аммиачного азота колориметрически с реактивом Несслера на фотоэлектроколориметре.

В качестве рабочего стандартного раствора применяют раствор хлористого аммония, содержащий в 1 $см^3$ 0,01 мг азота.

Для количественного определения аммиачного азота в пробирку наливают определенное количество ($см^3$) испытуемого раствора (в

зависимости от содержания азота), прибавляют 1 каплю едкого натра или кали, 0,1 $см^3$ реактива Несслера, содержимое доводят до объема 10 $см^3$ безаммиачной дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Через 5—10 минут определяют интенсивность окраски на ФЭК с длиной волны $\lambda_{макс}$ = 410 нм и кюветами с рабочей длиной 10 мм.

Количество аммиачного азота вычисляют по калибровочной кривой, составляемой по стандартной шкале (табл.).

Таблица

Шкала стандартов

| Реактив | Номер пробирки | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| Стандартный раствор, $см^3$ | 0,10 | 0,20 | 0,40 | 0,60 | 0,80 | 1,00 |
| Содержание азота, мг | 0,001 | 0,002 | 0,004 | 0,006 | 0,008 | 0,01 |

Расчет производится в мг азота на 1$дм^3$ вытяжки или в мг амида олеиновой кислоты.

Для пересчета на амид олеиновой кислоты следует количество азота умножить на коэффициент 20,09 (частное от деления $\frac{281,288}{14}$).

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

Приложение 10
к Инструкции 2.3.3.10-15-64-2005
«Санитарно-химические исследования изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, контактирующих с пищевыми продуктами»

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ БЕНАЗОЛА (ТИНУВИНА Р, СН 3457, 2- (2'0КСИ-5'-МЕТИЛФЕНИЛ) - БЕНЗОТРИАЗОЛА) СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Метод основан на измерении оптической плотности гексанового раствора 2-(2/-окси-5'-метилфенил)-бензотриазола при длине волны макс. 342 нм с последующим количественным определением его по градуировочному графику.

Чувствительность метода 5 мкг во взятом для исследования объеме вытяжки. Ошибка метода ±1 мкг при количествах 2-(2'-окси-5'-метилфенил)-бензотриазола 5—10 мкг.

Определению не мешают водорастворимые количества бутилстеарата, стеарата цинка, Н-лаурилмеркаптана, диоктилфталата, полиграда, воднорастворимые соединения каучука — крилена, стирола и других веществ, не поглощающих свет при длине волны 342 нм.

## Реактивы и оборудование

1. Спектрофотометр.

2. 2-(2'-окси-5'-метилфенил)-бензотриазол, перекристаллизованный из спирта. Получают спиртовой раствор при нагревании до $60^0$, фильтруют и охлаждают. Выпавшие кристаллы отфильтровывают и высушивают между листами фильтровальной бумаги.

3. Спирт этиловый $96^0$, перегнанный.

4. Стандартный раствор 2-(2'-окси-5'-метилфенил)-бензотриазола в спирте, 1 $см^3$ = 50 мкг.

5. Н-гексан.

## Построение калибровочного графика

Для построения калибровочного графика готовят:

1) гексановые экстракты из водных растворов, содержащих известное количество 2-(2'-окси-5'-метилфенил)-бензотриазола. Для этого в ряд делительных воронок вносят по 50 $см^3$ бидистиллированной воды и добавляют стандартный спиртовой раствор 2-(2'-окси-5'-метилфенил)-бензотриазола в количествах: 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 и 1,0 $см^3$ смывают стенки каждой воронки 50 $см^3$ бидистиллированной воды, добавляют точно 6 $см^3$ н-гексана и извлекают 2-(2'-окси-5'-метилфенил)-бензотриазол путем осторожного экстрагирования в течение 3 минут, затем добавляют еще точно 4 $см^3$ н-гексана и снова осторожно экстрагируют в течение 3 минут. После разделения жидкостей сливают нижний водный слой как ненужный, а верхний слой – гексановую вытяжку – осторожно сливают через верхний

край воронки в сухую пробирку с притертой пробкой. Во избежание попадания в гексановую вытяжку воды следует сливать ее не до конца;

2) одновременно готовят эталоны сравнения, не содержащие 2-(2'-окси-5'-метилфенил)-бензотриазола. Для этого в 6 делительных воронок вносят по 100 $см^3$ бидистиллированной воды и добавляют спирт в количестве, соответствующем содержанию его во взятом стандартном растворе для приготовления гексановых вытяжек с известными количествами 2-(2'-окси-5'-метилфенил)-бензотриазола, т.е. 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 и 1,0 $см^3$; далее содержимое каждой воронки обрабатывают н-гексаном, как указано выше. Полученные гексановые вытяжки служат эталонами при определении оптической плотности в гексановых вытяжках, содержащих известные новшества 2- (2/-окси-5'-метилфенил) -бензотриазола.

Оптическую плотность измеряют при $\lambda_{макс}$ = 342 нм в кювете с толщиной слоя 1 см. Оптическая плотность соответствует количеству 2-(2/-окси-5/-метилфенил)-бензотриазола в 1 $см^3$ гексановой вытяжки, например 0,5 мкг/$см^3$ для вытяжки из первой делительной воронки.

По полученным данным строят калибровочный график, откладывая на оси абсцисс концентрацию 2-(2'-окси-5'-метилфенил)-бензотриазола в мкг/$см^3$ гексановой вытяжки, а на оси ординат — оптическую плотность.

Ход определения

100 $см^3$ вытяжки из исследуемого изделия помещают в делительную воронку, добавляют точно 6 $см^3$ н-гексана и извлекают 2-(2'-окси-5'-метилфенил)-бензотриазол путем осторожного взбалтывания в течение 3 минут; затем еще добавляют точно 4 $см^3$ н-гексана и снова взбалтывают в течение 3 минут.

После полного разделения жидкостей (обычно через 10—15 минут) нижний слой сливают как ненужный, а верхний — гексановую вытяжку — осторожно переносят через верхний край воронки в сухую пробирку с притертой пробкой (раствор № 1, во избежание попадания в гексановую вытяжку воды ее сливают не до конца).

В другую воронку вносят 100 $см^3$ контрольного модельного раствора, примененного при получении вытяжки из изделия, и обрабатывают его 10 $см^3$ н-гексана аналогично исследуемой пробе. Гексановую вытяжку сливают в пробирку с притертой пробкой (раствор № 2). Каждый из растворов (№ 1 и № 2) переносят в кювету с толщиной слоя 1 см и измеряют оптическую плотность раствора № 1 на спектрофотометре или $\lambda_{макс}$ = 342 нм, при этом кювета с раствором № 2 служит эталоном.

Количество 2-(2'-окси-5'-метилфенил)-бензотриазола, отвечающее найденной оптической плотности, находят по калибровочному графику.

Количество 2-(2'-окси-5'-метилфенил)-бензотриазола в вытяжке из исследуемого изделия в мг в пересчете на 1 $дм^3$ (X) высчитывают по формуле:

$$X = \frac{C \; x \; a \; x \; 100}{V \; x \; 100} = \frac{C \; x \; a}{V},$$

где С - количество 2-(2'-окси-5'-метилфенил)–бензотриазола в мкг/$см^3$

гексановой вытяжки, найденное по калибровочному графику;
V — объем вытяжки, взятой для определения, в $см^3$;
а — количество н-гексана, взятое для извлечения 2-(2'-окси-5'-метилфенил)-бензотриазола, $см^3$.

Приложение 11
к Инструкции 2.3.3.10-15-64-2005
«Санитарно-химические исследования изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, контактирующих с пищевыми продуктами»

# РЕАКЦИЯ НА ГАЛОИДЫ ПО БЕЛЬШНТЕЙНУ

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

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

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

## Ход определения

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

Приложение 12
к Инструкции 2.3.3.10-15-64-2005
«Санитарно-химические исследования изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, контактирующих с пищевыми продуктами»

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГЕКСАМЕТИЛЕНДИАМИНА В ВЫТЯЖКАХ

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

Метод позволяет обнаружить 0,0025 мг гексаметилендиамина в колориметрируемом объеме. На определение влияния аммиак при концентрации 0,05 мг/дм$^3$ и выше.

## Реактивы

1. Динитрохлорбензол•, 5% спиртовый раствор.
2. Натрий углекислый, 8% раствор.
3. Соляная кислота, 5% раствор.
4. Хлороформ (для наркоза).
5. Стандартный раствор гексаметилендиамина, 1 см$^3$ = 1 мг, готовят на безаммиачной дистиллированной воде. Рабочий стандартный раствор, содержащий 0,01 мг гексаметилендиамина в 1 см$^3$, готовят из основного раствора соответствующим разведением дистиллированной водой. Стандартный раствор сохраняется в течение 2 недель.

## Ход определения

В колориметрическую пробирку помещают 2 см$^3$ исследуемой вытяжки (вытяжки для определения гексаметилендиамина должны быть приготовлены на безаммиачной воде). Одновременно готовят шкалу стандартов (табл.).

В пробирки с исследуемой вытяжкой и стандартными растворами добавляют 8% раствор углекислого натра до щелочной реакции раствора и избыток его в количестве 0,1 см$^3$. Далее добавляют по 0,2 см$^3$ 5% раствора динитрохлорбензола. Содержимое пробирок перемешивают и ставят на 5 минут в кипящую водяную баню. После охлаждения до комнатной температуры в каждую пробирку добавляют 0,5 см$^3$ 5% раствора соляной кислоты и 1 см$^3$ хлороформа, после чего содержимое энергично встряхивают.

---

• В связи с высокой токсичностью динитрохлорбензола и раздражающего действия на кожу и слизистые оболочки работу следует проводить с особыми предосторожностями, в резиновых перчатках и под тягой..

Таблица

Стандартная шкала для определения гексаметилендиамина

| Реактив | Номер пробирки | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 |
| Стандартный раствор, $см^3$ | 0 | 0,25 | 0,50 | 0,75 | 1,0 |
| Дистиллированная вода, $см^3$ | 2,0 | 1,75 | 1,50 | 1,25 | 1,0 |
| Содержание гексамителендиамина, $см^3$ | 0 | 0,0025 | 0,005 | 0,0075 | 0,01 |

В присутствии гексаметилендиамина слой хлороформа окрашивается в зеленовато-желтый цвет. Интенсивность окраски зависит от концентрации гексаметилендиамина в растворе. Сравнивают окраску в пробирке с исследуемой вытяжкой со стандартной шкалой.

Приложение 13
к Инструкции 2.3.3.10-15-64-2005
«Санитарно-химические исследования изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, контактирующих с пищевыми продуктами»

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИБУТИЛФТАЛАТА И ДИОКТИЛФТАЛАТА В ВОДНОЙ И NaCl-ВЫТЯЖКАХ

Метод основан на извлечении фталатов из вытяжек серным эфиром, их гидролизе с последующим определением продукта гидролиза — фталевой кислоты по реакции образования фенолфталеина в результате конденсации фталевого ангидрида с фенолом.

## Реактивы

1. Серный эфир.
2. Фенол. К 100 г расплавленного на водяной бане фенола приливают при помешивании 10 г воды.
3. Серная кислота, концентрированная.
4. Спирт этиловый.
5. Натрий или калий едкий, 50% раствор.
6. Глицерин.

## Ход определения

Для извлечения фталатов в делительную воронку емкостью 250 $см^3$ примешивают 50—100 $см^3$ испытуемой вытяжки, прибавляют 10 $см^3$ серного эфира и экстрагируют фталаты путем многократного перевертывания воронки в течение 5 минут. Водный слой сливают в другую делительную воронку, захватывая немного эфира. Экстракцию повторяют еще раз 10 $см^3$ эфира. Эфирные вытяжки сливают в фарфоровую чашечку и дают эфиру самопроизвольно испариться при комнатной температуре до объема 1—2 $см^3$. Затем содержимое чашечки количественно переносят в тигель, смывая остаток в чашечке небольшим количеством эфира, и дают последнему полностью испариться при комнатной температуре (под тягой). После полного удаления эфира (отсутствие запаха) в тигель добавляют около 10 мг (одну каплю) фенола (реактив 2) и 1—2 капли концентрированной серной кислоты. Тигель помешают в глицериновую баню, нагретую до 100°, и нагревают ее до 130°. При этом происходит конденсация фталевого ангидрида с фенолом, содержимое тигля окрашивается в темно-красный (вишневый) цвет. Важно следить за тем, чтобы цвет плава не перешел в коричневый.

Далее тигель вынимают из бани, дают охладиться, растворяют плав в 1 $см^3$ спирта, добавляют 1 $см^3$ воды и затем по каплям щелочь до слабощелочной реакции. Рекомендуется, добавив первую каплю одной щелочи и тщательно смешав ее с раствором, подождать 1 минуту и лишь после этого проверить реакцию на лакмус. Последующие капли добавлять так же.

При наличии фталатов, в зависимости от их количества, раствор окрашивается в розовый цвет различной интенсивности.

Необходимо ставить контрольный опыт в аналогичных условиях с теми же реактивами.

Чувствительность метода около 0,2 мг в определенном объеме, или 2 мг/дм$^3$.

Приложение 14
к Инструкции 2.3.3.10-15-64-2005
«Санитарно-химические исследования изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, контактирующих с пищевыми продуктами»

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИБУТИЛФТАЛАТА, ДИОКТИЛФТАЛАТА, БУТИЛСТЕАРАТА, ДИБУТИЛСЕБАНЦИНАТА И АЦЕТИЛ-ТРИБУТИЛЦИТРАТА КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Метод основан на гидролизе сложных эфиров серной кислотой и определении окрашенных продуктов взаимодействия полученных спиртов с ароматическими альдегидами.

