МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР
ГЛАВНОЕ САНИТАРНО-ЭПИДЕМИОЛОГИЧЕСКОЕ УПРАВЛЕНИЕ

ИНСТРУКЦИЯ

ПО САНИТАРНО-ХИМИЧЕСКОМУ ИССЛЕДОВАНИЮ ИЗДЕЛИЙ, ИЗГОТОВЛЕННЫХ ИЗ ПОЛИМЕРНЫХ И ДРУГИХ СИНТЕТИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ, ПРЕДНАЗНАЧЕННЫХ ДЛЯ КОНТАКТА С ПИЩЕВЫМИ ПРОДУКТАМИ

МОСКВА — 1972

gost.e-ecolog.ru

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР
ГЛАВНОЕ САНИТАРНО-ЭПИДЕМИОЛОГИЧЕСКОЕ УПРАВЛЕНИЕ

ИНСТРУКЦИЯ

ПО САНИТАРНО-ХИМИЧЕСКОМУ ИССЛЕДОВАНИЮ ИЗДЕЛИЙ, ИЗГОТОВЛЕННЫХ ИЗ ПОЛИМЕРНЫХ И ДРУГИХ СИНТЕТИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ, ПРЕДНАЗНАЧЕННЫХ ДЛЯ КОНТАКТА С ПИЩЕВЫМИ ПРОДУКТАМИ

МОСКВА — 1972

Настоящая инструкция предназначена для гигиенических институтов и лабораторий санитарно-эпидемиологических станций, а также производственных институтов и лабораторий, осуществляющих повседневный контроль за соответствием посуды, тары и других изделий гигиеническим требованиям.

Инструкция подготовлена специалистами Московского научно-исследовательского института гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана и Отделом гигиены питания Главного санитарно-эпидемиологического управления Минздрава СССР.

В работе по подготовке инструкции принимали участие представители Всесоюзного научно-исследовательского института гигиены и токсикологии пестицидов, полимерных и пластических масс; токсикологической лаборатории научно-производственного объединения «Пластполимер»; проблемной лаборатории и кафедры полимеров Московского технологического института мясной и молочной промышленности; лаборатории новых материалов Всесоюзного научно-исследовательского молочного института и др.

В обсуждении проекта инструкции активное участие принимали представители Института питания АМН СССР, Института гигиены водного транспорта, Всесоюзного научно-исследовательского института консервной и овощесушильной промышленности, Всесоюзного научно-исследовательского института мясной промышленности, Всесоюзного научно-исследовательского и экспериментально-конструкторского института продовольственного машиностроения, санитарно-эпидемиологические станции г. Москвы и Московской области, г. Ленинграда и Харьковской области.

С изданием настоящей инструкции «Инструкция по санитарно-химическому испытанию новых видов пищевой посуды, тары и других изделий, изготовленных с применением синтетических лаков, эмалей, клея, резины, шпаклевки и пластмасс» (1964) утратила силу.

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель главного
санитарного врача СССР

Д. Н. Лоранский

2 февраля 1971 г.

№ 880—71

ВВЕДЕНИЕ

Применение синтетических полимерных материалов в различных отраслях народного хозяйства, в том числе производящих продукты питания, позволяет механизировать и автоматизировать производство, способствует развитию пищевой промышленности, упаковочной техники, повышению культуры торговли.

Благодаря высокой технико-экономической эффективности ассортимент и тоннаж полимерных материалов, внедряемых в различные отрасли пищевой промышленности, растет с каждым днем.

Вместе с тем особенности строения и свойств этих материалов обусловливают возможность перехода из них в окружающую среду химических веществ, способных в ряде случаев оказывать отрицательное влияние на качество пищевых продуктов и здоровье людей.

В связи с изложенным, с целью предупреждения возможного неблагоприятного влияния изделий из полимерных материа-

лов на качество пищевых продуктов и здоровье людей, все контактирующие с пищевыми продуктами изделия, изготовленные с применением полимерных и других синтетических материалов, подлежат обязательной гигиенической регламентации, основанной на результатах специальных санитарно-химических и токсикологических исследований.

Наряду с этим, поскольку качество изделий из полимерных материалов в гигиеническом отношении может изменяться в процессе переработки последних в зависимости от разных условий, в ОТК предприятий должна проводиться проверка качества партий выпускаемой продукции и соответствия ее показателей определенным гигиеническим регламентам.

Гигиенические требования, условия и методы проведения указанных исследований излагаются в настоящей инструкции.

ГИГИЕНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К ИЗДЕЛИЯМ ИЗ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ (ПОСУДЕ, ТАРЕ, УПАКОВКЕ И Т. П.), ПРЕДНАЗНАЧЕННЫХ ДЛЯ КОНТАКТА С ПИЩЕВЫМИ ПРОДУКТАМИ

1. Исследуемый образец не должен отдавать в воздушную среду и в контактирующие с ним модельные растворы вещества в количествах, вредных для здоровья человека, превышающих допустимые количества миграции (стр. 145—147, 148—149), а также соединения, способные вызывать канцерогенный, мутагенный и другие отдаленные эффекты.

2. Поверхность образца должна быть чистой, гладкой, без раковин, трещин, наплывов, неровностей и не липкой. Внутренняя поверхность образца должна иметь светлый тон. 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.

3. Внешний вид образца не должен изменяться при воздействии на него соответствующих модельных растворов, имитирующих пищевые продукты, а также при контакте с пищевыми продуктами в процессе опытной эксплуатации.

4. 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 нижеперечисленных изменений: запаха выше 1 балла, постороннего вкуса, изме-

нения 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 в процессе опытной эксплуатации не должны изменяться, т. е. пищевые продукты не должны иметь каких-либо особенностей по сравнению с контрольными пищевыми продуктами.

5. Исследованные образцы, признанные удовлетворительными на основании данных санитарно-химических исследований, могут допускаться к использованию либо, в случае необходимости, подвергаться дальнейшему испытанию в условиях опытной эксплуатации. При этом обязательно участие представителя органов санэпидслужбы, установление сроков и порядка опытной эксплуатации.

По истечении установленного срока опытной эксплуатации изделий заинтересованные организации комиссионно, с участием представителя органов санэпидслужбы, проводят органолептические исследования пищевых продуктов, контактировавших с исследуемыми изделиями, отмечают состояние внутренней поверхности образца и составляют акт о результатах опытной эксплуатации.

6. На основании положительных данных, полученных при санитарно-химическом исследовании образца, а также в условиях опытной эксплуатации органами санэпидслужбы выдается разрешение на использование изделий в условиях, в которых производилась опытная эксплуатация.

7. На изделиях, разрешенных для использования в пищевой промышленности и быту, должно быть указано: а) название материала, из которого изготовлено изделие и марка его; б) название завода-изготовителя и область применения (товарный знак).

8. К изделию должен быть приложен проспект, в котором должно быть указано: а) для каких целей и для контакта с какими продуктами предназначается данное изделие; б) условия его использования; в) способы мойки.

9. Каждая партия изделий должна иметь сертификат, в котором должны быть указаны: завод-изготовитель, дата выпуска, номер партии, наименование мате-

риала, ГОСТ, ТУ, МРТУ на материал и изделие, дата проведения исследования в заводской лаборатории, фамилия ответственного за проверку, разрешение органов здравоохранения.

10. Все ранее разрешенные синтетические материалы, предназначенные для изготовления изделий или для покрытия металлических емкостей с целью защиты их от коррозий и других целей, не вошедшие в перечень материалов, разрешенных Главным санитарно-эпидемиологическим управлением Министерства здравоохранения СССР и союзных республик, прилагаемый к данной инструкции, могут использоваться по назначению не более 2 лет с момента вступления в силу настоящей инструкции. На дальнейшее использование этих материалов заинтересованные организации должны получить соответствующие разрешения.

ПОРЯДОК НАПРАВЛЕНИЯ И ПРАВИЛА ПРИЕМА ОБРАЗЦОВ ДЛЯ ЛАБОРАТОРНОГО ИССЛЕДОВАНИЯ

Новые синтетические материалы, как отечественные, так и импортные, для изготовления оборудования, посуды, тары и упаковки, предназначенные для использования в пищевой промышленности и быту, могут быть допущены только с разрешения Главного санитарно-эпидемиологического управления Министерства здравоохранения СССР.

В связи с этим заинтересованные организации должны представить образцы и необходимые материалы в Главное санэпидуправление Министерства здравоохранения СССР, которое, в случае необходимости, может направить их для экспертного заключения в соответствующие институты или лаборатории системы Министерства здравоохранения.

Образцы или модели посуды, тары, упаковочного материала и других изделий могут быть приняты для исследования институтом или лабораторией системы Министерства здравоохранения только при наличии поручения органов санитарно-эпидемиологической службы.

Образцы для исследования представляются в натуральную величину, если они не громоздки, в противном случае представляются модели их емкостью не более 1 литра. 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 лабораторного исследования могут быть представлены пластинки размером 4×5 *см*, покрытые синтетическими материалами со всех сторон, включая и торцы, по той же технологии, которая разработана для покрытия изделия.

Образцы изделий, предназначенные для исследования, 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.

Изготовление образцов должно быть качественным, без дефектов. Поверхность должна быть чистой, гладкой, без раковин, трещин, наплывов, неровностей, не липкой. Образец не должен иметь запаха выше 1 балла. Внутренняя поверхность образца должна быть светлого тона.

При наличии одного из дефектов образец не может быть принят для лабораторного исследования.

Количество образцов, необходимых для испытания, зависит от характера и объема исследования и согласовывается заинтересованной организацией с учреждением, которое будет проводить исследование. Минимальное количество — 5 экземпляров. Количество упаковочного материала должно быть около 1 $м^2$.

Одновременно с образцами заинтересованные организации представляют следующие сведения:

1. Наименование материала, из которого изготовлено изделие (модель), марка его и ГОСТ или ТУ на данный материал и готовое изделие.

2. Рецептуру материала, использованную для изготовления представленных для исследования образцов (моделей). Наряду с торговыми названиями веществ, входящих в рецептуру, должно быть дано их полное химическое название; должны быть указаны остаточные количества мономера и других веществ в материале и готовом изделии, теплостойкость материала.

3. Краткое описание технологии изготовления материала и образцов (моделей) с указанием температурного режима их изготовления.

4. Сведения о том, с какими пищевыми продуктами будет контактировать изделие и соотношение площади поверхности изделия к весу или объему пищевого продукта.

5. Условия эксплуатации изделия (время контакта, температурный режим и т. д.).

6. Результаты испытаний, выполненных производственными лабораториями по настоящей инструкции, а также отчеты об опытах, если таковые проводились заинтересованной организацией.

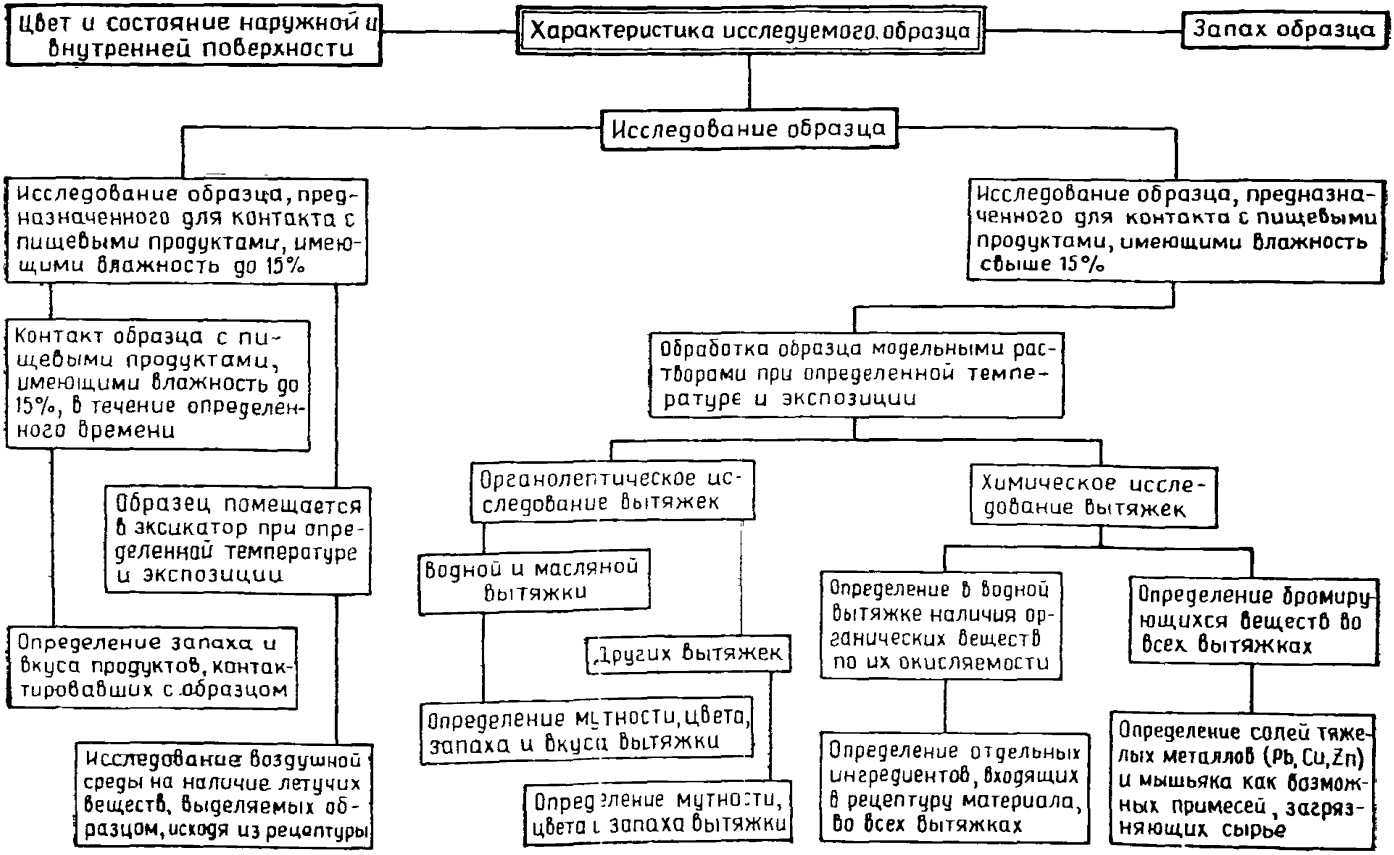
7. В тех случаях, когда в состав рецептуры входят малоизвестные ингредиенты и в инструкции нет методов их определения, ведомственные институты (лаборатории) должны разработать чувствительные микрометоды их определения в соответствующих растворах и вместе с вышеуказанными материалами представить в Главное санитарно-эпидемиологическое управление Министерства здравоохранения СССР. Наряду с этим для апробации методов определения должны быть доставлены малоизвестные ингредиенты в чистом виде.