Чувствительность метода 0,05 мг/дм$^3$. Определению мешают высшие спирты и эфиры. Стирол не мешает определению.

## Реактивы и оборудование

Хлороформ, хч. Хлороформ не должен окрашивать серную кислоту при встряхивании в делительной воронке.

Стандартный раствор соответствующего пластификатора в хлороформе, 0,10 и 0,01 мг/дм$^3$.

Серная кислота (плотность 1,84).

М-нитробензальдегид (или П-диметиламинобензальдегид), 1 % раствор в концентрированной серной кислоте.

Фотоэлектроколориметр.

## Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят несколько стандартных шкал с содержанием вещества 0,005; 0,01; 0,03; 0,05; 0,07; 0,10 мг в зависимости от содержания пластификаторов в исследуемой вытяжке. Определенное количество стандартного раствора пластификатора в хлороформе вносят в делительную воронку со 100 см$^3$ модельного раствора и содержимое встряхивают в течение 1 минуты. Затем добавляют в воронку 10 см$^3$ хлороформа и опять встряхивают в течение 1 минуты. Дают смеси расслоиться, и нижний слой сливают в пробирку. Далее проводят те же операции, что и при обработке вытяжек (см. ход определения). Затем измеряют оптическую плотность окрашенных растворов с длиной волны $\lambda$=453 нм и строят график зависимости D=f(C), где С — концентрация пластификатора в мг/дм$^3$.

Следует отметить, что при использовании как М нитробанзальдегида, так и П-диметиламинобензальдегида получаются хорошо различимые шкалы.

## Ход определения

В делительной воронке встряхивают 100 $см^3$ вытяжки с 10 $см^3$ хлороформа в течение 1 минуты. Дают смеси расслоиться и нижний слой (хлороформный) сливают в пробирку. Затем хлороформ выпаривают досуха на водяной бане, температура которой поддерживается на уровне 75—80° С. В охлажденную пробирку вносят 2,5 $см^3$ концентрированной серной кислоты и 0,5 $см^3$ 1 % раствора П-диметиламинобензальдегида (или М-нитробензальдегида). Нагревают содержимое пробирки на кипящей водяной бане в течение 15 минут. В присутствии сложных эфиров растворы приобретают оранжево-красную, розовато-красную или красновато-коричневую окраску (в зависимости от вида пластификатора и типа модельной среды). Одновременно с пробами проводят холостой опыт (контроль на реактивы).

Оптическую плотность окрашенных растворов по отношению к контрольной пробе измеряют на фотоэлектроколориметре с $\lambda$=453 нм в кюветах с рабочей длиной 3 мм. Концентрацию пластификатора находят по градуировочному графику D=f (C).

Приложение 15
к Инструкции 2.3.3.10-15-64-2005
«Санитарно-химические исследования изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, контактирующих с пищевыми продуктами»

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИБУТИЛСЕБАЦИНАТА, ДИБУТИЛ- И ДИОКТИЛФТАЛАТОВ В МАСЛЯНЫХ ВЫТЯЖКАХ МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Газохроматографический метод основан на различии коэффициентов распределения веществ между двумя фазами: газовой и жидкой, нанесенной на твердый носитель.

Метод высокотемпературной газовой хроматографии позволяет анализировать пластификаторы без предварительного их преобразования (омыление, метилирование), благодаря чему повышается точность анализа, сокращается число операций и продолжительность определения.

Чувствительность метода 5-10 мг пластификатора в 1 $дм^3$ масляной вытяжки в зависимости от физико-химических свойств пластификатора.

## Реактивы и оборудование

1. Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.
2. Жидкая фаза (апиезон, силиконовые каучуки марок SE-30 и Е-52, резофлекс LAC—2R-446).
3. Твердый носитель (целит С-22, целит-545, хромосорбы W, R, G).
4. Газ носитель (аргон, азот).
5. Водопровод электролизный.
6. Сжатый воздух.
7. Нитрометан, чда
8. Внутренний стандарт (дибутилфталат (ДБФ), дибутилсебацинат (ДСБ), диаминовый эфир себациновой кислоты (ДАС), чда или хч).

## Построение калибровочного графика

Количественное определение пластификатора проводят по внутренним стандартам. В качестве стандартного вещества для ДБС применяют ДБФ, для ДБФ — ДБС, для ДОФ—ДАС.

С целью построения градуировочных графиков готовят смеси пластификаторов и стандартных веществ в нитрометане с различным содержанием каждого из компонентов. Соотношение пластификатора и стандарта выбирается так, чтобы площади их пиков были примерно одинаковыми. По оси абсцисс откладывают известные количества пластификатора, а по оси ординат — его количества, найденные относительно внутреннего стандарта по формуле:

$$Q_x = \frac{S_x \; x \; Q_c}{S_c},$$

где $Q_x$ — количество пластификатора, найденное относительно внутреннего стандарта, мг; $S_x$ — площадь пика пластификатора, мм$^2$; $Q_c$ — количество добавленного внутреннего стандарта, мг; $S_c$ —площадь пика внутреннего стандарта, мм$^2$.

Площадь пика равна произведению его высоты на ширину, взятую на половине высоты пика. Калибровочный график для определения содержания ДБС и ДОФ представлен на рис. 2 и 3.

Ход определения

В делительную воронку отбирают 10—20 см$^3$ исследуемой масляной вытяжки, добавляют 10 см$^3$ нитрометана и проводят извлечение пластификаторов путем осторожного перевертывания воронки (50—60 раз). Экстракцию повторяют 5—7 раз. Полученные экстракты сгущают под вакуумом до объема около 1 см$^3$ в конической перегонной колбе, а затем переносят в пробирку с притертой пробкой. Чтобы установить примерное содержание пластификатора в экстракте, с помощью микрошприца отбирают около 5 мм$^3$ пробы, вводят в хроматограф и проводят определение. Вычисляют площадь полученного пика и по калибровочному графику находят примерное содержание определяемого пластификатора. Исходя из полученных данных, прибавляют к экстракту внутренний стандарт в таком количестве, чтобы площади пиков искомого и добавляемого веществ были близки по величине.

Снова отбирают пробу около 5 мм$^3$ и хроматографируют. По величине обеих площадей и количеству добавленного стандарта вычисляют относительное содержание пластификатора, а затем по калибровочному графику находят фактическое содержание его в анализируемой вытяжке. Образцы хроматограмм экстрактов ДБС, ДБФ и ДОФ из масляных вытяжек с добавлением внутренних стандартов приведены на рис. 4, 5.

Для анализа пластификаторов рекомендуется применять короткие колонки из нержавеющей стали длиной 0,5-1 м, количество жидкой фазы 5-10% от веса твердого носителя. Рабочая температура 230—240$^0$С. Расход газа носителя – 50 см$^3$/мин, водорода – 50 см$^3$/мин, воздуха – 850 см$^3$/мин.

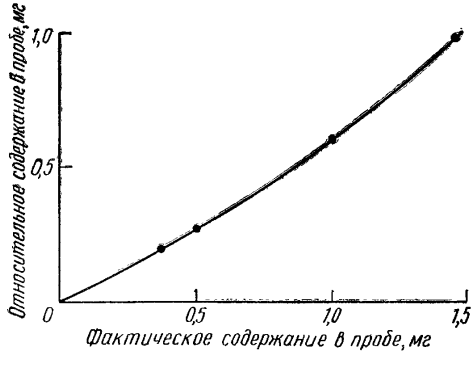


Рис. 2. Калибровочный график для определения содержания дибутилсебацината в масляных вытяжках

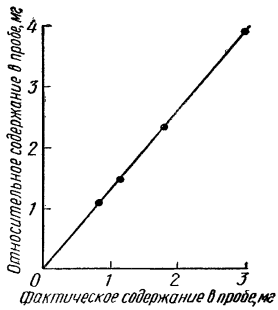



Рис. 3. Калибровочный график для определения содержания дибутилфталата в масляных вытяжках

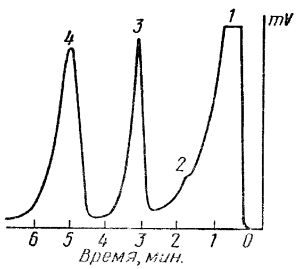



Рис.4. Хроматограмма экстракта, содержащего дибутилсебацианат и дибутилфталат: 1 – нитрометан, 2 – неидентифицировано, 3 – дибутилфталат, 4 - дибутилсебацинат

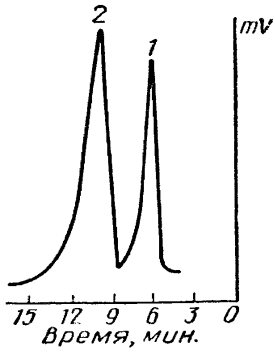



Рис.5. Хроматограмма экстракта, содержащего диоктилфталат и диамиловый эфир себациновой кислоты: 1 – диамиловый эфир себациновой кислоты, 2 - диоктилфталат

Приложение 16
к Инструкции 2.3.3.10-15-64-2005
«Санитарно-химические исследования изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, контактирующих с пищевыми продуктами»

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИМЕТИЛОВОГО ЭФИРА ТЕРЕФТАЛЕВОЙ КИСЛОТЫ (ДИМЕТИЛТЕРЕФТАЛАТА)

Метод основан на омылении диметилтерефталата раствором щелочи и на последующем определении образующегося в результате его гидролиза метилового спирта после окисления его до формальдегида по реакции с хроматроповой кислотой.

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

### Реактивы

Едкий натр, 5% водный раствор.

### Ход определения

50 $см^3$ испытуемой вытяжки помещают в колбу для омыления и прибавляют половинный объем 5% раствора щелочи. Присоединяют колбу к шариковому холодильнику и погружают ее на 30 минут в водяную баню (температура 80—90°) для гидролиза диметилтерефталата.

Одновременно ставят контрольный опыт с реактивами.

Содержимое колбы после омыления переносят в колбу перегонного аппарата, смывая остатки с колбы небольшим количеством дистиллированной воды (5 $см^3$) и отгоняют 40 $см^3$ дистиллята; приемник должен быть погружен в воду со льдом. В дистилляте определяют метиловый

спирт после окисления его до формальдегида по реакции с хроматроповой кислотой (приложение 28).

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

Содержание диметилтерефталата (X) в мг/дм$^3$ рассчитывают по следующей формуле:

$$X = \frac{0{,}01 \cdot a \cdot 40 \cdot 1000 \cdot 3{,}0}{2 \cdot г},$$

где $a$ — количество рабочего стандартного раствора метилового спирта, интенсивность окраски которого соответствует исследуемой вытяжке, в см$^3$;

$г$ — объем вытяжки, взятой для исследования, в см$^3$;

3,0 — коэффициент пересчета метилового спирта на диметилтерефталат;

2 — количество дистиллята, взятое для определения, в см$^3$;

40 — общее количество дистиллята, в см$^3$.

Приложение 17
к Инструкции 2.3.3.10-15-64-2005
«Санитарно-химические исследования изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, контактирующих с пищевыми продуктами»

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИФЕНИЛОЛПРОПАНА

Метод основан на получении нитрозосоединения при взаимодействии дифенилолпропана с азотистой кислотой и колориметрическом определении образующегося в щелочной среде продукта реакции желтого цвета.

Метод позволяет обнаружить 0,002 мг (2 мкг) дифенилолпропана в колориметрируемом объеме, или 0,02 мг/дм$^3$.

Эпихлоргидрин, толуол не мешают определению.

## Реактивы

1. Едкий натр, 20% раствор.
2. Едкий натр, 0,1 н раствор.
3. Серная кислота, 20% раствор (по массе).
4. Азотистокислый натрий, 0,5% раствор, свежеприготовленный.
5. Аммиак, 15% раствор.
6. Эфир серный, обезвоженный сульфатом натрия и перегнанный на водяной бане (с температурой 40—50°), остаток при перегонке, примерно около 10% от взятого объема, отбрасывают.
7. Стандартный раствор дифенилолпропана.

Готовят основной раствор: 0,01 г дифенилолпропан; растворяют в мерной колбе емкостью 100 см$^3$ в 0,1 н растворе NaOH, в случае необходимости — при подогревании в водяной бане. После охлаждения раствор доводят до метки 0,1 н раствором щелочи (1 см$^3$ = 0,1 мг дифенилолпропана).

Для приготовления рабочего стандартного раствора 10 см$^3$ основного раствора переносят в мерную колбу на 100 см$^3$ и доводят до метки 0,1 н раствором NaOH (1 см$^3$=0,01 мг дифенилолпропана). Раствор готовят в день определения.

## Ход определения

100 см$^3$ исследуемой вытяжки (водной, уксуснокислой, виннокислой, а также вытяжки, полученной при обработке изделия поваренной солью) переносят в делительную воронку и без подщелачивания экстрагируют 20 см$^3$ эфира путем энергичного перевертывания воронки 40—50 раз, не допуская взбалтывания раствора во избежание образования стойкой эмульсии.

При исследовании молочнокислой вытяжки последнюю предварительно нейтрализуют 20% раствором едкого натра, пользуясь при

этом универсальной индикаторной бумагой, после чего проводят экстракцию дифенилпропана 20 $см^3$ эфира, как указано выше.

При определении дифенилолпропана в спиртовых вытяжках или вытяжках, содержащих спирт, спирт предварительно удаляют на водяной бане.

После расслоения жидкости водный слой сливают через кран в другую делительную воронку, в которой повторяют экстракцию 10 $см^3$ эфира. Соединенные эфирные вытяжки испаряют в фарфоровой чашке при комнатной температуре в вытяжном шкафу.

Остаток в чашке количественно переносят с помощью 5 $см^3$ 0,1 н раствора едкого натра в колориметрическую пробирку с притертой пробкой, отбирая каждый раз по 1 $см^3$. Объем раствора в пробирке доводят 0,1 н едким натром до 5 $см^3$.

К 5,0 $см^3$ полученного раствора в колориметрической пробирке с притертой пробкой приливают 0,5 $см^3$ 20% раствора $H_2SO_4$ и 0,5 $см^3$ раствора $NaNO_3$. Содержимое пробирки нагревают в течение 5 минут в кипящей водяной бане. После охлаждения к раствору добавляют 2 $см^3$ 15% раствора аммиака. Через 30 минут сравнивают интенсивность желтой окраски со стандартной шкалой, одновременно приготовленной в тех же условиях, или измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре при длине волны 413 нм в кювете с толщиной слоя 20 мм. Количество дифенилолпропана, отвечающее найденной оптической плотности, находят по калибровочному графику, для построения которого измеряют оптические плотности растворов той стандартной шкалы (табл.).

При этом интенсивность образующейся желтой окраски пропорциональна концентрации дифенилолпропана в растворе.

Таблица

Стандартная шкала для определения дифенилолпропана

| Реактив | Номер пробирки | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| Стандартный раствор дифенилолпропана (1 $см^3$ = 0,01 мг), $см^3$ | 0 | 0,20 | 0,40 | 0,60 | 0,80 | 1,00 |
| NaOH, 0,1 н, $см^3$ | 5,0 | 4,8 | 4,6 | 4,4 | 4,2 | 4,0 |
| Содержание дифенилолпропана, мг | 0 | 0,002 | 0,004 | 0,006 | 0,008 | 0,01 |

Приложение 18
к Инструкции 2.3.3.10-15-64-2005
«Санитарно-химические исследования изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, контактирующих с пищевыми продуктами»

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАНЦЕРОГЕННЫХ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ, В ТОМ ЧИСЛЕ 3,4-БЕНЗПИРЕНА

Определение люминесценции парафина при ультрафиолетовом облучении.

## Реактивы и оборудование

Аппарат для люминесцентного (флуоресцентного) анализа витаминов в растворах или любой другой аналогичный аппарат, где источником возбуждения ультрафиолетовых лучей служит ртутно-кварцевая лампа типа ПРК-4.

Светофильтр типа УФС-2 или УФС-3.

Насос стеклянный водоструйный лабораторный по ГОСТ 10696 или любой другой вакуумный насос.

Пробирки стеклянные по ГОСТ 10515, тип ПХ-14.

Стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 10394, тип ПН, вместимостью 25 $см^3$.

Меры вместимости стеклянные технические по ГОСТ 1770.

Колба мерная, тип 1, емкостью 1000 $см^3$.

Колба мерная, тип 1, емкостью 100 $см^3$.

Пипетка на 5 $см^3$, тип 1, с делениями.

Кислота серная по ГОСТ 4204, хч или чда, 0,1 н раствор.

3 4-бензпирен, эталонный раствор.

Н-октан, дважды перегнанный, нелюминесцирующий.

Азот жидкий технический по ГОСТ 9293—59.

## Ход определения

Для определения люминесценции парафина в стаканчик емкостью 25 $см^3$ берут 1,0 г стружки парафина, снятой с трех различных мест образца, и экстрагируют 4 $см^3$ дважды перегнанного нелюминесцирующего н-октана при интенсивном перемешивании при комнатной температуре (но не выше 30°) в течение 30 минут.

Экстракт масел и ароматических углеводородов в растворе н-октана отделяют от выкристаллизовавшегося парафина декантацией или вакуумной фильтрацией в пробирку.

В другую пробирку помещают 1 $см^3$ эталонного раствора 3,4-бензпирена в концентрации $1 \times 10^{-10}$ г/$см^3$ и 3 $см^3$ дважды перегнанного н-октана. Обе пробирки помещают рядом в держателях пробирок в прозрачный сосуд Дьюара, наполненный жидким азотом.

Пробы облучают ультрафиолетовым светом, сфокусированным конденсором на пробирках, и сравнивают.

Образец парафина считают выдержавшим испытание, если люминесценция замороженного экстракта из парафина не видна по

сравнению с люминесценцией замороженного н-октанового раствора 3,4-бензпирена.

Всю стеклянную посуду, используемую при испытании парафина, тщательно промывают хромовой смесью, затем дистиллированной водой и просушивают (ГОСТ 23683).

Приложение 19
к Инструкции 2.3.3.10-15-64-2005
«Санитарно-химические исследования изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, контактирующих с пищевыми продуктами»

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ Е-КАПРОЛАКТАМА

## Качественное определение

Реакция основана на взаимодействии Е-капролактама с тетрайодвисмутитом калия ($KBiJ_4$) с образованием кристаллического осадка в виде красных и темно-красных кристаллов гексагональной системы следующего химического состава $(C_6H_{11}NOH)_2BiJ_4$. Чувствительность реакции для водных растворов 0,01 мг в определяемом объеме.

### Реактивы

1. Раствор йодвисмутита калия: 5,825 г окиси висмута ($Bi_2O_3$) растворяют в 10 $см^3$ концентрированной соляной кислоты (уд. в. 1,19) и выпаривают в фарфоровой чашке на водяной бане досуха.

Полученный хлористый висмут растворяют в 50 $см^3$ дистиллированной воды. 50 г йодистого калия (чда), растворяют в небольшом количестве дистиллированной; воды, подкисляют 0,5 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, оба раствора сливают вместе и доводят объем до 100 $см^3$ дистиллированной водой. Раствор должен храниться в склянке из темного стекла.

2. Азотная кислота, 5% раствор.

### Ход определения

25—50 $см^3$ испытуемой вытяжки упаривают в фарфоровой чашке на водяной бане до небольшого объема (около 1 $см^3$). В сконцентрированном растворе проводят качественную реакцию на Е-капролактам. На предметное стекло наносят 1—2 капли раствора и осторожно испаряют на теплой водяной бане.

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

## Количественное определение по Д. А. Бабаеву

Реакция основана на образовании гидроксамовой кислоты при взаимодействии Е-капролактама с сернокислым гидроксиламином в щелочной среде; гидроксамовая кислота с трехвалентным железом дает

окрашенное в коричневый (при малых количествах капролактама) до темно-красно-фиолетового цвета (при больших количествах Е-капролактама) комплексное соединение. Чувствительность метода 0,01 мг/см$^3$ .

Реактивы

1. 0,74 М раствор хлорного железа, приготовленный на 0,1 н растворе соляной кислота.

2. Молярный раствор сернокислого гидроксиламина.

3. 4,5 н раствор соляной кислоты.

4. 4,5 н раствор едкого натра.

Ход определения

В пробирку с притертой пробкой емкостью 10 $см^3$ наливают 1 $см^3$ 4,5 н раствора едкого натра и 1 $см^3$ серно-кислого гидроксиламина. К раствору прибавляют 1—2 испытуемой вытяжки. После тщательного перемешивания пробирку помещают в кипящую водяную баню на 30 минут. Затем раствор путем погружения пробирки в холодную воду быстро охлаждают до комнатной температуры. К нему добавляют 1 $см^3$ 4,5 н раствора соляной кислоты и 1 $см^3$ 0,74 молярного раствора хлорного железа. При наличии Е-капролактама раствор приобретает коричневый или красно-фиолетовый цвет. Одновременно в тех же условиях проводят контрольную пробу, для чего вместо вытяжки берут 1—2 $см^3$ дистиллированной воды. Контрольная проба светло-зеленоватого цвета.

Приготовленные растворы едкого натра и соляной кислоты, взятые в равных объемах, должны иметь нейтральную реакцию, иначе после добавления хлорного железа образуется бурый осадок, что указывает на щелочную реакцию раствора.

Количественное определение Е-капролактама
и низкомолекулярных азотсодержащих соединений

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

Чувствительность метода 0,001 мг азота в колориметрируемом объеме.

Реактивы (приготовление см. приложение 7)

Ход определения

25—50 $см^3$ испытуемой вытяжки подкисляют серной кислотой до получения 10% концентрации ее в растворе и содержимое кипятят с обратным холодильником в течение 6—8 часов для гидролитического расщеплений определяемых веществ. Гидролизат количественно переносят в колбу Кьельдаля емкостью 250 $см^3$, добавляют 10 $см^3$ концентрированной серной кислоты (уд. в. 1,835—1,84), 2—3 капли 10% раствора сернокислой меди и 1—2 $см^3$ 10% сульфата калия и далее проводят работу, как указано в приложении 7.

Расчет производят в мг азота (расчет в примере, п.18.4).

Коэффициент пересчета количества азота на Е-капролактам 8,08 (частное от деления $\frac{113,162}{14}$).

Приложение 20
к Инструкции 2.3.3.10-15-64-2005
«Санитарно-химические исследования изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, контактирующих с пищевыми продуктами»

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕЛАМИНА

25—50 $см^3$ вытяжки выпаривают на водяной бане до небольшого объема (около 1 $см^3$) и проводят указанные ниже реакции.

## Микрореакция по Архангелову

Каплю раствора переносят на предметное стекло, прибавляют каплю раствора пикриновой кислоты и обе капли быстро перемешивают оплавленной стеклянной нитью, что способствует кристаллизации. При наличии меламина образуются игольчатые кристаллы, группирующиеся в пучки, снопики и звездчатые скопления.

### Реактивы

Пикриновая кислота, 0,1 % раствор.

## Микрореакция по Саркисянц

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

Чувствительность 0,01 мг.

### Реактивы

Реактив Драгендорфа: 8 г основного азотнокислого висмута растворяют в 20 г азотной кислоты (уд. в. 1,18) и вливают в концентрированный раствор из 27,2 г йодистого калия в 30 $см^3$ дистиллированной воды. Через несколько дней раствор отфильтровывают от выделившейся селитры, а фильтрат разбавляют дистиллированной водой до 100 $см^3$.

Приложение 21
к Инструкции 2.3.3.10-15-64-2005
«Санитарно-химические исследования изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, контактирующих с пищевыми продуктами»

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТИЛОВОГО СПИРТА

Определение метилового спирта с хромотроповой кислотой

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

Метод позволяет обнаружить содержание метилового спирта в количестве 0,001 мг (или 1 мкг) в колориметрируемом объеме (0,25 мг/дм$^3$).

Метод неспецифичен, присутствие формальдегида мешает определению.

## Реактивы

1. Серная кислота, 25% раствор.
2. Серная кислота, концентрированная (уд. в. 1,835—1,84).
3. Перманганат калия, 0,2% раствор.
4. Сульфит натрия ($Na_2SO_3$-$7H_2$), 5% раствор.
5. Хромотроповая кислота (1,8-диоксинафталин-3,6-дисульфокислота) или ее динатриевая соль ($C_{10}H_6O_8S_2Na_2$), 1% водный раствор, свежеприготовленный.
6. Стандартный раствор метилового спирта. Готовят исходный раствор. В мерную колбу емкостью 50 см$^3$ наливают 20 см$^3$ дважды перегнанной воды, затем колбу взвешивают на аналитических весах. Вносят в колбу 3—4 капли перегнанного метилового спирта и вновь взвешивают. По разности веса определяют количество метилового спирта. Раствор в колбе доводят до метки бидистиллированной водой, затем высчитывают содержание метилового спирта в 1 см$^3$ раствора. Перед определением из исходного раствора готовят рабочий стандартный раствор с содержанием метилового спирта 0,01 мг, или 10 мкг/см$^3$.

## Ход определения

100 см$^3$ испытуемой вытяжки помещают в круглодонную колбу аппарата для перегонки с небольшим холодильником и осторожно отгоняют 50 см$^3$ в мерную колбу. Колба — приемник дистиллята при отгоне должна быть погружена в воду со льдом.

2 см$^3$ дистиллята переносят в колориметрическую пробирку с притертой пробкой, приливают 0,5 см$^3$ 25% раствора серной кислоты и 0,2 см$^3$ 0,2% раствора перманганата калия. Содержимое пробирки встряхивают (в течение 5 секунд) и оставляют стоять в течение 5 минут, после чего добавляют по каплям 5% раствор сульфита натрия до обесцвечивания (избегать избытка).

В пробирку с обесцвеченным раствором добавляют 0,4 $см^3$ 1 % раствора хромотроповой кислоты или ее динатриевой соли и 1,7 $см^3$ концентрированной серной кислоты. Нагревают пробирку в кипящей водяной бане в течение 30 минут, по охлаждении содержимое пробирки перемешивают и оставляют стоять в течение 40—60 минут.

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

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

Для количественного определения метилового спирта в дистилляте одновременно проводят реакцию с хромотроповой кислотой со стандартными растворами и с дистиллятом. Шкалу готовят, как указано в таблице.

Таблица

Стандартная шкала для определения метилового спирта

| Реактив | Номер пробирки | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| Стандартный раствор (1 $см^3$ = 0,01 мг метилового спирта), в $см^3$ | 0 | 0,10 | 0,20 | 0,40 | 0,60 | 0,80 | 1,00 |
| Дистиллированная вода, $см^3$ | 2,0 | 1,90 | 1,80 | 1,60 | 1,40 | 1,20 | 1,00 |
| Содержание метилового спирта, мг | 0 | 0,001 | 0,002 | 0,004 | 0,006 | 0,008 | 0,010 |

Расчет в примере п.18.4.

В ряд одинаковых колориметрических пробирок вводят определенное количество рабочего стандартного раствора метилового спирта (1 $см^3$ = 0,01 мг метилового спирта).