8. Если изделие изготовлено из импортных синтетических материалов, необходимо представить соответствующий документ о качественном составе материала и подтверждающий, что данный материал допущен в экспортирующей стране для изготовления изделий для пищевой промышленности (указав, для контакта с какими пищевыми продуктами они предназначены), а также заключение о его безвредности и результаты исследований.

9. Сведения о том, какие моющие средства будут применяться при использовании изделий на практике.

Примечание. Образцы, представленные для исследования, обратно заказчику не возвращаются.

СХЕМА САНИТАРНО-ХИМИЧЕСКОГО ИССЛЕДОВАНИЯ ИЗДЕЛИЙ ИЗ ПЛАСТМАСС И ДРУГИХ СИНТЕТИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ



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

1. Характеристика исследуемого образца

а) цвет наружной и внутренней поверхностей; б) поверхность образца (гладкая, шероховатая, неровная и т. д.); в) запах образца.

Результаты определения выражают описательно с указанием: а) характера запаха (фенольный, ароматический, посторонний, неприятный и т. д.) и б) интенсивность запаха выражают в баллах, пользуясь таблицей (стр. 22).

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.

2. Подготовка образца к исследованию

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

Упаковочные материалы, предназначенные для затаривания пищевых продуктов с влажностью выше 15%, исследуют в виде квадратов 4×5 *см;* загрязнения, могущие быть 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 (пищевые кислоты, поваренную соль, дистиллированную воду и др.; см. стр. 17).

Исследование целлофана проводится без предварительной мойки.

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

При этих исследованиях 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 емкости после вышеуказанной подготовки вытирают чистым сухим полотенцем и помещают в него тот или иной 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 литра. 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% (стр. 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.

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 на-

значению. Если органолептика пищевого продукта (сорбента) остается без изменения, образец подвергают дальнейшему исследованию.

Исследуемый образец с общей площадью 3000 *см*^{2} помещают в стеклянную емкость объемом 7,5 литра (соотношение площади образца к объему воздуха 1 : 2,5).

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 остаются такими же, как и при испытании образцов, предназначенных для контакта с пищевыми продуктами с влажностью свыше 15% (стр. 18). После соответствующей экспозиции через емкость с образцом протягивают предварительно очищенный воздух [1] 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 10 раз больше того количества, которое находится в емкости с образцом.

В поглотительном растворе определяют отдельные ингредиенты, входящие в рецептуру исследуемого изде-

---

[1] Для очистки протягиваемого воздуха используют нелетучие растворы химических веществ, способные задерживать содержащиеся в воздухе лаборатории вещества, мешающие проведению исследования. Перед поступлением в емкость с исследуемым образцом очищенный воздух должен быть освобожден от паров воды путем протягивания его через прокаленный хлористый кальций или концентрированную серную кислоту.

В некоторых случаях, например, могут быть использованы: 10% раствор щелочи (1-й поглотитель), 10% раствор марганцевокислого калия, подкисленного серной кислотой (2-й поглотитель), концентрированная серная кислота (3-й поглотитель), после чего воздух поступает в емкость с исследуемым образцом.

лия, пользуясь методами, изложенными в настоящей инструкции; в случае их отсутствия пользуются соответствующими руководствами по санитарно-химическому исследованию воздуха[1]. Количества обнаруженного вещества выражают в *мг* на 1 $м^3$ воздуха (X).

Формула расчета:

$$X = \frac{а \cdot в}{б \cdot V},$$

где $а$ — количество вещества, найденное в анализируемом объеме раствора из первого поглотительного прибора, в γ; $б$ — объем раствора, взятый для анализа, в *мл*; $в$ — объем раствора из первого поглотителя, в *мл*; V — объем воздуха в эксикаторе, в *л*.

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

Найденные количества оценивают, исходя из допустимых количеств данных веществ в атмосферном воздухе населенных мест (стр. 149).

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

Исследуемый образец изделия после соответствующей мойки (стр. 10) подвергают обработке определенными модельными растворами, выбираемыми в зависимости от того, для контакта с какими пищевыми продуктами предназначается использовать данное изделие (стр. 17). Обработка модельными растворами проводится при определенной экспозиции, температурном режиме (стр. 18) 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 герметиза-

[1] М. В. Алексеева. Определение атмосферных загрязнений. М., «Медгиз», 1963; М. С. Быховская, С. Л. Гинзбург, О. Д. Хализова. *Методы определения вредных веществ в воздухе*. М., «Медицина», 1966; Е. А. Перегуд. Санитарная химия полимеров, Л., «Химия», 1967.

цию в тех случаях, когда можно предполагать выделение из синтетического материала летучих компонентов.

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.

Площадь поверхности образца рассчитывают по обычным геометрическим формулам с известным приближением.

Упаковочные пленки, пластинки, покрытые лаком, шпаклевкой и т. п., 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).

Дублированные пленки исследуются в виде мешочков, в которые наливаются модельные растворы.

Полученные результаты анализа пересчитывают в *мг/л* с указанием площади, контактировавшей с модельным раствором (в *см*^{2}), и количества модельного раствора, взятого для обработки изделия (в *мл*).

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

Содержание формальдегида в *мл/г* вытяжки (*X*) определяют по формуле:

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

где *C* — количество формальдегида, найденное в анализируемом объеме раствора, в γ; *V* — количество исследуемого раствора (вытяжки), взятое для определения, в *мл*.

Площадь образца, контактировавшего с уксусной кислотой, равна 300 *см*^{2}; количество модельного раствора, взятого для обработки вышеуказанной поверхности, — 150 *мл*.

Полученные данные (в *мг/л*) сопоставляют с допустимыми количествами веществ, мигрирующих из изделий в модельные растворы (стр. 145),

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.

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	Дистилированная вода, 5% раствор поваренной соли.
Молоко, молочнокислые продукты и молочные консервы	Дистилллированная 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.

Моделирование продолжительности контакта изделий с модельными растворами

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

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

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

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

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

д) металлические консервные банки, покрытые лаком, наполняют модельным раствором, герметически закатывают, автоклавируют в течение часа и оставляют при комнатной температуре на 10 суток;

е) 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.

Температурные режимы при исследовании изделий

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

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

в) изделия и упаковочные материалы, предназначенные для затаривания пищевых продуктов в горячем виде (топленое масло, плавленые сыры и др.), заливают модельными растворами с температурой 80° и далее выдер-

живают при комнатной температуре в течение вышеуказанного времени;

г) автоклавирование проводят при 121°;

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

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 свойства вытяжек являются одним из важных показателей при санитарно-химическом исследовании изделий из полимерных материалов, поэтому определение их должно проводиться со всей ответственностью. Во избежание ошибок органолептическое испытание проводят комиссионно (несколько человек — не менее пяти) 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 органолептике между одинаковыми образцами, не могут участвовать в дегустации.

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

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

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

3. Запах и его интенсивность определяют сразу же после окончания соответствующей экспозиции во всех вытяжках из исследуемого образца при комнатной тем-

пературе, 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.

Определение запаха в вытяжках

Определение запаха в вытяжках проводят путем закрытой дегустации, исключающей обмен мнениями между дегустаторами, методом «расширенного треугольника».

Определение запаха при комнатной температуре. В четыре колбы Эрленмейера с притертыми пробками емкостью по 100 *мл* вносят: в три колбы — по 50 *мл* контрольного модельного раствора и в одну — 50 *мл* 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, например: фенольный, ароматический, посторонний неопределенный и т. д.

Интенсивность запаха выражают в баллах (стр. 22).

Каждый дегустатор результаты исследования заносит в индивидуальную дегустационную карту (стр. 154).

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 нашем случае интенсивность запаха будет равна 1 баллу.

Определение запаха в водной вытяжке при нагревании. В четыре колбы. Эрленмейера объемом по 100 *мл* вносят: в три колбы — по 50 *мл* дистиллированной воды, которая использовалась для получения вытяжек из образца (контроль), в четвертую — 50 *мл* 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.

4. Вкус и 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 *мл* 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.

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.

ТАБЛИЦА 1

Определение интенсивности запаха

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

ПРИМЕРНЫЙ ПЕРЕЧЕНЬ КОМПОНЕНТОВ, КОТОРЫЕ СЛЕДУЕТ ОПРЕДЕЛЯТЬ ПРИ САНИТАРНО-ХИМИЧЕСКОМ ИССЛЕДОВАНИИ ИЗДЕЛИЙ ИЗ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ, ИСХОДЯ ИЗ РЕЦЕПТУРЫ

Наименование полимерных материалов	Рецептура	Определение веществ, имеющих гигиеническое значение
1	2	3
Анид (полиамид на основе гексаметилендиамина и адипиновой кислоты)	Гексаметилендиамин Адипиновая кислота Соль АГ (адипиновокислый гексаметилендиамин)	Общее количество органических веществ Гексаметилендиамин
Винипласт (непластифицированный поливинилхлорид)	Поливинилхлорид Стеарат кальция Стеарат цинка Двуокись титана Эпоксидированное растительное масло	Общее количество органических веществ Бромирующиеся вещества Цинк Хлориды
Декоррозит (феноло-формальдегидный пресспорошок)	Фенол-формальдегидная смола, поливинилхлоридная смола, стабилизатор-гексаметилентетрамин (уротропин), стеарат кальция, известь, кокс	Общее количество органических веществ Фенол Формальдегид Хлориды Гексаметилентетрамин
Капрон	Е-капролактам Уксусная кислота Титана двуокись	Общее количество органических веществ Е-капролактам
Лак 71	Фенол Ксиленол Формальдегид Фталевый ангидрид Глифталовая смола № 135	Общее количество органических веществ Фенолы (фенол и ксиленол) Формальдегид Фталевый ангидрид
Меладур (прессматериал)	Меламин Формальдегид Титана двуокись Клетчатка бука	Общее количество органических веществ Меламин Формальдегид
Мелалит (пресспорошок)	Меламин Формальдегид Целлюлоза сульфитная Двуокись титана Пигмент голубой фталоцианиновый	То же

Продолжение таблицы

1	2	3
Нейлон (полиамид на основе гексаметилендиамина и адипиновой кислоты)	Гексаметилендиамин Адипиновая кислота Соль АГ (адипиновокислый гексаметилендиамин)	Общее количество органических веществ Гексаметилендиамин
Органическое стекло (плексиглаз полиметилметакрилат)	Метилметакрилат Дибутилфталат Перекись бензоила	Общее количество органических веществ Бромирующиеся вещества Метилметакрилат Дибутилфталат Метиловый спирт (образующийся в процессе деструкции)
Перлон (полиамид на основе Е-капролактама)	Е-капролактам Уксусная кислота Титана двуокись	Общее количество органических веществ Е-капролактам
Пленка перфоль ПК-4 (полиамид на основе Е-капролактама)	То же	То же.
Полиамидные смолы на основе Е-капролактама (поликапролактам, иначе называемый капрон или перлон, пленка перфоль ПК-4)	Е-капролактам Уксусная кислота Титана двуокись	Общее количество органических веществ Е-капролактам
Полиамидные смолы на основе гексаметилендиамина и адипиновой кислоты (анид, нейлон)	Гексаметилендиамин Адипиновая кислота Соль АК (адипиновокислый гексаметилендиамин)	Общее количество органических веществ Гексаметилендиамин
Поливинилхлорид непластифицированный (см. винипласт)		

Продолжение таблицы

1	2	3
Поливинилхлорид пластифицированный	Полихлорвиниловая смола Дибутилфталат Стеарат кальция	Общее количество органических веществ Бромирующиеся вещества Дибутилфталат Хлориды
Полиизобутилен		Общее количество органических веществ Бромирующиеся вещества
Полиметилметакрилат (см. органическое стекло)		
Полипропилен	Пропилен Триэтилалюминий Титан четыреххлористый Бензин Изопропиловый спирт	Общее количество органических веществ Бромирующиеся вещества Формальдегид (образующийся в процессе деструкции)
Политетрафторэтилен (фторопласт)	Тетрафторэтилен Персульфат калия Бура	Общее количество органических веществ Бромирующиеся вещества Фтор
Полистирол 1. Блочный «Т»	Стирол	Общее количество органических веществ Бромирующиеся вещества Стирол
2. Суспензионный «ПС-С»	Стирол Стеарат цинка Тетра-бутилпербензоат Перекись бензоила	Общее количество органических веществ Бромирующиеся вещества Стирол Цинк
Полистирол других марок		Общее количество органических веществ Бромирующиеся вещества Стирол Другие ингредиенты, исходя из рецептуры
Полиэтилен низкой плотности (высокого давления) нестабилизированный	Получается полимеризацией этилена при высоком давлении	Общее количество органических веществ Бромирующиеся вещества

Продолжение таблицы

1	2	3
Полиэтилен высокой плотности (низкого давления)	Этилен Триэтилалюминий Титан четыреххлористый Бензин Изопропиловый спирт	Общее количество органических веществ Бромирующиеся вещества
Резит (отвержденная резольно-фенолформальдегидная смола)	Фенол Формальдегид Едкий натр	Общее количество органических веществ Фенол Формальдегид
Смола бесфенольная фенолформальдегидная	Фенол Формальдегид Едкий натр	Общее количество органических веществ Фенол Формальдегид
Смола марки «СП-3»	Фенол Формальдегид Едкий натр Аммиак Желатина (или декстрин) Натрий хлористый Уксусная кислота Спирт	Общее количество органических веществ Фенол Формальдегид
Энант (продукт конденсации аминоэнантовой кислоты)		Общее количество органических веществ Азот Хлориды
Эпоксидное покрытие металлических емкостей на основе смол ЭД-5 и ЭД-6		
1. Первый слой (грунт ЭС)	Эпоксидная смола ЭД-5: эпихлоргидрин, дифенилолпропан, едкий натр Железный сурик Полиэтиленполиамин Ацетон	Общее количество органических веществ Бромирующиеся вещества Эпихлоргидрин Дифенилолпропан Полиэтиленполиамин (см. определение общего количества аминосоединений, стр. 34)
2. Второй слой (грунт ЭК)	Эпоксидная смола ЭД-5: эпихлоргидрин, дифенилолпропан, едкий натр. Каолин Полиэтиленполиамин	

Продолжение таблицы

1	2	3
3. Эмаль ЭТК (наносится на грунт ЭК)	Эпоксидная смола ЭД-6: эпихлоргидрин, дифенилолпропан, едкий натр Двуокись титана Ацетон Полиэтиленполиамин	

Примечание. Окисляемость и бромирующиеся вещества являются общеориентировочными показателями, которые не нормируются.

ХИМИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ВЫТЯЖЕК, ПОЛУЧЕННЫХ ПОСЛЕ СООТВЕТСТВУЮЩЕЙ ОБРАБОТКИ ИЗДЕЛИЙ

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.

Аппаратура

Колбы круглодонные со шлифами на 300 *мл*.

Обратные холодильники прошлифованные к этим колбам.

Реактивы

1. Бихромат калия 0,25-н основной раствор 12,258 *г* $K_2Cr_2O_7$ ч. д. а., предварительно высушенного в течение 2 часов при 105° С, растворяют в дистиллированной воде и доводят до 1 *л*.

2. Бихромат калия 0,025-н раствор: 100 *мл* 0,25-н раствора бихромата калия разбавляют дистиллированной водой до 1 *л*.

3. Серная кислота ч. д. а., 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 кол-

пачком из плотной бумаги и для защиты от внешнего загрязнения хранят под стеклянным колпаком.

4. Сернокислое серебро ч. д. а., кристаллическое. Приготовление: 34 *г* азотнокислого серебра (ч. д. а.) растворяют в 20 *мл* горячей бидистиллированной воды, добавляют предварительно профильтрованный через стеклянную воронку с пористым дном горячий раствор 13,2 *г* сернокислого аммония $(NH_4)_2SO_4$ (ч. д. а.) в 20 *мл* 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) — $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ (ч. д. а.), 0,25-н раствор: 98 *г* соли Мора растворяют в дистиллированной воде, добавляют 20 *мл* концентрированной серной кислоты и после охлаждения доводят дистиллированной водой до 1 *л*. Титр раствора устанавливают для каждой серии определений, для чего 25 *мл* 0,25-н раствора бихромата калия разбавляют дистиллированной водой приблизительно до 250 *мл*, прибавляют 20 *мл* 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 0,695 *г* $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ (ч. д. а.) растворяют в дистиллированной воде и доводят до 100 *мл;* б) дифениламин — 1 *г* дифениламина растворяют в 100 *мл* концентрированной серной кислоты: в) N-фенилантраниловая кислота — 0,25 *г* растворяют в 12 *мл* 0,1-н раствора едкого натра и разбавляют водой до 250 *мл*; г) дифениламинсульфонат натрия или бария — 0,2% водный раствор.

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

Ход определения

50 *мл* водной вытяжки помещают в круглодонную колбу на 300 *мл* с обратным холодильником. Добавляют 25 *мл* 0,025-н раствора бихромата калия, 0,4 *г* сульфата серебра и стеклянные шарики или стеклянные капилляры, запаянные с одного конца, размером около 1 *см*, перемешивают, осторожно приливают малыми порциями 75 *мл* 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 *мл* бидистиллированной воды и переносят содержимое круглодонной колбы в коническую колбу емкостью 500 *мл*, обмывая стенки круглодонной колбы несколько раз 175 *мл* 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 *мл*.

Проводят холостой опыт с 50 *мл* бидистиллята вместо исследуемой вытяжки в одинаковых условиях с исследуемой вытяжкой.

Расчет

Окисляемость бихроматная в *мг* кислорода на

$$л = \frac{(а - в)\,K\,0{,}2 \cdot 1000}{V} = \frac{(а - в)\,K\,200}{V},$$

где $а$ — расход титрованного раствора соли Мора на холостой опыт, в *мл*; $в$ — расход титрованного раствора соли Мора на титрование исследуемой вытяжки, в *мл*; K — поправочный коэффициент 0,025-н раствора соли Мора; 0,2 — количество *мг* кислорода (1 *мл* 0,025-н раствора соли Мора соответствует 0,25 *мг* кислорода); V — количество исследуемой вытяжки, взятой для определения, в *мл*.

Примечание. Необходимо иметь в виду, что незначительные 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.

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° в течение 1—2 часов бромата калия

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

около 10 *г* бромида калия $\left(\frac{5KBr}{60} = \frac{5119{,}02}{60} = 9{,}92 г\right)$ и доводят до 1 *л*.

Бромат калия ($KBrO_3$) 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 бромидброматной смеси. Для этого 50 *мл* 0,1-н раствора бромидброматной смеси разбавляют бидистиллированной водой до 1 *л*.

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 *мл* вытяжки из исследуемого изделия, не содержащей спирта и сахара [1], переносят в коническую колбу емкостью 250—300 *мл* с хорошо притертой пробкой и добавляют 25 *мл* бромидброматной смеси. Затем прибавляют 10 *мл* 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 жидко-

[1] Спирт и сахар мешают определению.

сти. После этого добавляют 1—2 *мл* 0,5% раствора крахмала и продолжают титрование до обесцвечивания раствора.

В другой такой же колбе проводят контрольное определение, для чего вместо исследуемой вытяжки берут 50 *мл* 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/л*:

$$X = \frac{(a - в)\,K\,1000 \cdot 0{,}3996}{г},$$

где a — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный при проведении контрольного опыта, в *мл*; $в$ — объем раствора тиосульфата натрия, израходованный в опыте с вытяжкой из исследуемого материала, в *мл*; K — поправочный коэффициент для проведения концентрации раствора тиосульфата натрия к точно 0,005-н; 0,3996 — количество *мг* брома, эквивалентное 1 *мл* 0,005-н раствора тиосульфата натрия; $г$ — объем вытяжки, взятой для определения, в *мл*.

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 *мл* 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 *л* воды).

7. Серная кислота, 0,1-н раствор.

8. Реактив Несслера — 50 *г* иодата калия растворяют в 50 *мл* безаммиачной воды; 30 *г* хлорной ртути (сулема) растворяют при постоянном помешивании в 150 *мл* 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 *мл* безаммиачной воды и по охлаждении вливают его в раствор йодистого калия и хлорной ртути, доводят объем до 1 *л* безаммиачной водой и добавляют сверх этого объема 1—6 *мл* 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* х. ч. хлористого аммония растворяют в безаммиачной воде и доводят объем раствора до 100 *мл* (1 *мл*=1 *мг* азота). Раствор должен быть всегда свежеприготовленным. Разведением в 100 раз основного раствора готовят рабочий стандартный раствор (1 *мл*= =0,01 *мг* азота).

Ход определения

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

Собирают прибор для отгонки[2]; нижний конец холодильника погружают в мерную колбу (приемник) объемом 200 *мл*, содержущую 10 *мл* 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 *мл* 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 *мл* 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 *мл* безаммиачной дистиллированной водой.

Затем готовят стандартную шкалу, как указано в табл. 2.

Далее одновременно в пробирку с дистиллятом и стан-

---

[1] Вытяжки должны быть получены на безаммиачной воде.

[2] 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.

ТАБЛИЦА 2

Стандартная шкала для определения азота

Реактив	Номер пробирки						
	0	1	2	3	4	5	6
Стандартный раствор хлористого аммония (1 *мл*=0,01 *мг* азота), в *мл*	0	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0
Дистиллированная вода, в *мл*	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

дартным раствором добавляют по 0,2 *мл* реактива Несслера и тщательно перемешивают.

Через 5—10 минут сравнивают интенсивность образовавшейся окраски с окраской стандартных растворов. Расчет производится в *мг* азота на 1 *л* вытяжки. Необходимо обязательно ставить контрольный опыт с применяемыми реактивами в тех же условиях.

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 аппаратура

Дистиллированная вода, не содержащая иона NH^+_4. Для очистки к 1 *л* дистиллированной воды прибавляют 5 *мл* 10% серной кислоты и перегоняют ее. Первые порции отгона (100 *мл*) отбрасывают. Следующие порции проверяют с реактивом Несслера на содержание иона MN^+_4. При отрицательной реакции на ион NH^+_4 воду собирают и хранят в колбе с нормальным шлифом. Все ни-

жеуказанные растворы готовят на воде, не содержащей аммиака.

Стандартный раствор аммиака[1]. 1. Основной стандартный раствор, содержащий 0,1 *мг/мл* аммиака, готовят растворением 0,0314 *г* хлорида аммония (х. ч.) в 100 *мл* дистиллированной воды. 2. Рабочий стандартный раствор, содержащий 0,01 *мг/мл* аммиака, готовят перед определением, разбавляя в 10 раз основной раствор дистиллированной водой.

Стандартный раствор акрилонитрила. 1. Основной раствор: в мерную колбу на 25 *мл* наливают 10—15 *мл* 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 раствором серной кислоты и высчитывают содержание акрилонитрила в 1 *мл* раствора.

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

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 *мл* 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 50 *мл* безаммиачной дистиллированной воды). Общий объем раствора доводят водой до 100 *мл* 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.

---

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

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

Фотоэлектроколориметр ФЭК-Н-57.

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/л*.

2. Аммиак и акрилонитрил определяют в отгонах из вытяжек.

Данный метод является более чувствительным — чувствительность по аммиаку 0,06 *мг/л*.

а) Определение аммиака в водной вытяжке в присутствии акрилонитрила без омыления его. Для определения аммиака 3,5 *мл* вытяжки вносят в пробирку, добавляют в нее 0,5 *мл* 0,7-н серной кислоты, 1 *мл* 40% ще-

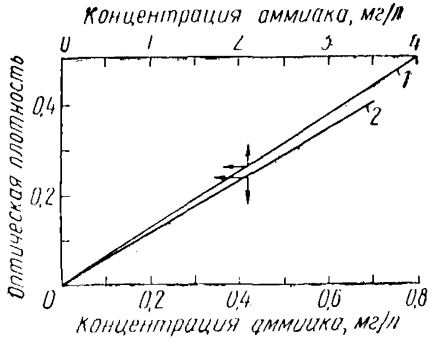


Рис. 1. Градуировочные графики зависимости $D=f(C)$ для определения содержания аммиака в водных вытяжках (*1*) и в отгонах (*2*).

лочи и 0,5 *мл* реактива Несслера. Смесь тщательно перемешивают и через 10 минут колориметрируют на фотоэлектроколориметре ФЭК-Н-57 с синим светофильтром № 3 ($\lambda=453$ *ммк*) в кюветах с расстоянием между гранями 1 *см*.

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 *мл* вытяжки вносят в пробирку, добавляют 0,5 *мл* 0,7-н раствора серной кислоты, 1 *мл* 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 *мл* реактива Несслера и через 10 минут колориметрируют на приборе ФЭК-Н-57.

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

Содержание акрилонитрила в *мг/л* (A) определяют по формуле:

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

где X — разность содержаний аммиака в омыленной и неомыленной вытяжке, в *мг/л*; 3,12 — коэффициент пересчета аммиака на акрилонитрил.

Приготовление стандартной шкалы. Стандартные растворы аммиака и акрилонитрила (табл. 3) обрабатывают в той же последовательности, что и вытяжки.

По данным колориметрирования стандартных раство-

ТАБЛИЦА 3

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/мл* аммиака или 31,2 *мкг/мл* акрилонитрила, *мл*	0	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0
Серная кислота 0,1-н раствор, *мл*	3,5	3,4	3,3	3,1	2,9	2,7	2,5
Едкое кали, 40% раствор	Во все пробирки по 1 *мл*						
Реактив Несслера	Во все пробирки по 0,5 *мл*						
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

ров строят график зависимости оптической плотности от концентрации аммиака при акрилонитрила $D=f(C)$ (см. рис. 1, кривая 1).

Определение аммиака и акрилонитрила в отгонах из вытяжек. 50 *мл* водной (или 2% уксуснокислой, или 5% солевой) (NaCl) вытяжки помещают в колбу Вюрца и отгоняют 9,5 *мл* раствора в градуированную пробирку с притертой пробкой, содержащую 1 *мл* 1-н серной кислоты (общий объем раствора 10,5 *мл*).

Для определения аммиака и акрилонитрила отбирают в две пробирки по 3,5 *мл* дистиллята и добавляют в них по 1 *мл* 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/л* (A) определяют по формуле:

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

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

Приготовление стандартной шкалы. Стандартные растворы аммиака и акрилонитрила приготовляют по данным табл. 4. Каждый стандартный раствор отгоняют в тех же условиях, что и вытяжку. Учитывая, что аммиак и акрилонитрил из 50 *мл* раствора могут быть количественно отогнаны только при условии отбора не менее 9,0 *мл* отгона, а анализу подвергается лишь 1/3 часть отгона, в 50 *мл* каждого стандартного раствора вносят утроенное количество аммиака или акрилонитрила.

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

По данным колориметрирования стандартных растворов, приготовленных по табл. 4, строят график зависи-

ТАБЛИЦА 4

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/мл* аммиака или 31,2 *мкг/мл* акрилонитрила, *мл*	0	0,3	0,6	1,2	1,8	2,4	3,0
Дистиллированная безаммиачная вода, *мл*	50,0	49,7	49,4	48,8	48,2	47,8	47,0
Дистилляция стандартных растворов							
Общее количество дистиллята, *мл*	10,5 *мл* в каждой пробирке						
Количество дистиллята, взятое для определения, *мл*	3,5 *мл* из каждой пробирки						
Едкое кали, 40% раствор	Во все пробирки по 1 *мл*						
Реактив Несслера	Во все пробирки по 0,5 *мл*						
Содержание аммиака, *мкг*	0	1	2	4	6	8	10
Содержание акрилонитрила, *мкг*	0	3,12	6,24	12,48	18,72	24,96	32,2

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

мости оптической плотности от концентрации аммиака (рис. 1, кривая 2).