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

Приложение 22
к Инструкции 2.3.3.10-15-64-2005
«Санитарно-химические исследования изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, контактирующих с пищевыми продуктами»

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОЧЕВИНЫ В ВОДНОЙ ВЫТЯЖКЕ

Метод основан на минерализации мочевины с помощью серной кислоты с образованием сернокислого аммония. Разложение сернокислого аммония щелочью, поглощение аммиака титрованным раствором серной кислоты с последующим определением связанного им количества серной кислоты проводится в чашках Конвея. Чувствительность метода 0,01 мг мочевины в $см^3$ раствора, полученного после минерализации. Ошибка метода±10%.

Метод неспецифичен, другие азотсодержащие соединения будут определяться вместе с мочевиной.

## Реактивы и посуда

1. Серная кислота (уд. вес 1,84).
2. Натр едкий, 20% раствор.
3. Серная кислота, 0,01 н раствор.
4. Натр едкий, 0,01 н раствор.
5. Пергидроль.
6. Натрий углекислый, 10% раствор.
7. Безаммиачная дистиллированная вода. Безаммиачную воду получают вторичной перегонкой дистиллированной воды, подкисленной серной кислотой с добавлением перманганата калия (приложение 7).
8. Индикатор Ташира. Основной раствор: к 40 $см^3$ 0,1% спиртового раствора метилового красного добавляют 10 $см^3$ 0,1% спиртового раствора метиленового синего. Рабочий раствор: к 1 объему основного раствора добавляют 1 объем спирта и 2 объема воды. Цвет раствора зеленый — в щелочной среде и винно-красный — в кислой.
9. Смазка для чашек Конвея: в фарфоровую чашку вносят 300 г вазелина (технического), 50 г воска (х. ч.) и 50 г парафина. Чашку ставят на водяную баню до расплавления (осторожно с огнем — пары парафина дают вспышку!), хорошо перемешивают до получения однородной массы, охлаждают и помещают в банку с притертой пробкой.
10. Чашки Конвея. Чашки по форме напоминают кристаллизатор с низкими стенками, в центральную часть которого впаян цилиндр. Кроме того, наружная камера чашки разделена стеклянной перегородкой. Высота чашки 1,5 см, высота цилиндра 1 см. Диаметр чашки равен 7—8 см, диаметр цилиндра — 3 см. Чашки плотно закрывают пришлифованными стеклянными крышками.

## Ход определения

50 $см^3$ исследуемой вытяжки переносят в фарфоровую чашку, добавляют углекислый натрий до слабощелочной реакции и выпаривают на водяной бане до объема около 5 $см^3$. Остаток переносят в колбочку Кьельда- объемом 25 $см^3$ путем 5-кратного споласкивания фарфоровой чашки безаммиачной дистиллированной водой, беря по 1 $см^3$ каждый раз; добавляют 1 $см^3$ концентрированной серной кислоты и проводят минерализацию на песчаной бане до полного обесцвечивания раствора. Если раствор не обесцвечивается, а тяжелые пары серной кислоты уже появились, то в колбочку добавляют 10 капель пергидрола и кипятят еще 15—20 минут.

Далее бесцветное содержимое колбочки Кьельдаля после охлаждения количественно переносят в мерную колбу на 25 $см^3$ и доводят с помощью безаммиачной дистиллированной воды содержимое колбы до метки.

В полученном растворе определяют аммонийный азот методом Конвея. Перед заполнением чашки Конвея шлиф чашки хорошо смазывают смазкой. После этого во внутреннюю камеру чашки наливают 2 $см^3$ 0,01 н раствора серной кислоты и 5 капель индикатора Ташира, чашку ставят немного наклонно и во внешнюю камеру с одной стороны перегородки наливают 1 $см^3$ испытуемого раствора, не давая раствору растекаться по всей поверхности чашки; с другой стороны перегородки наливают 3 $см^3$ 20% раствора едкого натра. Тотчас закрывают чашку крышкой, плотно притирая ее к краям чашки, ставят в горизонтальное положение и вращательным движением осторожно перемешивают содержимое внешней камеры чашки.

При анализе берется 2—3 параллельных пробы. Герметически закрытые чашки оставляют стоять при комнатной температуре на 18—20 часов. Далее избыток серной кислоты во внутренней камере чашки оттитровывают 0,01 н раствором едкого натра до перехода окраски из фиолетовой в зеленую.

Параллельно проводят опыт с реактивами в тех же условиях.

Расчет

$$X = \frac{(a-b)\,x\,K\,x\,0{,}14\,x\,25\,x\,1000\,x\,2{,}143}{1\,x\,50},$$

где:

X-количество мочевины, в мг/$дм^3$ вытяжки;

а - количество 0,01 н раствора едкого натра, израсходованное на титрование контроля, $см^3$;

б — количество 0,01 н раствора едкого натра, израсходованное на титрование испытуемого раствора, $см^3$;

К—поправочный коэффициент для приведения концентрации раствора едкого натра к точно 0,01 н;

0,14 — коэффициент пересчета 0,01 н серной кислоты на азот, мг;

2,143 — коэффициент пересчета азота на мочевину, мг.

Приложение 23
к Инструкции 2.3.3.10-15-64-2005
«Санитарно-химические исследования изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, контактирующих с пищевыми продуктами»

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ САЛИЦИЛОВОЙ КИСЛОТЫ

Реакция основана на том, что салициловая кислота образует с хлорным железом фиолетовое окрашивание.

## Реактивы

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

## Ход определения

50—100 $см^3$ вытяжки нейтрализуют раствором углекислого натрия, после чего подкисляют 20% раствором серной кислоты, вводя избыток ее около 1 $см^3$. При необходимости жидкость фильтруют. Переводят раствор в делительную воронку, добавляют 25— 50 $см^3$ смеси равных количеств (объемов) серного и петролейного эфиров и проводят извлечение путем осторожного неоднократного перевертывания воронки (40—50 раз) во избежание образования стойкой эмульсии. Дают жидкостям разделиться, затем нижний водный слой спускают через кран воронки и выбрасывают; верхний — эфирный слой — выливают через верхний край воронки в фарфоровую чашку и фильтруют через сухой складчатый фильтр в другую фарфоровую чашку, избегая попадания на фильтр возможно оставшихся капелек воды в эфире. Эфирную вытяжку выпаривают досуха при комнатной температуре в вытяжном шкафу (огнеопасно!). Остаток после выпаривания эфира обрабатывают 10—20 каплями разведенного спирта (около 40%)-тщательно споласкивая стенки чашки, после чего прибавляют 1—2 капли 1% свежеприготовленного хлорного железа. В присутствии салициловой кислоты появляется фиолетовое окрашивание.

Приложение 24
к Инструкции 2.3.3.10-15-64-2005
«Санитарно-химические исследования изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, контактирующих с пищевыми продуктами»

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТИРОЛА

Метод основан на нитровании стирола с последующим колориметрическим определением окрашенных в желтый цвет соединений в присутствии аммиака. Метод позволяет обнаружить стирол в количестве 0,015 мг в объеме, взятом для определения (0,075 мг/дм$^3$).

## Реактивы

1. Нитроционная смесь: растворяют 10 г азотнокислого аммония в 10 см$^3$ серной кислоты (уд. в. 1,835—1,84).
2. Аммиак, 25% раствор.
3. Нейтрализованная нитрационная смесь. 1 объем нитрационной смеси (реактив 1) смешивают с 3 объемами дистиллированной воды, нейтрализуют полученный раствор 25% аммиаком до слабо щелочной реакции по лакмусу.
4. Четыреххлористый углерод, перегнанный.
5. Стандартный раствор стирола в четыреххлористом углероде. Для его приготовления употребляют свежеперегнанный раствор стирола. 1 см$^3$ стандартного раствора равен 50 мкг стирола.

## Ход определения

К 200 см$^3$ испытуемой вытяжки в делительной воронке прибавляют 10 см$^3$ перегнанного четыреххлористого углерода и производят извлечение стирола путем неоднократного перевертывания воронки (50—60 раз), повторяют эту операцию троекратно, беря каждый раз по 10 см$^3$ растворителя. Соединенные вытяжки четыреххлористого углерода помещают в фарфоровую чашечку и испаряют при комнатной температуре до 2—3 капель. К остатку в чашечке добавляют 1 см$^3$ нитрационной смеси и осторожно вращательными движениями перемешивают в течение 5—7 минут.

Затем содержимое чашечки количественно переносят в колориметрическую пробирку с притертой пробкой с помощью 3 см$^3$ дистиллированной воды.

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

Для количественного определения стирола в фарфоровые чашечки вносят определенное количество стандартного раствора стирола (табл.) и по 1 см$^3$ нитрационной смеси. Затем аналогично проводят определение с

испытуемым раствором.

Уравнивания растворов производят нейтрализованной нитрационной смесью. Параллельно следует ставить контрольный опыт с реактивами при тех же условиях.

Расчет в примере п.18.4.

Таблица

Стандартная шкала для определения стирола

| Реактив | Номер пробирки | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| Стандартный раствор стирола (1 $см^3$=50 мкг), $см^3$ | 0 | 0,3 | 0,4 | 0,5 | 0,6 | 0,7 | 0,8 |
| Содержание стирола, в мкг | 0 | 15 | 20 | 25 | 30 | 35 | 40 |

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

Определение стирола колориметрическим методом

Метод основан на экстракции стирола из водных растворов хлороформом с последующим колориметрическим определением окрашенного в коричневый цвет продукта взаимодействия мономера с формалинсерным реактивом.

Чувствительность метода 0,05 $мг/дм^3$.

Реактивы и оборудование

Стандартный раствор стирола в хлороформе 0,1 $мг/см^3$.

Формалинсерный реактив. Смешивают 1 $см^3$ 37% раствора формальдегида 100 $см^3$ серной кислоты (плотность 1,84).

Хлороформ, хч. Хлороформ не должен окрашивать формалинсерный реактив при встряхивании в делительной воронке; в противном случае его нужно очистить перегонкой или промывкой несколькими порциями серной кислоты до прекращения окрашивания.

Воронки делительные емкостью 50 и 250 $см^3$.

Колбы Бунзена.

Фильтры-воронки со стеклянной пористой пластинкой.

Водоструйный насос, фотоэлектроколориметр.

Построение градуировочных графиков

Для построения градуировочных кривых в мерные колбы на 100 $см^3$ вносят различные количества стандартного раствора стирола так, чтобы содержание его составляло 0,005; 0,01; 0,02; 0,05 мг в зависимости от предполагаемых количеств мономера в вытяжках. Доводят растворы до 100 $см^3$ модельной средой, тщательно перемешивают и далее обрабатывают растворы так же, как вытяжки (см. ход определения). Затем измеряют оптическую плотность окрашенных растворов при $\lambda$=453 нм (синий светофильтр) и для каждой имитирующей среды строят графики зависимости D=f(C), где C — концентрация стирола (в $мг/дм^3$).

Ход определения

В делительной воронке емкостью 250 $см^3$ встряхивают 100 $см^3$ вытяжки с 25 $см^3$ хлороформа в течение 1 минуты и дают смеси расслоиться. Нижний (хлороформный) слой сливают в делительную воронку емкостью 50 $см^3$ и вносят в нее пипеткой 5 $см^3$ формалинсерного реактива. Интенсивно взбалтывают содержимое воронки в течение 1 минуты, дают постоять 5 минут для разделения слоев и отделяют окрашенный слой кислоты, сливая его в фильтр-воронку № 3, вставленный при помощи резиновой пробки в колбу Бунзена, которая присоединена к водоструйному насосу. Фильтрование проводят под небольшим вакуумом, окрашенный раствор собирают в пробирку (раствор № 1).

Одновременно проводят холостой опыт со всеми реактивами, но с использованием вместо вытяжки равного объема чистой имитирующей среды. Сразу же после фильтрования определяют оптическую плотность полученного окрашенного раствора № 1 по отношению к раствору холостого опыта, пользуясь для этого кюветами с расстоянием между стенками 1 см. Работа проводится на фотоэлектроколориметре при $\lambda$=453 нм (синий светофильтр). Концентрацию стирола находят по соответствующему градуировочному графику зависимости D=f(C). (При высоких концентрациях стирола (оптическая плотность выше 0,54) можно брать для анализа 25—50 $см^3$ вытяжки, разбавляя ее до 100 $см^3$ соответствующей модельной средой).

Расчет в примере п.18.4.

## Определение стирола при исследовании изделий из полистирола блочного марки «Т» и суспензионного марки «ПС-С» спектрофотометрическим методом

Метод основан на измерении оптической плотности гексанового раствора стирола в ультрафиолетовой области спектра при длине волны $\lambda_{макс}$ = 247 нм с последующим количественным определением стирола по градуировочному графику.

Мешают определению другие вещества, поглощающие свет так же, как и стирол в ультрафиолетовой области спектра при длине волны 247 нм.

Чувствительность метода 4 мкг во взятом для исследования объеме вытяжки, ошибка метода 8%.

Реактивы и оборудование

1. Спектрофотометр СФ-4А или другой марки.

2. Стирол, хч, перегнанный перед употреблением. В колбу объемом около 100 $см^3$ с отводной трубкой (типа Вюрца) и пришлифованной пробкой помещают 5—10 $см^3$ стирола, закрывают притертой пробкой, ставят в глицериновую баню и соединяют с маленьким холодильником Либиха, конец которого опускают в небольшую склянку, имеющую притертую пробку. В глицериновую баню помещают термометр на 200—250°С и нагревают ее до температуры 170°С. При этой температуре бани отгоняют 2—3 $см^3$ стирола, который и используют для приготовления стандартного раствора стирола.

3. Спирт этиловый 96°, перегнанный.

4. Стандартный раствор стирола: в мерную колбу емкостью 25—50 $см^3$ наливают 10—15 $см^3$ этилового спирта, закрывают пробкой и взвешивают на аналитических весах. Затем в колбу вносят 2—3 капли перегнанного перед употреблением стирола и вновь взвешивают. По разности в весе определяют количество стирола и высчитывают содержание его в 1 $см^3$ раствора. Объем раствора в колбе доводят до метки этиловым спиртом. Из приготовленного раствора (№ 1, его следует хранить в холодильнике) в день построения калибровочного графика готовят рабочий стандартный раствор. Для этого в другую колбу емкостью 100 $см^3$ вливают 15—20 $см^3$ спирта и вносят такое количество раствора № 1, которое соответствует 1 мг стирола. Объем раствора в колбе доводят до метки этиловым спиртом (раствор № 2). 1 $см^3$ раствора № 2 содержит 0,01 мг стирола (или 10 мкг).

Построение калибровочного графика

Для построения калибровочного графика в ряд делительных воронок объемом 250 $см^3$ вносят по 50 $см^3$ бидистиллированной воды и добавляют следующие количества спиртового рабочего раствора стирола № 2 (1 $см^3$=10 мкг): 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,4; 1,8; 2,0 $см^3$; затем стенки каждой воронки смывают 50 $см^3$ бидистиллированной воды и извлекают стирол н-гексаном, как указано ниже при определении стирола в вытяжке из исследуемого изделия.

Одновременно в 7 делительных воронок вносят по 100 $см^3$ бидистиллированной воды и добавляют спирт в количестве, соответствующем содержанию его во взятом стандартном растворе, а именно: 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,4; 1,8; 2,0 $см^3$.

Далее содержимое каждой воронки обрабатывают н-гексаном, как указано ниже.

Полученные гексановые экстракты служат эталоном при определении оптической плотности в гексановых вытяжках, содержащих известные количества стирола.

Оптическую плотность измеряют при длине волны 247 нм в кювете с толщиной слоя 1 см. Полученная оптическая плотность соответствует количеству стирола, в 1 $см^3$ гексановой вытяжки (например, 0,4мкг для раствора из первой делительной воронки).

По полученным данным строят калибровочный график, откладывая на оси абсцисс концентрацию стирола в мкг/$см^3$, а на оси ординат — оптическую плотность.

Ход определения

100—200 $см^3$ вытяжки из исследуемого изделия помещают в делительную воронку, добавляют точно 6 $см^3$ н-гексана и извлекают стирол путем осторожного взбалтывания в течение 3 минут, затем еще добавляют точно 4 $см^3$ н-гексана и снова взбалтывают в течение 3 минут. После разделения жидкостей (около 30 минут) сливают нижний водный слой как ненужный, а верхний слой — гексановую вытяжку — осторожно сливают через верхний край воронки в сухую пробирку с притертой пробкой (раствор № 3). Во избежание попадания в вытяжку воды гексановую вытяжку следует

сливать не до конца

В другую воронку вносят 100—200 $см^3$ контрольного модельного раствора, примененного при получении вытяжки из изделия, и обрабатывают его 10 $см^3$ н-гексана аналогично исследуемой пробе. Гексановый экстракт сливают в пробирку с притертой пробкой (раствор № 4). Каждый из растворов (№ 3 и № 4) переносят в кювету с толщиной слоя I см и измеряют оптическую плотность раствора № 3 на спектрофотометре при длине волны 247 нм, при этом кювета с раствором № 4 служит в качестве эталона.

Количество стирола, отвечающее найденной оптической плотности, находят по калибровочному графику.

Содержание стирола (X) в исследуемой вытяжке (в $мг/дм^3$) высчитывают по формуле:

$$X = \frac{C\ x10\ x1000}{V\ x1000} = \frac{C\ x10}{V},$$

где С — количество стирола в мкг/см$^3$ гексановото экстракта, найденное по калибровочному графику; V — объем вытяжки, взятой для определения стирола, см$^3$; 10 — количество гексана, взятого для извлечения стирола из исследуемой вытяжки, см$^3$.

Принимая во внимание, что целый ряд других органических веществ может поглощать свет в ультрафиолетовой области спектра при длине волны 247 нм, в случае обнаружения оптической плотности в гексаноновой вытяжке из исследуемого раствора при длине волны 247 нм рекомендуется провести проверку идентичности спектральной характеристики для вещества, обнаруженного в исследуемой вытяжке, со спектральной характеристикой стирола, полученной на чистом растворе стирола.

Для этого в делительную воронку наливают 100 (200) см$^3$ модельного раствора (не контактировавшего с исследуемым изделием), 3 см$^3$ стандартного раствора стирола (1 см$^3$ = 10мкг) и проводят экстракцию н-гексаном, как указано выше. Гексановую вытяжку сливают в сухую пробирку с притертой пробкой (раствор № 5).

В растворах № 3 и № 5 определяют оптическую плотность в интервале длин волн 230—270 нм.

В качестве эталона используют раствор № 4.

Полученные данные выражают графически в виде кривых светопоглощения, откладывая на оси абсцисс длины волны в нм, на оси ординат — оптические плотности. Кривые поглощения являются спектральной характеристикой данного вещества.

Растворы стирола в н-гексане имеют максимум поглощения в интервале длин волн 243—248 нм.

Идентичность полученных кривых позволяет сделать окончательное заключение о наличии стирола.

## Определение стирола в спиртовой вытяжке из изделий из сополимера СНП-2П, пластифицированного дибутилсебацинатом, спектрофотометрическим методом

Метод основан на определении оптической плотности спиртовой вытяжки при λ=246 нм. Чувствительность метода 0,025 мг/дм$^3$.

### Реактивы и оборудование

1. Стандартный раствор стирола в 40% этиловом спирте, 0,1 мг/см$^3$.
2. Спектрофотометр.
3. Кюветы цилиндрические длиной 50 мм.

### Построение градуировочного графика

На спектрофотометре при λ =246 нм определяют оптическую плотность стандартных растворов стирола в 40% этиловом спирте с концентрацией 0,025; 0,05; 0,10 мг/дм$^3$ и т. д., после чего строят график зависимости D=f(C), где С — концентрация стирола (в мг/дм$^3$).

Содержание стирола в 40% спиртовых вытяжках на ходят по

оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком.

## Определение стирола в масляной вытяжке из полистирольных изделий спектрофотометрическим методом

Метод основан на извлечении стирола из масляной вытяжки методом азеотропной разгонки и последующем определении оптической плотности азеотропного дистиллята на спектрофотометре при $\lambda$ =248 нм.

Чувствительность метода 0,05 мг/дм$^3$.

### Реактивы и оборудование

Стандартный раствор стирола в масле, 2,5 мг/дм$^3$.

Диэтилдитиокарбамат натрия (ДЭДТКН), 0,01% раствор в метиловом спирте (применяется как ингибитор).

Метиловый спирт, дважды перегнанный.

Перегонная установка со шлифами (рис. 6).

Колбы Эрленмейера емкостью 250 и 50 см$^3$ с пришлифованными пробками.

Цилиндры мерные емкостью 50 см$^3$ с пришлифованными пробками.

Воронки стеклянные.

Спектрофотометр.

### Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят серию стандартных растворов стирола в подсолнечном масле с содержанием 0,025; 0,05; 0,1; 0,2; 0,3; 0,6; 0,8; 1,0 мг/дм$^3$. Затем все растворы при встряхивании последовательно смешивают с 50 см$^3$ раствора ДЭДТКН в метиловом спирте и 50 см$^3$ дистиллированной воды и подвергают отгонке (см. ход определения). Измеряют оптическую плотность полученных дистиллятов и строят график D = f(C) (рис. 7, кривая 1).

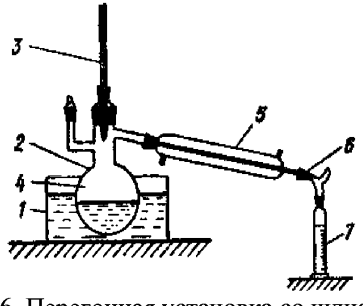



Рис. 6. Перегонная установка со шлифами

Отрезок m на оси ординат соответствует оптической плотности контрольной пробы относительно дважды перегнанного метилового спирта. Контрольное определение необходимо проводить при каждом анализе, так как различные партии подсолнечного масла и метилового спирта могут

сильно отличаться по оптической плотности. Для работы более удобен график зависимости AD=f(C) (рис. 7, кривая 2), на котором по оси ординат откладывают разность оптических плотностей пробы и контроля.

Ход определения

В колбу Эрлейнмейера емкостью 250 см$^3$ помещают 50 см$^3$ масляной вытяжки, приливают 50 см$^3$ раствора ДЭДТКН в метиловом спирте и энергично встряхивают колбу с содержимым в течение 1 минуты. Затем добавляют 50 см$^3$ дистиллированной воды и вновь встряхивают. Смесь не должна расслаиваться, в связи с чем она готовится непосредственно перед отгонкой. Приготовленную таким образом смесь заливают в колбу перегонной установки, опустив в нее 30—40 нитевидных капилляров длиной 6—7 см для равномерного кипения. Перегонную колбу быстро, во избежание расслаивания смеси, помещают в горячую водяную баню с начальной температурой 75$^0$С, соединяют с холодильником и отгоняют 50 см$^3$ азеотропной смеси стирола с метиловым спиртом. Перегонка начинается при 74,5 = 75°С, в конце процесса перегонки температура в колбе не должна превышать 87,5-88°С. Дистиллят собирают в мерный цилиндр, а затем переносят в колбу емкостью 50 см$^3$ с пришлифованной пробкой.

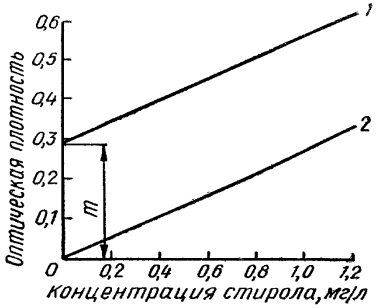



Рис. 7. Градуировочный график для определения стирола

В подсолнечном масле

Оптическую плотность дистиллята определяют на спектрофотометре в кварцевых кюветах длиной 50 мм (при $\lambda$=248 нм). Оптическую плотность контрольной и исследуемой проб замеряют относительно дважды перегнанного метилового спирта.

Концентрацию стирола в исследуемой масляной вытяжке находят по градуировочному графику AD=f(C) (рис. 7, кривая 2), предварительно вычислив разницу между оптической плотностью исследуемой и контрольной проб ($D_n$—$D_k$). Контрольной пробой служит дистиллят, отогнанный из смеси равных объемов (50 см$^3$) чистого масла, 1 % раствора ДЭДТКН в метиловом спирте и воды.

Спектрофотометрический метод чрезвычайно чувствителен к чистоте перегонной установки. В случае выброса масла из перегонной колбы в холодильник всю систему следует тщательно отмыть от следов масла и пропарить. Перед анализом для чистки системы необходимо перегнать 40—50 см$^3$ метилового спирта.

Приложение 25
к Инструкции 2.3.3.10-15-64-2005
«Санитарно-химические исследования изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, контактирующих с пищевыми продуктами»

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТРИЭТИЛЕНТЕТРАМИНА С ЭОЗИНОМ К В ВОДНЫХ ВЫТЯЖКАХ

Чувствительность данного метода 0,005 мг триэтилентетрамина в колориметрируемом объеме, или 1 мг/дм$^3$.

## Реактивы

1. Раствор эозина К: 0,02 г эозина К растворяют в 50 см$^3$ дистиллированной воды, затем 20 см$^3$ этого раствора разбавляют водой до 50 см$^3$.

2. Раствор сернокислой меди: 0,02 г сернокислой меди растворяют в 200 см$^3$ воды.

3. Реакционная смесь: 40 см$^3$ разбавленного раствора эозина К смешивают с 60 см$^3$ раствора сернокислой меди.

4. Стандартный водный раствор триэтилентетрамина, содержащий 0,1 мг в 1 см$^3$.

## Ход определения

В колориметрическую пробирку наливают 5 см$^3$ водной вытяжки из исследуемого изделия, вносят 5 см$^3$ реакционной смеси и взбалтывают. При наличии триэтилентетрамина появляется розовая окраска, которую сравнивают со стандартной шкалой, приготовленной в аналогичных условиях.

При количествах триэтилентетрамина более 0,20— 0,25 мг окраска неустойчива. В подобных случаях определение проводят после соответствующего разбавления исследуемой вытяжки.

Таблица

Стандартная шкала для определения триэтилентетрамина в водных вытяжках

| Реактив | Номер пробирки | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Стандартный раствор триэтилентетрамина (1 см$^3$ = 0,1 мг), см$^3$ | 0 | 0,05 | 0,10 | 0,20 | 0,40 | 0,60 | 0,80 | 1,00 |
| Вода дистиллированная, см$^3$ | 5,0 | 4,95 | 4,9 | 4,8 | 4,6 | 4,4 | 4,2 | 4,0 |
| Триэтилентетрамин, мг | 0 | 0,005 | 0,01 | 0,02 | 0,04 | 0,06 | 0,08 | 0,1 |

Расчет в п.18.4.

Приложение 26
к Инструкции 2.3.3.10-15-64-2005
«Санитарно-химические исследования изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, контактирующих с пищевыми продуктами»

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ УРОТРОПИНА

Реакция основана на разложении уротропина в кислой среде до формальдегида с последующим его определением. Из одной молекулы уротропина образуется 6 молекул формальдегида.

Чувствительность 0,25 мг/дм$^3$.

## Реактивы

Кислота фосфорная, 25% раствор.

## Ход определения

Водную вытяжку в количестве 100 см$^3$ подкисляют 20 см$^3$ 25% фосфорной кислоты и перегоняют с водяным паром, как это описано при определении формальдегида. Отгоняют 150 см$^3$ дистиллята и проводят в нем определение формальдегида.