ОПРЕДЕЛЕНИЕ АМИДА ОЛЕИНОВОЙ КИСЛОТЫ В ВОДНОЙ И МОЛОЧНОКИСЛОЙ ВЫТЯЖКАХ

Определение олеил-амида, 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. на стр. 34.
4. Серная кислота, 0,1-н раствор.
5. Реактив Несслера. Приготовление см. на стр. 35.
6. Стандартный раствор хлористого аммония. Приготовление см. на стр. 35.

Ход определения

200 *мл* вытяжки выпаривают в фарфоровой чашке на кипящей водяной бане досуха, затем прибавляют в чашку 2 *мл* концентрированной соляной кислоты и снова выпаривают. После этого остаток из чашки переносят в колбу перегонного аппарата, применяя для этого безаммиачную дистиллированную воду — 100 *мл*, добавляют несколько стеклянных шариков или стеклянных капилляров, запаянных с одного конца. В приемную колбу наливают 10 *мл* 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 *мл* 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 *мл* и приступают к определению аммиачного азота колориметрически с реактивом Несслера на ФЭК-М.

В качестве рабочего стандартного раствора применяют раствор хлористого аммония, содержащий в 1 *мл* 0,01 *мг* азота.

Для количественного определения аммиачного азота в пробирку наливают определенное количество (*мл*) испытуемого раствора (в зависимости от содержания азота), прибавляют 1 каплю едкого натра или кали, 0,1 *мл* реактива Несслера, содержимое доводят до объема 10 *мл* безаммиачной дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Через 5—10 минут определяют интенсив-

ТАБЛИЦА 5

Шкала стандартов

Реактив	Номер пробирки					
	1	2	3	4	5	6
Стандартный раствор, *мл*	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

ность окраски на ФЭК-М с синим светофильтром ($\lambda_{макс}$ = =410 *ммк*) и кюветами с рабочей длиной 10 *мм*.

Количество аммиачного азота вычисляют по калибровочной кривой, составляемой по стандартной шкале (табл. 5).

Расчет производится в *мг* азота на 1 *л* вытяжки или в *мг* амида олеиновой кислоты.

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

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

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

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

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

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 *ммк*.

Реактивы и аппаратура

1. Спектрофотометр СФ-4А или другой марки.

2. 2-(2′-окси-5′-метилфенил)-бензотриазол, перекристаллизованный из спирта. Получают спиртовый раствор при нагревании до 60°, фильтруют и охлаждают. Выпавшие кристаллы отфильтровывают и высушивают между листами фильтровальной бумаги.

3. Спирт этиловый 96°, перегнанный.

4. Стандартный раствор 2-(2′-окси-5′-метилфенил)-бензотриазола в спирте, 1 *мл* = 50γ.

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 *мл* бидистиллированной воды и добавляют стандартный спиртовый раствор 2-(2′-окси-5′-метилфенил)-бензотриазола в количествах: 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 и 1,0 *мл*, смывают стенки каждой воронки 50 *мл* бидистиллированной воды, добавляют точно 6 *мл* н-гексана и извлекают 2-(2′-окси-5′-метилфенил)-бензотриазол путем осторожного экстрагирования в течение 3 минут, затем добавляют еще точно 4 *мл* 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 *мл* 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; 0,5; 0,8 и 1,0 *мл*; далее содержимое каждой воронки обрабатывают н-гексаном, как указано выше. Полученные гексановые вытяжки служат эталонами при определении оптической плотности в

гексановых вытяжках, содержащих известные количества 2-(2′-окси-5′-метилфенил)-бензотриазола.

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

По полученным данным строят калибровочный график, откладывая на оси абсцисс концентрацию 2-(2′-окси-5′-метилфенил)-бензотриазола в γ/*мл* гексановой вытяжки, а на оси ординат — оптическую плотность.

Ход определения

100 *мл* вытяжки из исследуемого изделия помещают в делительную воронку, добавляют точно 6 *мл* н-гексана и извлекают 2-(2′-окси-5′-метилфенил)-бензотриазол путем осторожного взбалтывания в течение 3 минут; затем еще добавляют точно 4 *мл* 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) [1].

В другую воронку вносят 100 *мл* контрольного модельного раствора, примененного при получении вытяжки из изделия, и обрабатывают его 10 *мл* 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 $\lambda_{макс}=342$ *ммк*, 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 *л* (X) высчитывают по формуле:

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

[1] Во избежание попадания в гексановую вытяжку воды ее сливают не до конца.

где C — количество 2-(2′-окси-5′-метилфенил)-бензотриазола в $\gamma/мл$ гексановой вытяжки, найденное по калибровочному графику; V — объем вытяжки, взятой для определения, в *мл*; a — количество н-гексана, взятое для извлечения 2-(2′-окси-5′-метилфенил)-бензотриазола, *мл*.

РЕАКЦИЯ НА ГАЛОИДЫ ПО БЕЛЬШТЕЙНУ

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, а 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.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГЕКСАМЕТИЛЕНДИАМИНА В ВЫТЯЖКАХ

Метод основан на реакции взаимодействия гексаметилендиамина 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/л* 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 *мл* = = 1 *мг*, готовят на безаммиачной дистиллированной воде. Рабочий стандартный раствор, содержащий 0,01 *мг* гексаметилендиамина в 1 *мл*, готовят из основного раствора соответствующим разведением дистиллированной водой. Стандартный раствор сохраняется в течение 2 недель.

Ход определения

В колориметрическую пробирку помещают 2 *мл* исследуемой вытяжки [1]. Одновременно готовят шкалу стандартов (табл. 6).

В пробирки с исследуемой вытяжкой и стандартными растворами добавляют 8% раствор углекислого натра до щелочной реакции раствора и избыток его в количестве 0,1 *мл*. Далее добавляют по 0,2 *мл* 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 *мл* 5% раствора соляной кислоты и 1 *мл*

ТАБЛИЦА 6

Стандартная шкала для определения гексаметилендиамина

Реактив	Номер пробирки				
	0	1	2	3	4
Стандартный раствор, *мл*	0	0,25	0,50	0,75	1,0
Дистиллированная вода, *мл*	2,0	1,75	1,50	1,25	1,0
Содержание гексаметилендиамина, *мл*	0	0,0025	0,005	0,0075	0,01

Примечание. Ввиду большой токсичности динитрохлорбензола и его сильного раздражающего действия на кожу и слизистые оболочки работу следует проводить с особыми предосторожностями, в резиновых перчатках и под тягой.

[1] Вытяжки для определения гексаметилендиамина должны быть приготовлены на безаммиачной воде.

хлороформа, после чего содержимое энергично встряхивают.

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.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГЕКСАМЕТИЛЕНДИАМИНА В МОЛОКЕ

Метод основан на выделении гексаметилендиамина посредством бумажной хроматографии с последующим качественным и количественным определением его по реакции с нингидрином.

Метод позволяет обнаружить 1 *мкг* в 1 *мл* колориметрируемого раствора, или 1 *мг/л*.

Реактивы

1. Уксусная кислота, 10% раствор.
2. Уксуснокислый свинец, 10% раствор.
3. Сернокислый натрий, 10% раствор.
4. Этиловый спирт, подкисленный соляной кислотой (100 *мл* этилового спирта и 0,5 *мл* конц. соляной кислоты).
5. Подвижный растворитель (н-пропанол, гидрат окиси аммония, вода 6 : 3 : 1).
6. Раствор нингидрина в подкисленном уксусной кислотой бутаноле (0,3 *г* нингидрина, 95 *мл* бутанола и 5 *мл* 2М раствора уксусной кислоты).
7. Стандартный раствор гексаметилендиамина (1 *мл* = 1 *мг*) готовят на дистиллированной воде; рабочий стандартный раствор, содержащий 0,01 *мг* гексаметилендиамина в 1 *мл*, готовят из основного раствора с соответствующим разведением дистиллированной водой. Стандартные растворы сохраняются в течение 2 недель.

Аппаратура и материалы

1. Аппарат для хроматографии: два цилиндрических сосуда с прошлифованными краями (диаметр — 20 *см* и высота аппарата — 50 *см*).
2. Кристаллизатор (диаметр — 50 *см*).
3. Бумага для хроматографического анализа марки «Б» ленинградской фабрики № 2 им. В. Володарского.

Ход определения

В один цилиндр емкостью 500 *мл* вносят 200 *мл* исследуемого молока, в другой — 200 *мл* контрольного молока, к которому добавляют стандартный раствор, содержащий гексаметилендиамин в количестве 0,3 *мг* («свидетель»), в оба цилиндра приливают по 20 *мл* 10% уксусной кислоты, по 50 *мл* 10% уксуснокислого свинца для осаждения белков и осторожно перемешивают стеклянной палочкой. После коагуляции осадка по капле прозрачного раствора из каждого цилиндра переносят на часовые стекла и добавляют к ним по капле уксуснокислого свинца; отсутствие мути указывает на полноту осаждения белков.

Объем содержимого каждого цилиндра доводят до 300 *мл* водой, перемешивают осторожно стеклянной палочкой и после отстаивания основной массы белков растворы фильтруют в конические колбы.

По 200 *мл* фильтрата переносят в мерные колбы емкостью 250 *мл* каждая, избыток уксуснокислого свинца удаляют из растворов, добавляя по каплям 10% раствор сернокислого натрия. Отсутствие мути от последующей капли сернокислого натрия указывает на полноту осаждения уксуснокислого свинца. Далее объем каждой колбы доводят до 250 *мл*, перемешивают и фильтруют. По 200 *мл* фильтрата из каждой колбы переносят небольшими порциями в две фарфоровые чашки, в которые предварительно вносят по 30 *мл* концентрированной соляной кислоты, и выпаривают на водяной бане досуха. Полученные остатки от исследуемого молока и «свидетеля» обрабатывают каждый 10 *мл* этилового спирта, подкисленного соляной кислотой.

Обработка остатков производится при помешивании стеклянной палочкой и нагревании на водяной бане при 60° С в течение 5 минут.

Спиртовые растворы сливают в цилиндры емкостью 25 *мл* остатки в чашках еще раз обрабатывают 10 *мл* этилового спирта, подкисленного соляной кислотой, как указано выше, и присоединяют к первым извлечениям, доводя объемы растворов подкисленным этиловым спиртом до 20 *мл*. Затем растворы выдерживают в холодильнике в течение 2 часов. После этого их фильтруют и 15 *мл* каждого фильтрата выпаривают досуха в фарфоро-

вых чашках на водяной бане. Каждый из остатков растворяют в 3 *мл* воды.

На определение берут по 0,1 *мл* исследуемого раствора и «свидетеля». Определение ведут из двух параллельных проб.

Для определения применяют лист хроматографической бумаги (45×30 *см*), на котором и отмечают стартовую линию (3 *см* от края). Исследуемые растворы (по 0,01 *мл*) наносят микропипеткой; нанесение новой порции раствора производят только после высыхания предыдущей капли.

Параллельные пробы наносят на бумагу на расстоянии 5 *см* друг от друга. По окончании нанесения проб лист бумаги свертывают в виде цилиндра и края сшивают белой ниткой так, чтобы они не накладывались один на другой.

В цилиндрический сосуд для хроматографирования наливают 150—200 *мл* подвижного растворителя и опускают в него подготовленный в виде цилиндра лист бумаги с нанесенными пробами (при этом бумага не должна касаться стенок сосуда), после чего его накрывают другим таким же цилиндрическим сосудом.

Хроматографирование проводят при температуре 25—26° в течение 6 часов. Далее лист бумаги вынимают из сосуда, сушат под тягой сначала на воздухе, а затем в сушильном шкафу при 105° С в течение 20 минут.

Высушенный лист хроматографической бумаги смачивают раствором нингидрина в подкисленном бутаноле путем протягивания его через раствор, налитый в кристаллизатор, после чего его высушивают под тягой. Для появления пятен хроматограммы выдерживают в термостате в течение 10 часов при температуре 25—26° С. При наличии гексаметилендиамина на хроматограмме появляются пятна сине-фиолетового цвета. Для гексаметилендиамина $Rf = 0{,}8$.

Проявленные хроматограммы подвергают качественному и количественному анализам.

Качественный анализ заключается в сравнении *Rf* сине-фиолетовых пятен, полученных из исследуемого образца молока, с *Rf* пятен, полученных из «раствора-свидетеля».

Для количественного определения гексаметилендиамина пятна из исследуемого молока, окрашенные в сине-

фиолетовый цвет, вырезают из хроматограмм, помещают их в пробирки с притертыми пробками, добавляют по 3 *мл* воды, энергично встряхивают содержимое пробирок до обесцвечивания бумаги, фильтруют и определяют оптическую плотность фильтратов на фотоэлектроколориметре в кюветах с рабочей длиной 5 *мм*, зеленым светофильтром $\lambda_{макс}$=530 *ммк*. Эталоном служит вода.

Построение градуировочного графика

В ряд цилиндров на 500 *мл* каждый вносят стандартный раствор, содержащий гексаметилендиамин в количестве 0,03; 0,06; 0,12; 0,24; 0,3 *мг*, добавляют по 200 *мл* молока и обрабатывают точно так же, как описано для исследуемого молока.

Полученные пятна для каждой концентрации обрабатывают 3 *мл* воды и измеряют оптическую плотность полученных растворов.

На основании полученных данных строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс концентрацию гексаметилендиамина в *мкг/мл*, а по оси ординат — соответствующие величины оптической плотности.

По величине оптической плотности на градуировочном графике находят количество гексаметилендиамина в *мкг/мл* водного раствора. Количество гексаметилендиамина в *мг* (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{а \cdot б \cdot 3 \cdot 20 \cdot 250 \cdot 300 \cdot 1000}{0{,}1 \cdot 15 \cdot 200 \cdot 200 \cdot 200} = \frac{а \cdot б \cdot 300}{0{,}8},$$

где $а$ — содержание гексаметилендиамина, найденное по градуировочному графику в 0,1 *мл* водного раствора пятна, в *г*; $б$ — количество воды, взятое для обработки пятна, в *мл*.

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 *мл* примешивают 50—100 *мл* испытуемой вытяжки, прибавляют 10 *мл* 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 *мл* эфира. Эфирные вытяжки сливают в фарфоровую чашечку и дают эфиру самопроизвольно испариться при комнатной температуре до объема 1—2 *мл*. 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 помещают 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 *мл* спирта, добавляют 1 *мл* воды и затем по каплям щелочь до слабо-щелочной 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/л*.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИБУТИЛФТАЛАТА, ДИОКТИЛФТАЛАТА, БУТИЛСТЕАРАТА, ДИБУТИЛСЕБАНЦИНАТА И АЦЕТИЛТРИБУТИЛЦИТРАТА 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/л*.

Определению мешают высшие спирты и эфиры. Стирол не мешает определению.

Реактивы и аппаратура

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

Стандартный раствор соответствующего пластификатора в хлороформе, 0,10 и 0,01 *мг/л*.

Серная кислота (плотность 1,84).

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

Фотоэлектроколориметр ФЭК-Н-57.

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 *мл* модельного раствора и содержимое встряхивают в течение 1 минуты. Затем добавляют в воронку 10 *мл* 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 си-

ним светофильтром № 3 (λ=453 *ммк*) и строят график зависимости $D=f(C)$, где C — концентрация пластификатора в *мг/л*.

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

Ход определения

В делительной воронке встряхивают 100 *мл* вытяжки с 10 *мл* 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 *мл* концентрированной серной кислоты и 0,5 *мл* 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 ФЭК-Н-57 с синим светофильтром № 3 (λ=453 *ммк*) в кюветах с рабочей длиной 3 *мм*. Концентрацию пластификатора находят по градуировочному графику $D=f(C)$.

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, со-

кращается число операций и продолжительность определения.

Чувствительность метода 5—10 *мг* пластификатора в 1 *л* масляной вытяжки в зависимости от физико-химических свойств пластификатора.

Реактивы и аппаратура

1. Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором (из отечественных хроматографов рекомендуются: Цвет-1, Цвет-2 и др., ЛХМ-7а; из импортных: Хром-2, Хром-31 и др.).
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, ч. д. а.*
8. Внутренний стандарт (дибутилфталат (ДБФ), дибутилсебацинат (ДСБ), диаминовый эфир себациновой кислоты (ДАС), ч. д. а. или х. ч.).

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:

$$Q_x = \frac{S_x \cdot Q_c}{S_c},$$

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 *мл* исследуемой масляной вытяжки, добавляют 10 *мл* 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 *мл* 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 *мкл* пробы, вводят в хроматограф и проводят определение. Вычисляют площадь полученного пика и по калибровочному графику находят примерное содержание определяемого пластификатора. Исходя из

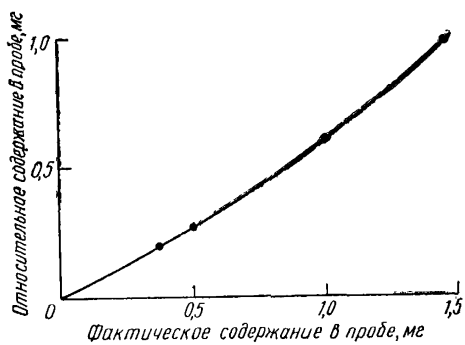


Рис. 2. Калибровочный график для определения содержания дибутилсебацината в масляных вытяжках.

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 *мкл* и хроматографируют. По величине обеих площадей и количеству до-

бавленного стандарта вычисляют относительное содержание пластификатора, а затем по калибровочному графику находят фактическое содержание его в анализи-

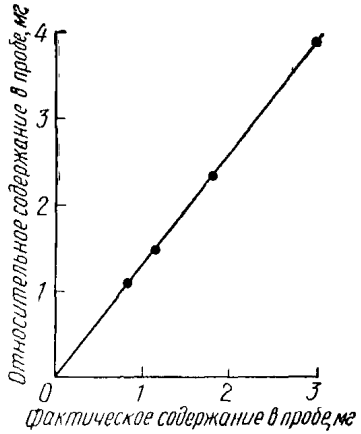


Рис. 3. Калибровочный график для определения содержания диоктилфталата в масляных вытяжках.

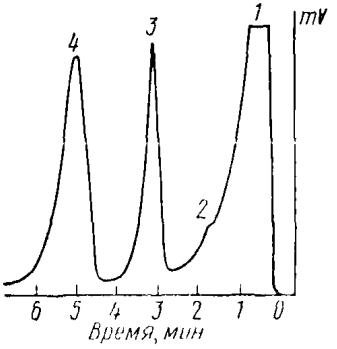


Рис. 4 Хроматограмма экстракта, содержащего дибутилсебацинат и дибутилфталат:

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.

руемой 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 дли-

ной 0,5—1 *м*, количество жидкой фазы 5—10% от веса твердого носителя. Рабочая температура 230—240° С. Расход газа-носителя — 50 *мл/мин*, водорода — 50 *мл/мин*, воздуха — 850 *мл/мин*.

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 10γ 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 *мл* 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 *мл*) и отгоняют 40 *мл* дистиллята; приемник должен быть погружен в воду со льдом. В дистилляте определяют метиловый спирт после окисления его до формальдегида по реакции с хроматроповой кислотой (см. стр. 97).

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 диметилтерелфталата (X) в *мг/л* 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 *мл*; $г$ — объем вытяжки, взятой для исследования, в *мл*; 3,0 — коэффициент пересчета метилового спирта на диметилтерефталат; 2 — количество дистиллята, взятое для определения, в *мл*; 40 — общее количество дистиллята, в *мл*.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИФЕНИЛОЛПРОПАНА

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

Метод позволяет обнаружить 0,002 *мкг* (2γ) дифенилолпропана в колоримстрируемом объеме, или 0,02 *мг/л*.

Эпихлоргидрин, толуол не мешают определению.

Реактивы

1. Едкий натр, 20% раствор.
2. Едкий натр, 0,1-н раствор.
3. Серная кислота, 20% раствор (по весу).
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, отбрсывают.
7. Стандартный раствор дифенилолпропана.

Готовят основной раствор: 0,01 *г* дифенилолпропана растворяют в мерной колбе емкостью 100 *мл* 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 *мл*=0,1 *мг* дифенилолпропана).

Для приготовления рабочего стандартного раствора

10 *мл* основного раствора переносят в мерную колбу на 100 *мл* и доводят до метки 0,1-н раствором NaOH (1 *мл*=0,01 *мг* дифенилолпропана). Раствор готовят в день определения.

Ход определения

100 *мл* исследуемой вытяжки (водной, уксуснокислой, виннокислой, а также вытяжки, полученной при обработке изделия поваренной солью) переносят в делительную воронку и без подщелачивания экстрагируют 20 *мл* 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 *мл* 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 *мл* эфира. Соединенные эфирные вытяжки испаряют в фарфоровой чашке при комнатной температуре в вытяжном шкафу.

Остаток в чашке количественно переносят с помощью 5 *мл* 0,1-н раствора едкого натра в колориметрическую пробирку с притертой пробкой, беря каждый раз по 1 *мл*. Объем раствора в пробирке доводят 0,1-н едким натром до 5 *мл*.

К 5,0 *мл* полученного раствора в колориметрической пробирке с притертой пробкой приливают 0,5 *мл* 20% раствора H_2SO_4 и 0,5 *мл* раствора $NaNO_3$. Содержимое пробирки нагревают в течение 5 минут в кипящей водяной бане. По охлаждении к раствору добавляют 2 *мл* 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 ФЭК-Н-57 при длине волны 413 *ммк* в кювете с толщиной слоя 20 *мм*. Количество дифенилолпропана, отвечающее найденной оптической плотности, нахо-

ТАБЛИЦА 7

Стандартная шкала для определения дифенилолпропана

Реактив	Номер пробирки					
	1	2	3	4	5	6
Стандартный раствор дифенилолпропана (1 *мл*= 0,01 *мл*), *мл*	0	0,20	0,40	0,60	0,80	1,00
NaOH, 0,1-н, *мл*	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

дят по калибровочному графику, для построения которого измеряют оптические плотности растворов той же стандартной шкалы (табл. 7).

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

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

Определение люминесценции парафина при ультрафиолетовом облучении.

Реактивы и аппаратура

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—63 или любой другой вакуумный насос.

Пробирки стеклянные по ГОСТ 10515—63, тип ПХ-14.

Стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 10394—63, тип ПН, вместимостью 25 *мл*.

Меры вместимости стеклянные технические по ГОСТ 1770—64.

Колба мерная, тип 1, емкостью 1000 *мл*.

Колба мерная, тип 1, емкостью 100 *мл*.

Пипетка на 5 *мл*, тип 1, с делениями.

Кислота серная по ГОСТ 4204—66, х. ч. или ч. д. а, 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 *мл* берут 1,0 *г* стружки парафина, снятой с трех различных мест образца, и экстрагируют 4 *мл* 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 *мл* эталонного раствора 3,4-бензпирена в концентрации $1{,}10^{-10}$ *г/мл* и 3 *мл* 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 13577—68 парафин нефтяной для пищевой промышленности).

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 *мл* концентрированной соляной кислоты (уд. в. 1,19) и выпаривают в фарфоровой чашке на водяной бане досуха.

Полученный хлористый висмут растворяют в 50 *мл* дистиллированной воды. 50 *г* йодистого калия (ч. д. а.) растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, подкисляют 0,5 *мл* концентрированной соляной кислоты, оба раствора сливают вместе и доводят объем до 100 *мл* дистиллированной водой. Раствор должен храниться в склянке из темного стекла.

2. Азотная кислота, 5% раствор.

Ход определения

25—50 *мл* испытуемой вытяжки упаривают в фарфоровой чашке на водяной бане до небольшого объема (около 1 *мл*). 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/мл*.

Реактивы

1. 0,74 молярный раствор хлорного железа, приготовленный на 0,1-н растворе соляной кислоты.
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 *мл* наливают 1 *мл* 4,5-н раствора едкого натра и 1 *мл* сернокислого 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 *мл* 4,5-н раствора соляной кислоты и 1 *мл* 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 *мл* 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. на стр. 34—35)

Ход определения

25—50 *мл* 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 расщепления определяемых веществ. Гидролизат количественно переносят в колбу Кьельдаля емкостью 250 *мл*, добавляют 10 *мл* концентрированной серной кислоты (уд. в. 1,835—1,84), 2—3 капли 10% раствора сернокислой меди и 1—2 *мл* 10% сульфата калия и далее проводят работу, как указано на стр. 36.

Расчет производят в *мг* азота (см. стр. 16).

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

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕЛАМИНА

25—50 *мл* вытяжки выпаривают на водяной бане до небольшого объема (около 1 *мл*) 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 Саркисяц

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 *мл* дистиллированной воды. Через несколько дней раствор отфильтровывают от выделившейся селитры, а фильтрат разбавляют дистиллированной водой до 100 *мл*.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТИЛОВОГО СПИРТА

Определение метилового спирта с фуксиносернистой кислотой

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

Отметим, что фуксиносернистая кислота является общим реактивом для альдегидов, но в присутствии серной или соляной кислот обнаруживается только формальдегид.

Метод позволяет обнаружить содержание метилового спирта в количестве 0,05 *мг* в колориметрируемом объеме.

Реактивы

1. Серная кислота, концентрированная (уд. в. 1,835—1,84).
2. Перманганат калия, 5% раствор.
3. Щавелевая кислота, 8% раствор.
4. Смесь серной кислоты с этиловым спиртом. 2 *мл* спирта и 4 *мл* концентрированной серной кислоты доводят водой до 100 *мл*.
5. Раствор фуксиносернистой кислоты. 0,2 *г* химически чистого основного кристаллического фуксина растворяют в 120 *мл* бидистиллированной горячей воды. По охлаждении раствора добавляют 6 *г* безводного сульфита натрия, растворенного в 20 *мл* бидистиллированной воды, 4 *мл* соляной кислоты (уд. в. 1,19) и доводят бидистиллированной водой до 200 *мл*. Содержимое кол-

бы фильтруют и помещают в темную склянку с притертой пробкой. Реактив должен быть бесцветным или слегка желтоватым.

6. Стандартный раствор метилового спирта (метанола). Готовят исходный раствор: в мерную колбу на 50 *мл* наливают 20 *мл* 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 водой. Затем высчитывают содержание метилового спирта в 1 *мл* раствора.

Из этого раствора готовят стандартный раствор с содержанием метанола 10 *мг* в 1 *мл*. Перед определением готовят рабочий стандартный раствор с содержанием метилового спирта 0,1 *мг* в 1 *мл*.

Ход определения

200 *мл* испытуемой вытяжки помещают в колбу аппарата для перегонки с вертикально установленным небольшим холодильником и отгоняют приблизительно 100 *мл*. Полученный дистиллят отгоняют второй раз, собирая около 50 *мл*. Наконец, при третьем отгоне из 50 *мл* получают 20 *мл* конечного дистиллята (содержащего весь метиловый спирт исходной пробы). Таким образом, концентрация метилового спирта увеличивается в 10 раз по сравнению с исследуемой вытяжкой. Колбы — приемники дистиллята при отгоне должны быть погружены в воду со льдом.

К 3 *мл* дистиллята в колориметрической пробирке с притертой пробкой приливают 1 *мл* смеси спирта с серной кислотой и 1 *мл* 5% раствора перманганата калия. Смесь перемешивают, через 2 минуты прибавляют 1 *мл* 8% раствора щавелевой кислоты и вновь перемешивают легким взбалтыванием. Содержимое пробирки должно обесцветиться. Затем прибавляют 1 *мл* концентрированной серной кислоты и, после перемешивания, 5 *мл* фуксиносернистой кислоты, содержимое вновь перемешивают и оставляют стоять в течение часа.

В присутствии метилового спирта, окисленного перманганатом до формальдегида, появляется фиолетовое, а при малых его количествах — голубое окрашивание.

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

Для количественного определения метилового спирта в дистилляте одновременно проводят реакцию с фуксиносернистой кислотой со стандартными растворами и с дистиллятом.

Готовят шкалу, как указано в табл. 8.