Приложение 27
к Инструкции 2.3.3.10-15-64-2005
«Санитарно-химические исследования изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, контактирующих с пищевыми продуктами»

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФЕНОЛА

## Количественное определение фенола по Архангелову

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

При действии на фенол очень разбавленной азотной кислоты получается смесь орто- и паранитрофенолов. Менее разбавленная кислота дает динитрофенол и тринитрофенолпикриновую кислоту — $C_6H_2(NO_2)_3OH$.

Чувствительность 1 мг/дм$^3$.

### Реактивы

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

### Ход определения

В стаканчик помещают 10 см$^3$ дистиллята, прибавляют 10 капель концентрированной азотной кислоты и жидкость доводят до кипения. По охлаждении подщелачивают до щелочной реакции раствором КОН, беря приблизительно на 10 см$^3$ жидкости 1 см$^3$ 50% раствора КОН. При наличии фенола раствор окрашивается в желтый цвет.

Жидкость из стаканчика переливают в центрифужную пробирку, в которой и производят определение по табл. 1.

Таблица 1

Определение содержания фенолов по Архангелову

| Окрашивание при рассматривании сбоку | Окрашивание при рассматривании сверху вниз | Окрашивание при рассматривании сверху вниз под углом 45$^0$С | Содержание фенола, в мг в 10 см$^3$ жидкости |
|---|---|---|---|
| Нет | Нет | Едва заметное | 0,01 |
| » | Едва заметное | Очень слабо выраженное | 0,02 |
| » | Очень слабо выраженное | Слабо выраженное | 0,03 |
| » | Слабо выраженное | Ясно выраженное | 0,04 |
| Едва заметное | Ясно выраженное, бледно-желтое | Желтоватое | 0,05 |

| | | | |
|---|---|---|---|
| Слабо выраженное | Бледно-желтое | Слабо-желтое | 0,06 |
| Бледно-желтое | Желтоватое | Желтое | 0,07 |

Определение фенола по реакции с 4-аминоантипирином

Метод позволяет определять суммарное содержание фенолов в вытяжках. Фенолы определяются по реакции с 2-аминоантипирином в щелочной среде в присутствии ферроцианида калия, являющегося окислителем.

При этом образуется соединение типа индофенола, окрашенное в интенсивный красный цвет. Чувствительность метода 0,5 мкг в 5 см3 вытяжки, или 0,1 мг/дм$^3$.

Реактивы

4-аминоантипирин, 2% водный раствор.

Ферроцианид калия, 8% водный раствор.

Буферный раствор: 20 г хлорида аммония растворяют в 100 см$^3$ концентрированного раствора аммиака, pH этого раствора 9,8.

Натр едкий, 10% водный раствор.

Серная кислота, разбавленный раствор (1:3 по объему).

Стандартный раствор фенола. В мерную колбу емкостью 50 см$^3$ наливают 10—15 см$^3$ дистиллированной воды, взвешивают на аналитических весах, затем помещают кристаллик свежеперегнанного фенола, взвешивают вторично и доводят объем водой до метки. Рассчитывают содержание фенола в 1 см$^3$ раствора. Из полученного основного раствора соответствующим разбавлением готовят непосредственно перед его использованием раствор, содержащий 5 мкг/см$^3$ (5 мг/дм$^3$) фенола.

Ход определения

20 см$^3$ вытяжки нейтрализуют по индикаторным бумажкам растворами едкого натра или серной кислоты и доводят дистиллированной водой до объема 25 см$^3$ в мерной колбе.

Из этого раствора отбирают пипеткой 5 см$^3$ и переносят в пробирку. Одновременно готовят шкалу стандартов (табл. 2). В пробирки шкалы и исследуемой вытяжки добавляют по 0,5 см$^3$ буферного раствора и по 0,2 см$^3$ растворов ферроцианида калия и 4-аминоантипирина; тщательно перемешивают после добавления каждого реактива и сравнивают полученную окраску со стандартной шкалой или определяют оптическую плотность на фотоколориметре с синим или зеленым светофильтром ($\lambda_{макс}$ = 500 ммк) в кювете с толщиной слоя 10 мм. Эталоном служит раствор, полученный в холостом опыте с 5 см$^3$ дистиллированной воды, к которой прибавляют все реактивы, введенные в исследуемую вытяжку.

Таблица 2

Стандартная шкала для определения фенолов

| Реактивы | Номер пробирки | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Стандартный раствор фенола | | | | | | | | |

| | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| (1 см$^3$=5 мкг), см$^3$ | 0 | 0,25 | 0,5 | 0,75 | 1,0 | 1,25 | 1,5 | 1,75 |
| Дистиллированная вода, см$^3$ | 5,0 | 4,75 | 4,5 | 4,25 | 4,0 | 3,75 | 3,5 | 3,25 |
| Буферный раствор | Во все пробирки по 0,5 см$^3$ | | | | | | | |
| Раствор ферроцианида калия | Во все пробирки по 0,2 см$^3$ | | | | | | | |
| Раствор 4-аминоантипирина | Во все пробирки по 0,2 см$^3$ | | | | | | | |

| Содержание фенолов в мкг в пробе | 0 | 1,25 | 2,5 | 3,75 | 5,0 | 6,25 | 7,5 | 8,75 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|

Расчет в п.18.4.

Для количественного определения зависимости оптических плотностей растворов шкалы стандартов (табл.2) от концентрации фенола в растворе строят градуировочный график: на оси абсцисс откладывают содержание фенола в мкг, на оси ординат — оптическую плотность.

$$X = \frac{a\,x\,25\,x1000}{5\,x\,20\,x1000} = a\,x\,0{,}25,$$

где $a$ — количество фенолов, найденное по калибровочному графику или по стандартной шкале в 5 см$^3$ пробы, в мкг.

Определение фенола по реакции с диазотированным п-нитроанилином

Метод позволяет определить суммарное содержание фенолов в вытяжках. При взаимодействии фенолов с диазотированным п-нитроанилином в щелочной среде появляется окраска от желто-зеленого цвета при низких концентрациях до красно-коричневого при высоких концентрациях. Чувствительность метода 0,5 мкг в 5 см$^3$ вытяжки, или 0,1 мг/дм$^3$.

Реактивы

Натрий углекислый, 4% водный раствор.

Соляная кислота (уд. вес 1,16).

П-нитроанилин, чистый.

Нитрит натрия, свежеприготовленный 2% водный раствор.

Натр едкий, 10% водный раствор.

Серная кислота, разбавленная (1:3 по объему).

Ход определения

20 см$^3$ вытяжки нейтрализуют по индикаторным бумажкам растворами едкого натра или серной кислоты и доводят дистиллированной водой до объема 25 см$^3$ в мерной колбе.

Из этого раствора отбирают пипеткой 5 см$^3$ и переносят в пробирку. Одновременно готовят шкалу стандартов (табл. 3).

В пробирки шкалы и исследуемой вытяжки добавляют по 1 см$^3$ раствора углекислого натрия и по 0,2 см$^3$ раствора диазотированного п-нитроанилина. Тщательно перемешивают и после 5 минут сравнивают интенсивность полученной окраски со шкалой или определяют оптическую плотность на фотоколориметре с синим светофильтром ($\lambda_{макс}$ = 470 нм) в кювете с толщиной слоя 10 мм. Эталоном служит раствор, полученный в холостом опыте с 5 см$^3$ дистиллированной воды, к которой прибавляют все реактивы, введенные в исследуемую вытяжку.

Таблица 3

Стандартная шкала для определения фенолов

| Реактивы | Номер стандартов | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
| Стандартный раствор фенола (1 $см^3$=5 мкг), $см^3$ | 0 | 0,25 | 0,5 | 0,75 | 1,0 | 1,25 | 1,5 | 1,75 | 2,0 |
| Дистиллированная вода, $см^3$ | 5,0 | 4,75 | 4,5 | 4,25 | 4,0 | 3,75 | 3,5 | 3,25 | 3,0 |
| Раствор углекислого натрия | Во все пробирки по 1,0 $см^3$ | | | | | | | | |
| Диазотированный п-нитроанилин | Во все пробирки по 0,2 $см^3$ | | | | | | | | |
| Содержание фенолов в мкг в пробе | 0 | 1,25 | 2,5 | 3,75 | 5,0 | 6,25 | 7,5 | 8,75 | 10 |

Для количественного определения зависимости оптических плотностей растворов шкалы стандартов (табл. 3) от концентрации фенола в растворе строят градуировочный график: на оси абсцисс откладывают содержание фенола в мкг, на оси ординат — оптическую плотность.

Расчет в п.18.4.

Содержание фенола в мг/$дм^3$ (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{a \, x \, 25 \, x 1000}{5 \, x \, 20 \, x 1000} = a \, x \, 0{,}25,$$

где $a$ — количество фенолов, найденное по калибровочному графику или по стандартной шкале в 5 $см^3$ пробы, в мкг.

Приложение 28
к Инструкции 2.3.3.10-15-64-2005
«Санитарно-химические исследования изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, контактирующих с пищевыми продуктами»

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФОРМАЛЬДЕГИДА

## Определение формальдегида с солянокислым фенилгидразином по Шриверу

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

Определение формальдегида проводят немедленно после получения вытяжки, так как при хранении ее формальдегид может улетучиться.

### Реактивы

1. Фенилгидразин солянокислый ($C_6H_5 \cdot H_2 \cdot HC1$),1 % водный раствор (свежеприготовленный и профильтрованный).
2. Калий железосинеродистый ($K_3Fe(CH)_6$), 5% водный раствор.
3. Соляная кислота, концентрированная.

### Ход определения

Перегонку формальдегида осуществляют из вытяжки с водяным паром и в полученном дистилляте проводят его определение.

К 10 $см^3$ дистиллята прибавляют 2 $см^3$ раствора солянокислого фенилгидразина и перемешивают. Затем приливают 1 $см^3$ железосинеродистого калия, перемешивают, добавляют 5 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и снова перемешивают. В присутствии формальдегида появляется оранжево-красное окрашивание.

При незначительных количествах формальдегида (1—10 мкг в 10 $см^3$) раствор имеет, окраску от желтовато-розовой до интенсивно-розовой.

Чувствительность 0,1 $мг/дм^3$.

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

Реакция Шривера более чувствительна по сравнению с реакцией Шиффа (с фуксиносернистой кислотой).

При слабо положительной реакции Шривера количество формальдегида может быть определено приближенно по табл. 1.

Таблица 1

Приближенное определение формальдегида с помощью солянокислого фенилгидразина

| Окрашивание при рассматривании сбоку | Окрашивание при рассматривании сверху вниз | Окрашивание при рассматривании сверху вниз под углом $45^0$C | Содержание формальдегида в мг/дм$^3$ |
|---|---|---|---|
| Слабо-розовато-желтая опалесценция | Розовато-желтая опалесценция | Очень слабо выраженная розовато-желтая окраска | 0,1 |
| Слабо выраженная желтовато-розовая окраска | Розовая с желтоватым оттенком окраска | Слабо-розовое | 0,3 |
| Розовое | Розовое | Интенсивно-розовое | 0,5 |
| Розовое | Интенсивно розовое | Розовое с красноватым оттенком | 0,7 |
| Интенсивно розовое | Розовое с красноватым оттенком | Розовато-красное | 0,9 |

Определение формальдегида в вытяжках по реакции с хромотроповой кислотой

Метод основан на дистилляции формальдегида из вытяжек с помощью водяного пара и его цветной реакции с хромотроповой кислотой.

Метод позволяет обнаружить содержание формальдегида в количестве 0,2 мкг в колориметрируемом объеме, или 0,1 мг/дм$^3$.

Другие альдегиды мешают определению при количествах порядка десятых долей мг. Определение формальдегида проводят немедленно после получения вытяжки, так как при хранении ее формальдегид может улетучиться.

В водной и уксусной вытяжках формальдегид определяют без отгона.

Реактивы

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

2. Хромотроповая кислота (1,8-диоксинафталин-3,6-дисульфокислота) или ее динатриевая соль ($C_{10}H_6O_8S_2Na_2$), 1% водный раствор, свежеприготовленный.

3. Стандартный раствор формальдегида. Предварительно из официнального раствора формалина (формалин — водный раствор формальдегида) готовят более слабый раствор, количество формальдегида в котором определяют иодометрически.

5 см препарата формалина помещают в мерную колбу на 250 см$^3$,

доводят содержимое колбы до метки водой и хорошо перемешивают (раствор № 1). 5 $см^3$ раствора № 1 переносят в коническую колбу с притертой пробкой емкостью 200—250 $см^3$, добавляют из бюретки 40 $см^3$ 0,1-н раствора йода и тотчас добавляют по каплям 30% раствор едкого натра до образования устойчивого бледно-желтого окрашивания. Колбу помещают в темное место и оставляют на 10 минут. Затем содержимое колбы подкисляют 5 $см^3$ 10% соляной или серной кислоты и снова ставят раствор на 10 минут в темное место. По истечении этого времени в раствор вливают 150 $см^3$ дистиллированной воды и титруют 0,1 н раствором гипосульфита до слабо-желтого цвета раствора. Далее добавляют 1 $см^3$ 0,5% раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски. Одновременно проводят холостой опыт с теми же реактивами и в тех же условиях, при этом вместо 5 $см^3$ раствора № 1 берут 5 $см^3$ дистиллированной воды. Разница между количеством гипосульфита ($см^3$), израсходованного при титровании в холостом опыте и при титровании испытуемого раствора, соответствует количеству йода {$см^3$), израсходованного на окисление формальдегида.