ТАБЛИЦА 8

Реактив	Номер пробирки						
	0	1	2	3	4	5	6
Стандартный раствор (1 *мл*=0,1 *мг* метилового спирта), в *мл*	0	0,50	1,0	1,50	2,0	2,50	3,0
Дистиллированная вода, *мл*	3,0	2,50	2,0	1,50	1,0	0,50	0
Содержание метилового спирта, *мг*	0	0,05	0,10	0,15	0,20	0,25	0,3

Расчет на стр. 16.

В ряд одинаковых колориметрических пробирок вводят определенное количество рабочего стандартного раствора метилового спирта (1 *мл*=0,1 *мг* метилового спирта).

Во всех пробирках объем жидкости доводят дистиллированной водой до объема испытуемого раствора, взятого на определение.

Расчет на стр. 16.

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 γ) в колориметрируемом объеме (0,25 *мг/л*).

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 ($Na_2SO_3 \cdot 7H_2$), 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 *мл* наливают 20 *мл* 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 *мл* раствора. Перед определением из исходного раствора готовят рабочий стандартный раствор с содержанием метилового спирта 0,01 *мг*, или 10 *γ/мл*.

Ход определения

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

2 *мл* дистиллята переносят в колориметрическую пробирку с притертой пробкой, приливают 0,5 *мл* 25% раствора серной кислоты и 0,2 *мл* 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 *мл* 1% раствора хромотроповой кислоты или ее динатриевой соли и 1,7 *мл* 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 перманганатом 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 табл. 9.

ТАБЛИЦА 9

Стандартная шкала для определения метилового спирта

Реактив	Номер пробирки						
	0	1	2	3	4	5	6
Стандартный раствор (1 *мл*=0,01 *мг* метилового спирта), *мл*	0	0,10	0,20	0,40	0,60	0,80	1,00
Дистиллированная вода, *мл*	2,0	1,90	1,80	1,60	1,40	1,20	1,00
Содержание метилового спирта γ/*мл*	0	1,0	2,0	4,0	6,0	8,0	10,0
	0	0,001	0,002	0,004	0,006	0,008	0,010

Расчет на стр. 16.

В ряд одинаковых колориметрических пробирок вводят определенное количество рабочего стандартного раствора метилового спирта (1 *мл*=0,01 *мг* метилового спирта).

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

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 *мл* 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 (стр. 34).
8. Индикатор Ташира. Основной раствор: к 40 *мл* 0,1% спиртового раствора метилового красного добавляют 10 *мл* 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 *мл* исследуемой вытяжки переносят в фарфоровую чашку, добавляют углекислый натрий до слабощелочной реакции и выпаривают на водяной бане до объе-

ма около 5 *мл*. Остаток переносят в колбочку Кьельдаля объемом 25 *мл* путем 5-кратного споласкивания фарфоровой чашки безаммиачной дистиллированной водой, беря по 1 *мл* каждый раз; добавляют 1 *мл* 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 *мл* 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 *мл* 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 *мл* испытуемого раствора, не давая раствору растекаться по всей поверхности чашки; с другой стороны перегородки наливают 3 *мл* 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

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

где X — количество мочевины, в *мг/л* вытяжки; a — количество 0,01-н раствора едкого натра, израсходованное

на титрование контроля, *мл*; *б* — количество 0,01-н раствора едкого натра, израсходованное на титрование испытуемого раствора, *мл*; *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*.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ САЛИЦИЛОВОЙ КИСЛОТЫ

Реакция основана на том, что салициловая кислота образует с хлорным железом фиолетовое окрашивание. Окрашивание, по-видимому, обусловлено образованием внутрикомплексных солей.

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 *мл* вытяжки нейтрализуют раствором углекислого натрия, после чего подкисляют 20% раствором серной кислоты, вводя избыток ее приблизительно в 1 *мл*. При необходимости жидкость фильтруют. Переводят раствор в делительную воронку, добавляют 25—50 *мл* 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 получается фиолетовое окрашивание.

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/л*).

Реактивы

1. Нитроционная смесь: растворяют 10 *г* азотнокислого аммония в 10 *мл* 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 *мл* стандартного раствора равен 50 γ стирола.

Ход определения

К 200 *мл* испытуемой вытяжки в делительной воронке прибавляют 10 *мл* перегнанного четыреххлористого углерода и производят извлечение стирола путем неоднократного перевертывания воронки (50—60 раз), повторяют эту операцию троекратно, беря каждый раз по 10 *мл* растворителя. Соединенные вытяжки четыреххлористого углерода помещают в фарфоровую чашечку и испаряют при комнатной температуре до 2—3 капель.

К остатку в чашечке добавляют 1 *мл* 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 *мл* 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.

ТАБЛИЦА 9а

Стандартная шкала для определения стирола

Реактив	Номер пробирки						
	0	1	2	3	4	5	6
Стандартный раствор, *мл*	0	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8
Содержание стирола, в γ	0	15	20	25	30	35	40

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

Для количественного определения стирола в фарфоровые чашечки вносят определенное количество стандартного раствора стирола (табл. 9а) и по 1 *мл* 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 на стр. 16.

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/л*.

Определению мешает присутствие других ароматических соединений.

Реактивы и аппаратура

Стандартный раствор стирола в хлороформе 0,1 *мг/мл*.

Формалинсерный реактив. Смешивают 1 *мл* 37% раствора формальдегида 100 *мл* серной кислоты (плотность 1,84).

Хлороформ, х. ч. 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 *мл*.

Колбы Бунзена.

Фильтры-воронки со стеклянной пористой пластинкой.

Водоструйный насос.

Фотоэлектроколориметр ФЭК-Н-57.

Построение градуировочных графиков

Для построения градуировочных кривых в мерные колбы на 100 *мл* 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 *мл* модельной средой, тщательно перемешивают и далее обрабатывают растворы так же, как вытяжки (см. ход определения). Затем измеряют оптическую плотность окрашенных растворов при $\lambda = 453$ *ммк* (синий светофильтр) и для каждой имитирующей среды строят графики зависимости $D = f(C)$, где C — концентрация стирола (в *мг/л*).

Ход определения

В делительной воронке емкостью 250 *мл* встряхивают 100 *мл* вытяжки с 25 *мл* хлороформа в течение 1 минуты и дают смеси расслоиться. Нижний (хлороформный) слой сливают в делительную воронку емкостью 50 *мл* и вносят в нее пипеткой 5 *мл* 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 по-

мощи 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 $\lambda=453$ *ммк* (синий светофильтр). Концентрацию стирола находят по соответствующему градуировочному графику[1] зависимости $D=f(C)$.

Расчет на стр. 16.

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 $\lambda_{макс}=247$ *ммк* 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 *ммк*.

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

Реактивы и аппаратура

1. Спектрофотометр СФ-4А или другой марки.

2. Стирол, х. ч., перегнанный перед употреблением. В колбу объемом около 100 *мл* с отводной трубкой (типа Вюрца) и пришлифованной пробкой помещают 5—10 *мл* стирола, закрывают притертой пробкой, ставят в глицериновую баню и соединяют с маленьким хо-

[1] При высоких концентрациях стирола (оптическая плотность выше 0,54) можно брать для анализа 25—50 *мл* вытяжки, разбавляя ее до 100 *мл* соответствующей модельной средой.

лодильником Либиха, конец которого опускают в небольшую склянку, имеющую притертую пробку. В глицериновую баню помещают термометр на 200—250° и нагревают ее до температуры 170° С. При этой температуре бани отгоняют 2—3 *мл* стирола, который и используют для приготовления стандартного раствора стирола.

3. Спирт этиловый 96°, перегнанный.

4. Стандартный раствор стирола: в мерную колбу емкостью 25—50 *мл* наливают 10—15 *мл* 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 *мл* раствора. Объем раствора в колбе доводят до метки этиловым спиртом. Из приготовленного раствора (№ 1) [1] в день построения калибровочного графика готовят рабочий стандартный раствор. Для этого в другую колбу емкостью 100 *мл* вливают 15—20 *мл* спирта и вносят такое количество раствора № 1, которое соответствует 1 *мг* стирола. Объем раствора в колбе доводят до метки этиловым спиртом (раствор № 2). 1 *мл* раствора № 2 содержит 0,01 *мг* стирола (или 10 γ).

Построение калибровочного графика

Для построения калибровочного графика в ряд делительных воронок объемом 250 *мл* вносят по 50 *мл* бидистиллированной воды и добавляют следующие количества спиртового рабочего раствора стирола № 2 (1 *мл*=10 γ) : 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,4; 1,8; 2,0 *мл;* затем стенки каждой воронки смывают 50 *мл* 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 *мл* 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 *мл*.

Далее содержимое каждой воронки обрабатывают

---

[1] Раствор № 1 следует хранить в холодильнике.

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 *ммк* в кювете с толщиной слоя 1 *см*. Полученная оптическая плотность соответствует количеству стирола в 1 *мл* гексановой вытяжки (например 0,4γ для раствора из первой делительной воронки).

По полученным данным строят калибровочный график, откладывая на оси абсцисс концентрацию стирола в γ/*мл*, а на оси ординат — оптическую плотность.

Ход определения

100—200 *мл* вытяжки из исследуемого изделия помещают в делительную воронку, добавляют точно 6 *мл* н-гексана и извлекают стирол путем осторожного взбалтывания в течение 3 минут, затем еще добавляют точно 4 *мл* 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) [1].

В другую воронку вносят 100—200 *мл* контрольного модельного раствора, примененного при получении вытяжки из изделия, и обрабатывают его 10 *мл* 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 1 *см* и измеряют оптическую плотность раствора № 3 на спектрофотометре при длине волны 247 *ммк*, 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/л*) высчитывают по формуле:

$$X = \frac{C \cdot 10 \cdot 1000}{V \cdot 1000} = \frac{C \cdot 10}{V},$$

[1] Во избежание попадания в вытяжку воды гексановую вытяжку следует сливать не до конца.

где C — количество стирола в $\gamma/мл$ гексанового экстракта, найденное по калибровочному графику; V — объем вытяжки, взятой для определения стирола, *мл*; 10 — количество гексана, взятого для извлечения стирола из исследуемой вытяжки, *мл*.

Принимая во внимание, что целый ряд других органических веществ может поглощать свет в ультрафиолетовой области спектра при длине волны 247 *ммк*, в случае обнаружения оптической плотности в гексановой вытяжке из исследуемого раствора при длине волны 247 *ммк* 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) *мл* модельного раствора (не контактировавшего с исследуемым изделием), 3 *мл* стандартного раствора стирола (1 $мл = 10\gamma$) 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 *ммк*.

В качестве эталона используют раствор № 4.

Полученные данные выражают графически в виде кривых светопоглощения, откладывая на оси абсцисс длины волны в *ммк*, 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 *ммк*.

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 $\lambda = 246$ *ммк*.

Чувствительность метода 0,025 *мг/л*.

Реактивы и аппаратура

1. Стандартный раствор стирола в 40% этиловом спирте, 0,1 *мг/мл*.

1. Спектрофотометр.

3. Кюветы цилиндрические длиной 50 *мм*.

Построение градуировочного графика

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

Содержание стирола в 40% спиртовых вытяжках находят 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 СФ-4 при $\lambda=248$ *ммк*.

Чувствительность метода 0,05 *мг/л*.

Реактивы и аппаратура

Стандартный раствор стирола в масле, 2,5 *мг/л*.

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 *мл* с пришлифованными пробками.

Цилиндры мерные емкостью 50 *мл* с пришлифованными пробками.

Воронки стеклянные.

Спектрофотометр СФ-4.

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/л*. Затем все растворы при встряхивании последовательно смешивают с 50 *мл* раствора ДЭДТКН в метиловом спирте и 50 *мл* дистиллированной воды и подвергают отгонке (см. ход определения). Измеряют оп-

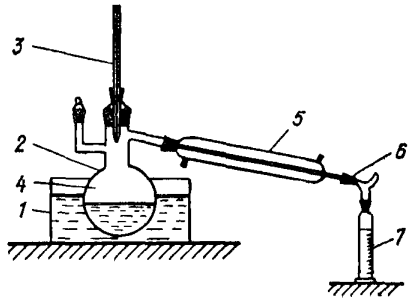


Рис. 6. Перегонная установка со шлифами.

тическую плотность полученных дистиллятов и строят график $D=f(C)$ (рис. 7, кривая 1).

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 $\Delta D=f(C)$ (рис. 7, кривая 2), на котором по оси ординат откладывают разность оптических плотностей пробы и контроля.

Ход определения

В колбу Эрлейнмейера емкостью 250 *мл* помещают 50 *мл* масляной вытяжки, приливают 50 *мл* раствора ДЭДТКН в метиловом спирте и энергично встряхивают колбу с содержимым в течение 1 минуты. Затем добавляют 50 *мл* 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° С, соединяют с холодильником и отгоняют 50 *мл* 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—

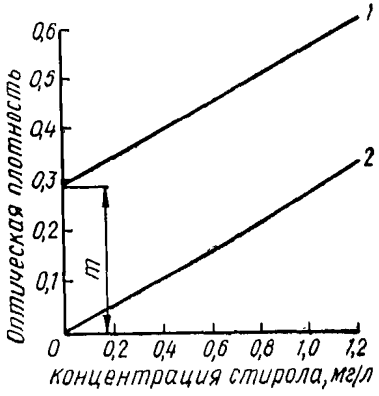


Рис. 7. Градуировочный график для определения стирола в подсолнечном масле.

88° С. Достиллят собирают в мерный цилиндр, а затем переносят в колбу емкостью 50 *мл* с пришлифованной пробкой.

Оптическую плотность дистиллята определяют на спектрофотометре СФ-4 в кварцевых кюветах длиной 50 *мм* (при $\lambda=248$ *ммк*). Оптическую плотность контрольной и исследуемой проб замеряют относительно дважды перегнанного метилового спирта.

Концентрацию стирола в исследуемой масляной вытяжке находят по градуировочному графику $\Delta D=f(C)$ (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 *мл*) чистого масла, 1% раствора ДЭДТКН в метиловом спирте и воды.

Примечание. 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 *мл* метилового спирта.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТРИЭТИЛЕНТЕТРАМИНА С ЭОЗИНОМ К В ВОДНЫХ ВЫТЯЖКАХ

Чувствительность данного метода 0,005 *мг* триэтилентетрамина в колориметрируемом объеме, или 1 *мг/л*.

Реактивы

1. Раствор эозина К: 0,02 *г* эозина К растворяют в 50 *мл* дистиллированной воды, затем 20 *мл* этого раствора разбавляют водой до 50 *мл*.

2. Раствор сернокислой меди: 0,02 *г* сернокислой меди растворяют в 200 *мл* воды.

3. Реакционная смесь: 40 *мл* разбавленного раствора эозина К смешивают с 60 *мл* раствора сернокислой меди.

4. Стандартный водный раствор триэтилентетрамина, содержащий 0,1 *мг* в 1 *мл*.

Ход определения

В колориметрическую пробирку наливают 5 *мл* водной вытяжки из исследуемого изделия, вносят 5 *мл* 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 10

Стандартная шкала для определения триэтилентетрамина в водных вытяжках

Реактив	Номер пробирки							
	0	1	2	3	4	5	6	7
Стандартный раствор триэтилентетрамина (1 *мл*=0,1 *мг*), *мл*	0	0,05	0,10	0,20	0,40	0,60	0,80	1,00
Вода дистиллированная, *мл*	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 на стр. 16.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ УРОТРОПИНА

Реакция основана на разложении уротропина в кислой среде до формальдегида с последующим его определением (стр. 97). Из одной молекулы уротропина образуется 6 молекул формальдегида.

Чувствительность 0,25 *мг/л*.

Реактивы

Кислота фосфорная, 25% раствор.

Ход определения

Водную вытяжку в количестве 100 *мл* подкисляют 20 *мл* 25% фосфорной кислоты и перегоняют с водяным паром, как это описано при определении формальдегида. Отгоняют 150 *мл* дистиллята и проводят в нем определение формальдегида (см. стр. 97).

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФЕНОЛА

Качественное определение фенола

Реакция основана на взаимодействии водного раствора фенола с бромом с образованием кристаллического осадка трибромфенола в форме игл или пучков из игл.

При наличии незначительного количества фенола и при избытке бромной воды выпадает трибромфенол в смеси с бромистым трибромфенолом (под микроскопом иглы и чешуйчатые пластинки).

Чувствительность — уже при концентрации 1 : 50 000 при длительном стоянии выделяется микрокристаллический осадок.

Реактивы

1. Бромная вода, насыщенный раствор.
2. Винная или щавелевая кислота.
3. Эфир серный.
4. Натрий углекислый, насыщенный раствор.

Ход определения

100 *мл* вытяжки помещают в круглодонную колбу прибора емкостью 500 *мл*, снабженную пришлифованной пробкой с двумя Г-образными трубками, конец одной из которых доходит почти до дна колбы, другой за-

канчивается почти под пробкой (конец ее в колбе имеет длину 3—5 *см*). Первая трубка служит для соединения с парообразователем встык, чтобы пар не соприкасался с каучуком (это должно соблюдаться при всех соединениях стеклянных трубок с помощью каучука). Вторая трубка соединяет колбу с шариковым холодильником, поставленным вертикально. Соединение это осуществляется также при помощи пришлифованной к холодильнику пробки, имеющейся на конце трубки. Нижний конец холодильника опускается в приемник — небольшую эрленмейеровскую колбу, содержащую несколько миллилитров дистиллированной воды, соединенную при помощи пробки и Г-образной стеклянной трубки с другой такой же колбой.

Парообразователем может служить большая стеклянная колба емкостью 1,5—2 *л*, приспособленная соответствующим образом для получения пара и снабженная стеклянной трубкой для уравнивания давления.

Когда все части прибора для перегонки с водяным паром подготовлены и соединены (кроме парообразователя), а парообразователь нагрет, колба с объектом исследования помещена в холодную водяную баню, содержимое колбы быстро подкисляют винокаменной или щавелевой кислотой, после чего колбу быстро соединяют с парообразователем и начинают нагревать водяную баню под колбой с объектом исследования и парообразователь. Перегонка должна проводиться по возможности медленно. Отгоняют 100 *мл* дистиллята.

Полученный дистиллят подщелачивают раствором углекислого натрия, переводят в делительную воронку и производят извлечение эфиром. Для этого к раствору прибавляют 10—15 *мл* эфира, воронку перевертывают 40—50 раз, избегая сильного взбалтывания, чтобы не образовалась стойкая эмульсия. Извлечение производят 3 раза. Соединенные эфирные вытяжки фильруют через сухой складчатый фильтр и испаряют в фарфоровой чашечке при комнатной температуре в вытяжном шкафу (огнеопасно!). Остаток после испарения эфира растворяют в 2—3 каплях воды и проводят с ними микрореакцию с бромной водой. Каплю раствора из чашечки переносят на предметное стекло, а затем к ней добавляют каплю бромной воды. При наличии фенола выпадает желтовато-белый осадок; при незначительных количест-

вах фенола осадок выпадает при стоянии через некоторое время (приблизительно 10—15 минут). При рассмотрении под микроскопом видны мелкие иглы, часто группирующиеся в пучки и звездчатые скопления, возможно выпадение вместе с иглами и чешуйчатых пластинок.

При микроскопическом исследовании сравнивают полученные кристаллы с препаратом, приготовленным из разведенного раствора фенола.

Если необходимо, определяют фенол количественно.

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 пара-нитрофенолов. Менее разбавленная кислота дает динитрофенол и тринитрофенолпикриновую кислоту — $C_6H_2(NO_2)_3OH$.

Чувствительность 1 *мг/л*.

Реактивы

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

Ход определения

В стаканчик помещают 10 *мл* дистиллята, прибавляют 10 капель концентрированной азотной кислоты и жидкость доводят до кипения. По охлаждении подщелачивают до щелочной реакции раствором КОН, беря приблизительно на 10 *мл* жидкости 1 *мл* 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. 11.

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 феррацианида калия, являющегося окислителем. При

ТАБЛИЦА 11

Окрашивание при рассматривании сбоку	Окрашивание при рассматривании сверху вниз	Окрашивание при рассматривании сверху вниз под углом 45°	Содержание фенола, в *мг*, в 10 *мл* 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

этом образуется соединение типа индофенола, окрашенное в интенсивный красный цвет. Чувствительность метода 0,5 *мкг* в 5 *мл* вытяжки, или 0,1 *мг/л*.

Реактивы

4-аминоантипирин, 2% водный раствор.

Феррицианид калия, 8% водный раствор.

Буферный раствор: 20 *г* хлорида аммония растворяют в 100 *мл* 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 *мл* наливают 10—15 *мл* дистиллированной воды, взвешивают на аналитических весах, затем помещают кристаллик свежеперегнанного фенола, взвешивают вторично и доводят объем водой до метки. Рассчитывают содержание фенола в 1 *мл* раствора. Из полученного основного раствора соответствующим разбавлением готовят непосредственно перед его использованием раствор, содержащий 5 *мкг/мл* (5 *мг/л*) фенола.

Ход определения

20 *мл* вытяжки нейтрализуют по индикаторным бумажкам растворами едкого натра или серной кислоты и доводят дистиллированной водой до объема 25 *мл* в мер-

ТАБЛИЦА 12

Стандартная шкала для определения фенолов

Реактивы	Номер стандартов							
	0	1	2	3	4	5	6	7
Стандартный раствор фенола, *мл*	0	0,25	0,5	0,75	1,0	1,25	1,5	1,75
Дистиллированная вода, *мл*	5,0	4,75	4,5	4,25	4,0	3,75	3,5	3,25
Буферный раствор	Во все пробирки по 0,5 *мл*							
Раствор феррицианида калия	Во все пробирки по 0,2 *мл*							
Раствор 4-аминоантипирина	Во все пробирки по 0;2 *мл*							
Содержание фенолов в *мкг* в пробе	0	1,25	2,5	3,75	5,0	6,25	7,5	8,75

Расчет на стр. 16.

ной колбе. Из этого раствора отбирают пипеткой 5 *мл* и переносят в пробирку. Одновременно готовят шкалу стандартов (табл. 12). В пробирки шкалы и исследуемой вытяжки добавляют по 0,5 *мл* буферного раствора и по 0,2 *мл* растворов феррицианида 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 *мл* дистиллированной воды, к которой прибавляют все реактивы, введенные в исследуемую вытяжку.

Для количественного определения зависимости оптических плотностей растворов шкалы стандартов (табл. 12) от концентрации фенола в растворе строят градуировочный график: на оси абсцисс откладывают содержание фенола в *мкг*, на оси ординат — оптическую плотность.

Содержание фенола в *мг/л* (X) вычисляют по формуле:

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

где a — количество фенолов, найденное по калибровочному графику или по стандартной шкале в 5 *мл* 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 *мл* вытяжки, или 0,1 *мг/л*.

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 *мл* вытяжки нейтрализуют по индикаторным бумажкам растворами едкого натра или серной кислоты и доводят дистиллированной водой до объема 25 *мл* в

ТАБЛИЦА 13

Стандартная шкала для определения фенола

Реактивы	Номер стандарта								
	0	1	2	3	4	5	6	7	8
Стандартный раствор фенола, *мл*	0	0,25	0,5	0,75	1,0	1,25	1,5	1,75	2,0
Дистиллированная вода, *мл*	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 *мл*								
Диазотированный п-нитроанилин	Во все пробирки по 0,2 *мл*								
Содержание фенола в *мкг* в пробе	0	1,25	2,5	3,75	5,0	6,25	7,5	8,75	10

мерной колбе. Из этого раствора отбирают пипеткой 5 *мл* и переносят в пробирку. Одновременно готовят шкалу стандартов (табл. 13).

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

Для количественного определения зависимости оптической плотности растворов шкалы стандартов (табл. 13) от концентрации фенола строят градуировочный график: на оси абсцисс откладывают содержание фенола в *мкг*, на оси ординат — оптическую плотность.

Расчет на стр. 16.

Содержание фенола в *мг/л* (X) вычисляют по формуле:

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

где a — количество фенолов, найденное по калибровочному графику или по стандартной шкале в 5 *мл* пробы, в *мкг*.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФОРМАЛЬДЕГИДА

Определение формальдегида с фуксиносернистой кислотой (Реакция Шиффа)

Метод основан на дистилляции формальдегида из вытяжки с помощью водяного пара и на его реакции в сильно кислой среде с фуксиносернистой кислотой с образованием сине-фиолетового окрашивания.

Чувствительность метода 0,002 *мг* в колориметрируемом объеме, или 0,6 *мг/л*.

Метод специфичен, другие альдегиды в количестве до 0,3 *мг* (300γ) не мешают определению.

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

Реактивы

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

5 *мл* формалина продажного препарата помещают в мерную колбу на 250 *мл*, доводят содержимое колбы до метки водой и хорошо перемешивают (раствор № 1). 5 *мл* раствора № 1 переносят в коническую колбу с притертой пробкой емкостью 200—250 *мл*, добавляют из бюретки 40 *мл* 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 *мл* 10% соляной или серной кислоты и снова ставят раствор на 10 минут в темное место. По истечении этого времени в раствор вливают 150 *мл* дистиллированной воды и титруют 0,1-н раствором гипосульфита до слабо-желтого цвета раствора. Далее добавляют 1 *мл* 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 *мл* раствора № 1 берут 5 *мл* дистиллированной воды. Разница между количеством гипосульфита (*мл*), израсходованного при титровании в холостом опыте и при титровании испытуемого раствора, соответствует количеству йода (*мл*), израсходованного на окисление формальдегида.

Количество формальдегида (X) в 1 *мл* разбавленного раствора формалина (раствор № 1) высчитывают по следующей формуле:

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

где X — количество формальдегида в 1 *мл* разбавленного раствора формалина (раствор № 1), *мг*; b — количество гипосульфита, израсходованного на титрование ис-

следуемого раствора, *мл*; *а* — количество гипосульфита, израсходованного на титрование в холостом опыте, *мл*; *К* — поправочный коэффициент для приведения концентрации раствора гипосульфита к точно 0,1-н; 1,50 — количество формальдегида, эквивалентное 1 *мл* точно 0,1-н раствора гипосульфита, *мг*.

Далее, исходя из полученных данных, готовят раствор формальдегида с содержанием 0,1 *мг* в 1 *мл*.

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

Раствор сохраняется в течение 1,5 месяца.

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

2. Йод, 0,1-н раствор.

3. Гипосульфит натрия ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$), 0,1-н раствор.

4. Фуксиносернистая кислота (реактив Шиффа). 0,025% водный раствор основного фуксина готовят из растертого в порошок кристаллического препарата путем растворения взятой навески в горячей воде. Раствор фильтруют теплым. После охлаждения в раствор пропускают слабый ток сернистого ангидрида до слабо-розовой окраски раствора, после чего раствор оставляют до следующего дня. Если обесцвечивания раствора не наступает в течение суток, добавляют к раствору по каплям водный раствор сернистого ангидрида до обесцвечивания или до слабого розового оттенка (избыток сернистого ангидрида неблагоприятно сказывается на чувствительности реакции).

Реактив хранят в темной склянке с хорошо притертой пробкой. Сернистый газ получают следующим способом: в колбу с отводной трубкой наливают концентрированную серную кислоту, закрывают пробкой с капельной воронкой, содержащей 40% раствор кислого сернистокислого натрия. При добавлении раствора кислого сернистокислого натрия по каплям к серной кислоте получают непрерывный ток сернистого газа.

Для получения водного раствора сернистой кислоты ток сернистого газа пропускают через две склянки, из которых первая содержит 300 *мл* прокипяченой дистиллированной воды, а вторая — 200 *мл*. Склянки охлаждают проточной водой или водой со льдом.

Реактив должен быть бесцветным или слегка желтоватым.

5. Натр едкий, 30% водный раствор.

6. Крахмал, 0,5% раствор (свежеприготовленный и отфильтрованный).

7. Соляная кислота, концентрированная (уд. в. 1,19).

8. Соляная кислота 10%.

Ход определения[1]

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

5 *мл* дистиллята переносят в колориметрическую пробирку. Одновременно готовят шкалу стандартов (табл. 14).

В пробирки шкалы и исследуемого раствора приливают по 0,5 *мл* концентрированной соляной (уд. вес 1,19) и по 1 *мл* фуксиносернистой кислоты, содержимое перемешивают и оставляют на 40—50 минут.