Количество формальдегида (X) в 1 $см^3$ разбавленного раствора формалина (раствор № 1) высчитывают по следующей формуле:

$$X = \frac{(a-b)\ x\ K\ x\ 1{,}50}{5},$$

где X — количество формальдегида в 1 $см^3$ разбавленного раствора формалина (раствор № 1), мг; b — количество гипосульфита, израсходованного на титрование исследуемого раствора, $см^3$; а — количество гипосульфита израсходованного на титрование в холостом опыте, $см^3$; К — поправочный коэффициент для приведения концентрации раствора гипосульфита к точно 0,1 н; 1,50 — количество формальдегида, эквивалентное 1 $см^3$ точно 0,1 н раствора гипосульфита, мг.

Далее, исходя из полученных данных, готовят раствор формальдегида с содержанием 0,1 мг в 1 $см^3$.

Пример. Содержание формальдегида в приготовленном растворе формалина (раствор №1) равен 8,04 мг в 1 $см^3$. Для приготовления 500 $см^3$ раствора с содержанием 0,1 мг в 1 $см^3$ (раствор № 2) следует взять $\frac{50}{8{,}04} = 6{,}22$ $см^3$ оттитрованного раствора № 1.

Раствор сохраняется в течение 1,5 месяца.

Из полученного раствора (№ 2), содержащего 0,1 мг формальдегида в 1 $см^3$, готовят соответствующим разбавлением рабочие стандартные растворы, содержащие 0,01 и 0,001 мг формальдегида в 1 $см^3$. Растворы должны быть свежеприготовленными.

Ход определения

100 $см^3$ испытуемой вытяжки помещают в круглодонную колбу аппарата для перегонки с водяным паром емкостью около 500 $см^3$ и отгоняют 150 $см^3$ дистиллята. Колба с дистиллятом при перегонке должна быть погружена в воду со льдом.

3,0 $см^3$ дистиллята переносят в колориметрическую пробирку с притертой пробкой, приливают 0,4 $см^3$ 1 % водного раствора хромотроповой кислоты, 1,7 $см^3$ концентрированной серной кислоты (уд. в. 1,835—1,84) и перемешивают. Пробирку помещают в кипящую водяную баню на 30 минут. При охлаждении пробирки перемешивают ее содержимое и наблюдают окрашивание через 40—50 минут.

В зависимости от содержания формальдегида появляется более или менее интенсивное красно-фиолетовое окрашивание, которое сравнивают со стандартной шкалой (табл. 2), приготовленной одновременно в аналогичных условиях, или измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре при длине волны 540 ммк в кювете с толщиной слоя 10 мм. Эталоном служит раствор от холостого опыта. Количество формальдегида, отвечающее найденной оптической плотности, находят по градуировочному графику, который готовят, пользуясь той же стандартной шкалой (табл. 2).

Расчет в п.18.4.

Таблица 2

Стандартная шкала для определения формальдегида с хромотроповой кислотой

| Реактив | Номер пробирки | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| Стандартный раствор формальдегида (1 $см^3$ = 0,001 мг = 1 мкг), $см^3$ | 0 | 0,20 | 0,40 | 0,60 | 0,80 | 1,00 |
| Дистиллированная вода, $см^3$ | 3,0 | 2,8 | 2,6 | 2,4 | 2,2 | 2,00 |
| Содержание формальдегида, в мкг | 0 | 0,2 | 0,4 | 0,6 | 0,8 | 1,00 |

Определение формальдегида в водной и уксусной вытяжках по реакции с хромотроповой кислотой

1. Стандартный раствор формальдегида (приготовление см. выше).
2. Хромотроповая кислота (приготовление см. выше).

Ход определения

2 $см^3$ уксуснокислой или водной вытяжки переносят в стеклянную пробирку с притертой пробкой. В 6 таких же пробирках готовят стандартную шкалу, как указано в табл. 3.

Во все пробирки шкалы и пробы добавляют по 0,4 $см^3$ 1 % раствора хромотроповой кислоты или ее динатриевой соли, перемешивают и добавляют 1,7 $см^3$ концентрированной серной кислоты. Пробирки закрывают пробками, перемешивают содержимое пробирок и помещают их в кипящую водяную баню на 30 минут.

Таблица 3

Стандартная шкала для определения формальдегида

| Реактив | Номер пробирки | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| Стандартный раствор формальдегида (1 $см^3$ = 0,001 мг = 1 мкг), $см^3$ | 0 | 0,2 | 0,4 | 0,6 | 0,8 | 1,0 |
| Уксусная кислота, 1% раствор, $см^3$ | 2,0 | 1,8 | 1,6 | 1,4 | 1,2 | 1,0 |
| Содержание формальдегида, в мкг | 0 | 0,2 | 0,4 | 0,6 | 0,8 | 1,0 |

Таблица 4

Стандартная шкала для определения формальдегида

| Реактив | Номер пробирки | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| Стандартный раствор формальдегида (1 $см^3$ = 0,001 мг = 1 мкг), $см^3$ | 0 | 0,05 | 0,10 | 0,20 | 0,30 | 0,40 | 0,50 |
| Уксусная кислота, 1% раствор, $см^3$ | 2,0 | 1,95 | 1,90 | 1,80 | 1,70 | 1,60 | 1,50 |
| Содержание формальдегида, в мкг | 0 | 0,5 | 1,0 | 2,0 | 3,0 | 4,0 | 5,0 |

Затем вынимают пробирки из бани и оставляют их при комнатной температуре на 40—60 минут.

В зависимости от количества формальдегида растворы окрашиваются в более или менее интенсивный красно-фиолетовый цвет.

Колориметрирование проводят, сравнивая на белом фоне окраску испытуемого раствора с окраской стандартных растворов, или проводят определение с помощью фотоэлектроколориметра при длине волны 540 ммк в кювете с толщиной слоя 10 мм.

Для построения градуировочного графика измеряют оптические плотности растворов той же стандартной шкалы (табл. 3 или 4).

При высоком содержании формальдегида готовят вторую шкалу, как указано в табл. 4.

Метод позволяет обнаружить содержание формальдегида в количестве 0,2 мкг в колориметрируемом объеме.

Расчет в п. 18.4.

Приложение 29
к Инструкции 2.3.3.10-15-64-2005
«Санитарно-химические исследования изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, контактирующих с пищевыми продуктами»

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФТАЛЕВОЙ КИСЛОТЫ И ФТАЛЕВОГО АНГИДРИДА

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

## Реактивы

1. Кислота серная, концентрированная.
2. Натр или кали едкое, 50% раствор.
3. Спирт этиловый.
4. Фенол. К 100 г расплавленного на водяной бане фенола (кристаллической карболовой кислоты) приливают при помешивании 10 $см^3$ дистиллированной воды.
5. Глицерин.

## Ход определения

100 $см^3$ водной или NaCl-вытяжки из исследуемых изделий выпаривают на водяной бане в фарфоровом тигле досуха. К сухому остатку в тигле добавляют одну каплю реактива № 4, 1—2 капли концентрированной серной кислоты и далее проводят определение, как указано в методе определения дибутилфталата и диоктилфталата (приложение 13).

Чувствительность метода 2 $мг/дм^3$.

Приложение 30
к Инструкции 2.3.3.10-15-64-2005
«Санитарно-химические исследования изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, контактирующих с пищевыми продуктами»

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭМУЛЬГАТОРА ОП-10 В ВОДНОЙ ВЫТЯЖКЕ

Метод основан на гидролизе ОП-10 концентрированной серной кислотой с последующим колориметрическим определением окрашенного производного октилфенола с м-нитробензальдегидом. Определению мешают высшие спирты и альдегиды.

ОП-10 ($C_8H_{17}C_6$—$H_4$—O—($CH_2CH_2O$) $C_{10}H_2CH_2$ (OH) — продукт конденсации окиси этилена с октилфенолом.

Чувствительность метода 2 мкг в колориметрируемом объеме (0,2 мг/дм$^3$).

## Реактивы

1. Серная кислота (уд. вес 1,82—1,84).

2. М-нитробензальдегид. Для анализа применяют свежеприготовленный раствор: 0,1 г м-нитробензальдегида растворяют в 10 см$^3$ концентрированной серной кислоты.

3. Приготовление стандартного раствора ОП-10. Отвешивают в маленьком стаканчике (с точностью до 0,1 мг) 10—15 мг ОП-10; приливают 5 см$^3$ концентрированной серной кислоты и стеклянной палочкой тщательно перемешивают содержимое стаканчика. После того как все будет тщательно перемешано, навеску ОП-10 в серной кислоте переносят через воронку в мерную колбу емкостью 25 см$^3$, смывая стаканчик 10—15 см$^3$ концентрированной серной кислоты. Осторожным вращательным движением колбы производят перемешивание ее содержимого в течение 20 минут при 20—25° С.

За это время происходит омыление ОП-10.

По окончании омыления раствор в колбе доводят до метки концентрированной серной кислотой.

Рассчитывают содержание ОП-10 в мг/см$^3$.

Путем соответствующего разведения готовят стандартные растворы с содержанием 0,1 мг в 1 см$^3$ и 0,01 в 1 см$^3$ ОП-10.

## Ход определения

25 см$^3$ водной вытяжки выпаривают досуха на водяной бане в фарфоровой чашечке. К сухому остатку приливают 2 см$^3$ концентрированной серной кислоты, обмывая всю поверхность чашечки. 1 см$^3$ раствора переносят в колориметрическую пробирку. Одновременно готовят стандартную шкалу, как указано в табл.

Во все пробирки шкалы и испытуемых проб наливают по 0,2 см$^3$ 1 %

раствора м-нитробензальдегида. Содержимое в пробирках встряхивают и помещают на пять минут в водяную баню при температуре 90—100° С. Затем сравнивают окраску проб со шкалой на белом фоне.

Расчет в п.18.4.

Таблица

Стандартная шкала для определения ОП-10

| Реактив | Номер пробирки | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
| Стандартный раствор ОП-10 (0,1 мг ОП-10 в $см^3$), $см^3$ | - | - | - | - | - | 0,2 | 0,4 | 0,6 | 0,8 | 1,0 |
| Стандартный раствор ОП-10 (0,01 мг ОП-10 в $см^3$), $см^3$ | 0,2 | 0,4 | 0,6 | 0,8 | 1,0 | - | - | - | - | - |
| Серная кислота, $см^3$ | 0,8 | 0,6 | 0,4 | 0,2 | 0 | 0,8 | 0,6 | 0,4 | 0,2 | 0 |
| Содержание ОП-10, мкг | 2 | 4 | 6 | 8 | 10 | 20 | 40 | 60 | 80 | 100 |

Приложение 31
к Инструкции 2.3.3.10-15-64-2005
«Санитарно-химические исследования изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, контактирующих с пищевыми продуктами»

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭПИХЛОРГИДРИНА

## Определение эпихлоргидрина с хромотроповой кислотой в водной, солевой (NaCl) и виннокислой вытяжках

Метод основан на дистилляции эпихлоргидрина из вытяжек с помощью водяного пара и на его окислении йодной кислотой до формальдегида с последующим проведением цветной реакции с хромотроповой кислотой. Метод позволяет обнаружить содержание эпихлоргидрина в количестве 0,001 мг в колориметрируемом объеме.

Определению мешают формальдегид, этиленгликоль, окись этилена

### Реактивы

1. Серная кислота: 10% раствор (по весу), раствор 1:1 (по объему).
2. Периодат калия ($KJO_4$), 1,5% раствор в серной кислоте (уд. в. 1,83—1,84). Растворение проводят при нагревании.
3. Сульфит натрия ($Na_2SO_3.7H_2O$), 10% водный раствор, свежеприготовленный.
4. Хромотроповая кислота или ее динатриевая соль. 0 15 г реактива растворяют в 5 $см^3$ 10% раствора серной кислоты, затем прибавляют 125 $см^3$ серной кислоты (уд. в. 1,83—1,84), если нужно, фильтруют через стеклянный фильтр. Свежеприготовленный раствор.
5. Стандартный раствор эпихлоргидрина. Готовят основной раствор: в мерную колбу на 50 $см^3$ наливают 20-25 $см^3$ дистиллированной воды и взвешивают на аналитических весах. Вносят в колбу с водой 2-3 капли эпихлоргидрина и вновь взвешивают. По разности веса определяют количество эпихлоргидрина. Раствор в колбе доводят до метки дистиллированной водой. Высчитывают содержание эпихлоргидрина в 1 $см^3$ раствора.

Путем соответствующего разведения готовят перед употреблением рабочий стандартный раствор с содержанием эпихлоргидрина 0,1 мг и 0,02 мг в 1 $см^3$.

### Ход определения

100 $см^3$ испытуемой вытяжки помещают в круглодонную колбу аппарата для перегонки с водяным паром и отгоняют 50 $см^3$ дистиллята. Колба с дистиллятом при перегонке должна быть погружена в воду со льдом. 2 $см^3$ дистиллята (из мерной колбы на 50 $см^3$) переносят в колориметрическую пробирку, добавляют 0,5 $см^3$ раствора серной кислоты (1:1) и 0,3 и раствора периодата калия, перемешивают и оставляют на 30

минут при комнатной температуре.

Для восстановления избытка периодата калия в пробирку добавляют по каплям раствор сульфита натрия до обесцвечивания выделяющегося йода, затем приливают 2,5 $см^3$ раствора хромотроповой кислоты, осторожно перемешивают. Пробирку помещают в кипящую водяную баню на 30 минут. К охлажденному раствору приливают 3 $см^3$ дистиллированной воды и перемешивают. При разбавлении раствора водой коричневая окраска исчезает и остается фиолетовая окраска, характерная для продукта реакции формальдегида с хромотроповой кислотой. Через 5 минут интенсивность окраски исследуемого раствора сравнивают со стандартной шкалой (табл.), приготовленной одновременно с пробой в аналогичных условиях. Параллельно необходимо ставить контрольный опыт с реактивами при тех же условиях.

Расчет в п.18.4.

Таблица

Стандартная шкала для определения эпихлоргидрина

| Реактив | Номер пробирки | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Стандартный раствор эпихлоргидрина (0,02 мг/$см^3$), $см^3$ | 0 | 0,05 | 0,1 | 0,2 | 0,3 | 0,4 | 0,6 | 0,8 |
| Дистиллированная вода, $см^3$ | 2 | 1,95 | 1,9 | 1,8 | 1,7 | 1,6 | 1,4 | 1,2 |
| Содержание эпихлоргидрина, мг | 0 | 0,001 | 0,002 | 0,004 | 0,006 | 0,008 | 0,012 | 0,016 |

Приложение 32
к Инструкции 2.3.3.10-15-64-2005
«Санитарно-химические исследования изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, контактирующих с пищевыми продуктами»

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭТИЛЕНГЛИКОЛЯ

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

Метод специфичен в присутствии метилового и этилового спирта.

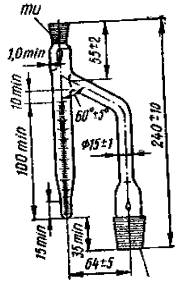
### Дистилляция этиленгликоля из вытяжек

В круглодонную колбу аппарата емкостью 100 см$^3$ помещают 20 см$^3$ исследуемой вытяжки и приливают 50 см$^3$ бензола. Присоединяют колбу к вертикально поставленному холодильнику с помощью специального приемника-ловушки, служащего для улавливания воды вместе с этиленгликолем (ГОСТ 1594—69). Колбу нагревают на водяной бане.

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

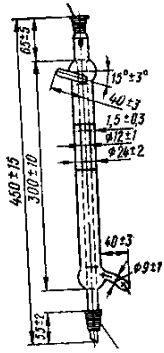
Перегонка длится 12—16 часов; обычно отгоняют 9—10 см$^3$ дистиллята.

По окончании перегонки прибор разбирают. Дистиллят из ловушки переносят в делительную воронку, отделяют водный слой от бензола и определяют в водном слое этиленгликоль с хромотроповой кислотами (рис. 8, 9).




Шлиф нормальный типа А14,5

Рис. 8. Приемник-ловушка к прибору для дистилляции этиленгликоля.




шлиф нормальный типа А14,5

Рис. 9. Холодильник к прибору для дистилляции этиленгликоля.

Определение этиленгликоля с хромотроповой кислотой

Метод основан на окислении этиленгликоля периодатом калия или натрия в сернокислом растворе до формальдегида с последующим определением его по реакции с хромотроповой кислотой.

Чувствительность метода 0,001 мг (или 1мг) в колориметрируемом объеме

Реактивы

1. Серная кислота (уд. в. 1,84), разбавленная 1:1 и 10% раствор.

2. Периодат калия ($KJO_4$), 1,5% раствор в серной кислоте (уд. в. 1,84), растворяют при нагревании.

3. Сульфит натрия ($Na_2SO_3 \cdot 7H_2O$). 50 г растворяют при нагревании в 50 $см^3$ воды. Пригоден к употреблению в течение трех суток.

4. Хромотроповая кислота или ее динатриевая соль. Приготовление см. приложение 31.

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

Путем соответствующего разведения готовят перед употреблением рабочий стандартный раствор с содержанием этиленгликоля 0,02 мг и 0,01 мг в 1 мл.

Стандартный раствор, содержащий несколько мг этиленгликоля в 1 мл, сохраняется без изменения в течение 6 месяце.

Ход определения

2 $см^3$ дистиллята (см. выше) переносят в колориметрическую пробирку. Одновременно готовят шкалу стандартов (табл.). В пробирки шкалы и в пробирку с дистиллятом добавляют по 0,5 см3 серной кислоты (1:1) и по 0,3 см3 раствора периодата калия, перемешивают и оставляют на 30 минут при комнатной температуре. Для восстановления избытка периодата калия в пробирки добавляют по каплям раствор сульфита натрия. После добавления первой капли сульфита натрия содержимое пробирки хорошо встряхивают, при этом начинает выделяться йод. При дальнейшем добавлении сульфита натрия выделение йода возрастает (окраска раствора делается более, интенсивной). После полного восстановления периодата калия добавляемый сульфит натрия реагирует с выделившимся йодом. Сульфит натрия добавляют осторожно по каплям до исчезновения окраски раствора от выделившегося йода (избегать избытка, сульфит натрия мешает реакции), затем приливают по 2,5 см3 раствора хромотроповой кислоты, осторожно перемешивают и помещают пробирки в кипящую водяную баню на 30 минут. Вынимают пробирки из бани и после охлаждения раствора добавляют по 3 $см^3$ воды, перемешивают и наблюдают окрашивание растворов через 15—20 минут. В присутствии этиленгликоля в зависимости от его количества появляется более или менее интенсивная красно-фиолетовая или розовая окраска раствора.

Интенсивность окраски в пробирке с дистиллятом сравнивают со шкалой.

Расчет в п.18.4.

Таблица

Стандартная шкала для определения этиленгликоля

| Реактив | Номер пробирки | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Стандартный раствор этиленгликоля (1 $см^3$ = 0,01 мг), $см^3$ | 0 | 0,1 | 0,2 | 0,3 | 0,4 | 0,6 | 0,8 | 1,0 |
| Содержание этиленгликоля, мг | 0 | 0,001 | 0,002 | 0,003 | 0,004 | 0,006 | 0,008 | 0,01 |

Приложение 33
к Инструкции 2.3.3.10-15-64-2005
«Санитарно-химические исследования изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, контактирующих с пищевыми продуктами»

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФТОРА

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

$$(C_{14}H_7O_4SO_3)_4Th + 6NaF + 4HCl \rightarrow$$
розового цвета

$$\rightarrow Na_2ThF_6 + 4C_{14}H_7O_4SO_3H + 4NaCl$$
желтого цвета

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

Чувствительность метода 0,01 мг в 1 $дм^3$.

### Реактивы

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

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

а) раствор углекислого аммония. Растворяют 110 г углекислого аммония в небольшом количестве воды, добавляют 55 $см^3$ аммиака (уд. в. 0,880) и разбавляют до 600 $см^3$;

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

Из полученного углекислого кальция готовят приблизительно нормальный раствор уксуснокислого кальция следующим способом: 10 г углекислого кальция переносят в колбу объемом около 500 $см^3$, добавляют 12

$см^3$ ледяной уксусной кислоты (или соответствующее количество уксусной кислоты иной концентрации), осторожно перемешивают и. чтобы началась реакция, осторожно добавляют небольшое количество воды (бидистиллята). Когда реакция прекратится, добавляют новую порцию воды и время от времени взбалтывают. Всего небольшими порциями добавляют около 150 $см^3$ воды (бидистиллята). Затем раствор кипятят до растворения осадка и проверяют реакцию на лакмус.

Если реакция раствора нейтральная или слабо щелочная, его переливают в мерную колбу на 200 $см^3$, охлаждают и доводят водой до метки. Если реакция раствора кислая, добавляют на кончике ножа углекислого кальция и жидкость снова кипятят до тех пор, пока реакция раствора не будет нейтральной или слабо щелочной на лакмус.

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

4.Натр едкий, 10% раствор.

5. Натрий фтористый (стандартный раствор). 100—150 г товарного препарата переносят в химический стакан, добавляют около 200—250 $см^3$ дистиллированной воды, хорошо перемешивают и фильтруют в фарфоровую чашку. Затем раствор упаривают на водяной бане до образования на его поверхности твердой корочки, которую снимают на фильтровальную бумагу, отжимают ее между листами, измельчают стеклянной палочкой и высушивают на воздухе.

0,2210 г чистой сухой соли растворяют в 100 $см^3$ бидистиллята (1 $см^3$ = 1 мг F). Раствор хранят в пропарафинированной склянке (запасной раствор). Для работы 1 $см^3$ запасного раствора разбавляют до 100 $см^3$ (1 $см^3$ = 0,01 мг F).

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

7. Серебро сернокислое в кристаллах.

8. Серная кислота концентрированная, кипятят до густых белых паров.

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

10. Соляная кислота, 1 н раствор.

11. Торий азотнокислый $[Th(NO_3)_4\ H_2O]$, 0,01 н раствор. Содержание азотнокислого тория в препарате проверяют путем прокаливания (переводят в $ThO_2$). Если количество азотнокислого тория в препарате составляет, например, 99,4%, то берут навеску, равную 1,3883 г, и растворяют в 1$дм^3$ бидистиллята (0,01 н раствор). Для работы 100 $см^3$ 0,01 н раствора разбавляют до 1 $дм^3$ (0,001 н раствор).

12. Реактив 12. Берут 16 $см^3$ 0,01 н раствора азотнокислого тория (см. реактив 11) и 37,5 $см^3$ нормальной соляной кислоты разбавляют до 1$дм^3$.

Аппаратура

Перегонная колба объемом на 50 $см^3$, парообразователь — стеклянная круглодонная колба объемом около 300 $см^3$, холодильник.

Перегонная колба (рис. 10) закрывается резиновой пробкой с двумя отверстиями, через которые проходят термометр на 150° и Г-образная стеклянная трубка; термометр и трубка доходят почти до дна колбы. Наружный конец изогнутой трубки соединяется с парообразователем. Боковой отросток перегонной колбы по всей длине имеет удавления, образующие внутри «елочку». Конец отростка соединяется с холодильником с помощью шлифованной пробки (можно пользоваться и резиновой пробкой).

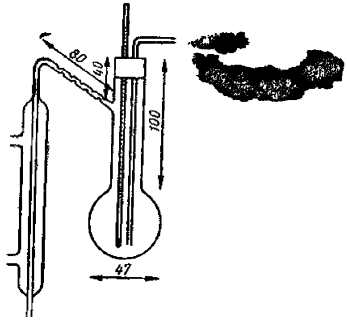



Рис. 10. Прибор для дистилляции фтора.

Парообразователь закрывают резиновой или корковой пробкой с двумя трубками: короткой для отвода пара и длинной, доходящей почти до дна колбы и подымающейся вверх приблизительно на 1дм$^3$ (для уравнивания давления). Последняя трубка не должна быть узкой, чтобы не создавать давления в колбе выше атмосферного. Пар получают из бидистиллята, к которому добавляют 10% раствор едкого натра до щелочной реакции.

Минерализация органического вещества

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

часа. Зола — белого или серовато-белого цвета.

### Отделение фтора от элементов, мешающих его определению, дистилляцией

В перегонную колбу помещают длинную стеклянную трубку, имеющую вверху расширение в виде воронки. Нижний конец трубки должен находиться в колбе ниже ее горлышка. Вносят в колбу небольшое количество кремневого песка и сернокислого серебра в количестве, достаточном для полного связывания хлоридов, если таковые имеются в исследуемом растворе (количество хлоридов в исследуемом растворе определяют общепринятыми методами).

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

После того как будет собрано 100 $см^3$ дистиллята, мерную колбу заменяют колориметрической пробиркой с делением на 10 $см^3$. Когда в пробирке соберется 10 $см^3$ дистиллята, ее заменяют другой такой же пробиркой. Во все последующие приемники собирают по 10 $см^3$ отгона.

Продолжают отгонку до тех пор, пока на титрование последней фракции отгона пойдет 0,025—0,015 $см^3$ 0,001 н раствора азотнокислого тория (см. «Определение фтора в дистилляте»).

Чтобы убедиться в том, что минеральные кислоты — соляная кислота при недостаточном количестве добавленного сернокислого серебра и серная кислота при несоблюдении описанных условий дистилляции — отсутствуют в дистилляторе, раствор в мерной колбе объемом 100 $см^3$ хорошо перемешивают, переносят каплю на предметное стекло и к ней добавляют каплю метилоранжа. Реакция должна быть нейтральной. В случае кислой реакции подготовку образца к определению фтора повторяют, беря новую порцию вытяжки из пластмассы или другого исследуемого материала.

## Определение фтора в дистилляте

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

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

Далее добавляют 0,5 $см^3$ реактива 12 и титруют 0,001 н раствором азотнокислого тория, сравнивая окраску с контролем, который в колориметрической пробирке такого же диаметра и стекла содержит 10 $см^3$ бидистиллята, 0,2 $см^3$ раствора ализарина, 1 каплю едкого натра (0,05 н) и 0,5 $см^3$ реактива 12. Цвет контрольного раствора очень слабо-розовый.

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

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

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

Титрование рекомендуется. При составлении таблицы начинать с 0,2 мкг фтора с интервалами в 0,2 мкг, т.е. брать 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1 мкг и т. д., пользуясь при этом микробюреткой с делениями на 0,01 $см^3$. Для каждой концентрации необходимо не менее трех титрований при хорошо сходящихся результатах.

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

Пользуясь составленной таблицей, находят количество фтора для каждой фракции дистиллята. Полученные величины складывают, вычитают количество фтора, содержащееся в реактивах, и пересчитывают на 1 $дм^3$ раствора.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. Инструкция подготовлена специалистами: Кедрова И.И., Новицкая Т.В., Салей Г.В., Харникова Г.А. (ГУ «Республиканский научно-практический центр гигиены»), Долгин А.С, Скуранович А.Л., Гулин В.В., Филонюк В.А., Сивачева Т.В. (ГУ «Республиканский центр гигиены, эпидемиологии и общественного здоровья»).

2. Утверждена постановлением Главного государственного санитарного врача Республики Беларусь 21 ноября 2005 г. № 184.

3. Введена в действие с 01 марта 2006 г. взамен Инструкции по санитарно-химическому исследованию изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, предназначенных для контакта с пищевыми продуктами, утвержденной заместителем Главного санитарного врача СССР 02 февраля 1971 г. № 880-71.

gost.e-ecolog.ru