При наличии формальдегида образуется интенсивное синее или сине-фиолетовое окрашивание. Интенсивность

ТАБЛИЦА 14

Стандартная шкала для определения формальдегида с фуксиносернистой кислотой

Реактив	Номер пробирки					
	0	1	2	3	4	5
Стандартный раствор (1 *мл*=0,01 *мг*), *мл*	0	0,20	0,40	0,60	0,80	1,00
Дистиллированная вода, *мл*	5,0	4,8	4,6	4,4	4,2	4,0
Содержание формальдегида, *мг*	0	0,002	0,004	0,006	0,008	0,01

[1] В водной и уксуснокислых вытяжках формальдегид определяют без отгона.

полученной окраски в испытуемой пробирке сравнивают со стандартной шкалой.

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

Расчет на стр. 16.

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 ($C_6H_5 \cdot NH_2 \cdot HCl$), 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 (стр. 95) и в полученном дистилляте проводят его определение.

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

При незначительных количествах формальдегида (1—10 *мкг* в 10 *мл*) раствор имеет окраску от желтовато-розовой до интенсивно-розовой.

Чувствительность 0,1 *мг/л*.

При испытании уксуснокислой вытяжки рекоменду-

ТАБЛИЦА 15

Приближенное определение формальдегида с помощью солянокислого фенилгидразина

Окрашивание при рассматривании сбоку	Окрашивание при рассматривании сверху вниз	Окрашивание при рассматривании сверху вниз под углом 45°	Содержание формальдегида в *мг/л*
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	0,5
Интенсивно розовое	Розовое с красноватым оттенком	Розовато-красное	0,9

ется проводить холостой опыт с модельным раствором при равных условиях проведения реакции с вытяжкой для исключения возможного наличия уксусного альдегида в уксусной 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. 15.

Определение формальдегида в вытяжках [1] 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 0,2γ в колориметрируемом объеме, или 0,1 *мг/л*.

[1] В водной и уксусной вытяжках формальдегид определяют без отгона (см. стр. 99).

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.

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. Приготовление на 93 стр.

Ход определения

100 *мл* испытуемой вытяжки помещают в круглодонную колбу аппарата для перегонки с водяным паром и далее проводят дистилляцию, как указано на стр. 95

3,0 *мл* дистиллята переносят в колориметрическую пробирку с притертой пробкой, приливают 0,4 *мл* 1% водного раствора хромотроповой кислоты, 1,7 *мл* 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.

ТАБЛИЦА 16

Стандартная шкала для определения формальдегида с хромотроповой кислотой

Реактив	Номер пробирки					
	0	1	2	3	4	5
Стандартный раствор формальдегида (1 *мл*=0,001 *мг*=1 γ), *мл*	0	0,20	0,40	0,60	0,80	1,00
Дистиллированная вода, *мл*	3,0	2,8	2,6	2,4	2,2	2,00
Содержание формальдегида в γ	0	0,2	0,4	0,6	0,8	1,00

Расчет на стр. 16

В зависимости от содержания формальдегида появляется более или менее интенсивное красно-фиолетовое окрашивание, которое сравнивают со стандартной шкалой (табл. 16), 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. 16).

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

1. Стандартный раствор формальдегида. Приготовление на стр. 93.

2. Хромотроповая кислота. Приготовление см. на стр. 98.

Ход определения

2 *мл* уксуснокислой или водной вытяжки переносят в стеклянную пробирку с притертой пробкой. В 6 таких же пробирках готовят стандартную шкалу, как указано в табл. 17.

Во все пробирки шкалы и пробы добавляют по 0,4 *мл* 1% раствора хромотроповой кислоты или ее динатриевой соли, перемешивают и добавляют 1,7 *мл* концентрированной серной кислоты. Пробирки закрывают пробками, перемешивают содержимое пробирок и помеща-

ТАБЛИЦА 17

Стандартная шкала для определения формальдегида

Реактив	Номер пробирки					
	0	1	2	3	4	5
Стандартный раствор формальдегида (1 *мл*=0,001 *мг*==1γ), *мл*	0	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0
Уксусная кислота, 1% раствор, *мл*	2,0	1,8	1,6	1,4	1,2	1,0
Содержание формальдегида, в γ	0	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0

ТАБЛИЦА 18

Стандартная шкала для определения формальдегида

Реактив	Номер пробирки						
	0	1	2	3	4	5	6
Стандартный раствор формальдегида (1 *мл*=0,01 *мг*=—10γ), *мл*	0	0,05	0,10	0,20	0,30	0,40	0,50
Уксусная кислота, 1% раствор, *мл*	2,00	1,95	1,90	1,80	1,70	1,60	1,50
Содержание формальдегида, в γ	0	0,5	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0

ют их в кипящую водяную баню на 30 минут. 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. 17 или 18).

При высоком содержании формальдегида готовят вторую шкалу, как указано в табл. 18.

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

Расчет на стр. 16.

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 *мл* дистиллированной воды.
5. Глицерин.

Ход определения

100 *мл* 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 (стр. 52).

Чувствительность метода 2 *мг/л*.

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 2γ в колориметрируемом объеме (0,2 *мг/л*).

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 *мл* 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 *мл* концентрированной серной кислоты и стеклянной палочкой тща-

тельно перемешивают содержимое стаканчика. После того как все будет тщательно перемешано, навеску ОП-10 в серной кислоте переносят через воронку в мерную колбу емкостью 25 *мл*, смывая стаканчик 10—15 *мл* 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/мл*.

Путем соответствующего разведения готовят стандартные растворы с содержанием 0,1 *мг* в 1 *мл* и 0,01 *мг* в 1 *мл* ОП-10.

Ход определения

25 *мл* водной вытяжки выпаривают досуха на водяной бане в фарфоровой чашечке. К сухому остатку приливают 2 *мл* концентрированной серной кислоты, обмывая всю поверхность чашечки. 1 *мл* раствора переносят в колориметрическую пробирку. Одновременно готовят стандартную шкалу, как указано в табл. 19.

Во все пробирки шкалы и испытуемых проб наливают по 0,2 *мл* 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 на стр. 16.

ТАБЛИЦА 19

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 *мл*), *мл*	—	—	—	—	—	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0
Стандартный раствор ОП-10 (0,01 *мг* ОП-10 в *мл*), *мл*	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0	—	—	—	—	—
Серная кислота, *мл*	0,8	0,6	0,4	0,2	0	0,8	0,6	0,4	0,2	0
Содержание ОП-10, γ	2	4	6	8	10	20	40	60	80	100

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭПИХЛОРГИДРИНА

Определение эпихлоргидрина с фуксиносернистой кислотой

Метод основан на дистилляции эпихлоргидрина из вытяжек с помощью водяного пара и на способности его окисляться иодной кислотой с образованием формальдегида, определяемого с фуксиносернистым реактивом.

Чувствительность метода 0,01 *мг* эпихлоргидрина в колориметрируемом объеме.

Определению мешают формальдегид, окись этилена, этиленгликоль, этиленхлоргидрин.

Реактивы

1. Периодат калия (KJO_4) или натрия ($NaJO_4$), 3% раствор в 5% растворе серной кислоты. Периодат калия растворяется при нагревании до кипения.

2. Серная кислота, 1 : 3.

3. Сульфит натрия ($Na_2SO_3 \cdot 7H_2O$), 10% раствор, свежеприготовленный.

4. Фуксиносернистая кислота (реактив Шиффа). Приготовление см. на стр. 94.

5. Стандартный раствор эпихлоргидрина Готовят основной раствор: в мерную колбу на 50 *мл* наливают 20—25 *мл* 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 *мл* раствора.

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

Ход определения

100 *мл* исследуемой вытяжки помещают в круглодонную колбу аппарата для перегонки с водяным паром емкостью около 300 *мл* и отгоняют 50 *мл* дистиллята. Колба с дистиллятом при перегонке должна быть погружена в воду со льдом.

К 5,0 *мл* дистиллята в колориметрической пробирке с притертой пробкой приливают 1 *мл* серной кислоты

ТАБЛИЦА 20

Стандартная шкала для определения эпихлоргидрина

Реактив	Номер пробирки					
	0	1	2	3	4	5
Стандартный раствор эпихлоргидрина (1 *мл* = 0,1 *мл*), *мл*	0	0,10	0,20	0,30	0,40	0,50
Дистиллированная вода, *мл*	5,0	4,90	4,80	4,70	4,60	4,50
Содержание эпихлоргидрина, *мг*	0	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05

Расчет на стр. 16.

(1 : 3) и 0,25 *мл* 3% раствора периодата калия. Пробирку закрывают пробкой, содержимое перемешивают и ставят в кипящую водяную баню на 5 минут для окисления эпихлоргидрина. По охлаждении содержимого пробирки избыток иодной кислоты разрушают 10% сульфитом натрия, добавляя его по каплям до обесцвечивания выделившегося йода, затем прибавляют 1 *мл* фуксиносернистого реактива, содержимое пробирки перемешивают и через 40 минут — 1 час измеряют интенсивность сине-фиолетового окрашивания, пользуясь стандартной шкалой (табл. 20), приготовленной одновременно с пробой в аналогичных условиях. Параллельно необходимо ставить контрольный опыт с реактивами при тех же условиях.

Определение эпихлоргидрина с хромотроповой кислотой в водной, солевой (NaCl) и винокислой 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 ($Na_2SO_3 \cdot 7H_2O$), 10% водный раствор, свежеприготовленный.

4. Хромотроповая кислота или ее динатриевая соль. 0,15 *г* реактива растворяют в 5 *мл* 10% раствора серной кислоты, затем прибавляют 125 *мл* серной кислоты (уд. в. 1,83—1,84), если нужно, фильтрую через стеклянный фильтр. Свежеприготовленный раствор.

5. Стандартный раствор эпихлоргидрина. Приготовление см. на стр. 103.

Ход определения

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

ТАБЛИЦА 21

Стандартная шкала для определения эпихлоргидрина

Реактив	Номер пробирки							
	0	1	2	3	4	5	6	7
Стандартный раствор эпихлоргидрина (0,02 *мг/мл*), *мл*	0	0,05	0,1	0,2	0,3	0,4	0,6	0,8
Дистиллированная вода, *мл*	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

вают 2,5 *мл* раствора хромотроповой кислоты, осторожно перемешивают. Пробирку помещают в кипящую водяную баню на 30 минут. К охлажденному раствору приливают 3 *мл* 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. 21), приготовленной одновременно с пробой в аналогичных условиях. Параллельно необходимо ставить контрольный опыт с реактивами при тех же условиях.

Расчет на стр. 16.

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 фуксиносернистой или хромотроповой кислоты.

Метод специфичен в присутствии метилового и этилового спирта.

Дистилляция этиленгликоля из вытяжек

В круглодонную колбу аппарата (рис. 8) емкостью 100 *мл* помещают 20 *мл* исследуемой вытяжки и приливают 50 *мл* 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 *мл* дистиллята.

По окончании перегонки прибор разбирают. Дистиллят из ловушки переносят в делительную воронку, отделяют водный слой от бензола и определяют в водном

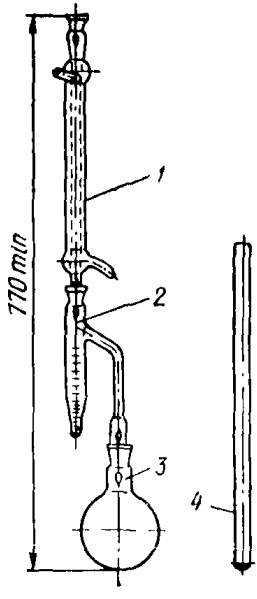


Рис. 8 Прибор для дистилляции этиленгликоля.

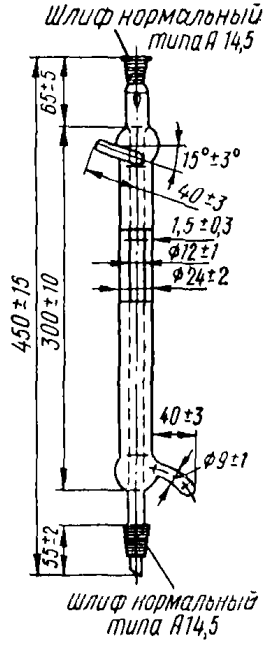


Рис. 10. Холодильник к прибору для дистилляции этиленгликоля.

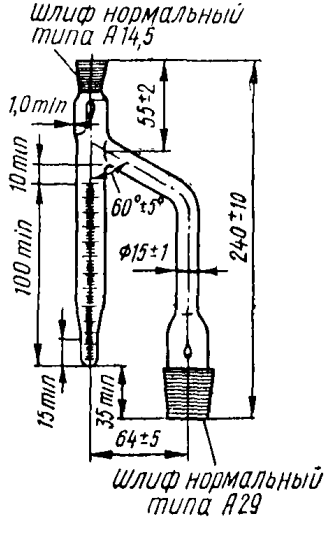


Рис 9. Приемник-ловушка к прибору для дистилляции этиленгликоля

слое этиленгликоль с фуксиносернистой или хромотроповой кислотами (рис. 9, 10).

Определение этиленгликоля с фуксиносернистой кислотой

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

Метод позволяет обнаружить содержание этиленгликоля в количестве 0,008 *мг* или 8γ в колориметрируемом объеме, или 0,8 *мг/л*.

Реактивы

1. Периодат калия (KJO_4) или натрия ($NaJO_4$), 3% раствор в 5% растворе серной кислоты. Периодат натрия растворяют в серной кислоте на холоду, периодат калия — при нагревании до кипения.

2. Серная кислота, 5% раствор (по объему).

3. Сульфит натрия ($Na_2SO_3 \cdot 7H_2O$), 10% раствор, свежеприготовленный.

4 Фуксиносернистый реактив. Приготовление см. на стр. 94.

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 месяцев.

ТАБЛИЦА 22

Стандартная шкала для определения этиленгликоля

Реактив	Номер пробирки				
	0	1	2	3	4
Стандартный раствор этиленгликоля, *мл*	0	0,40	0,60	0,80	1,00
Дистиллированная вода, *мл*	5,00	4,60	4,40	4,20	4,00
Содержание этиленгликоля, *мг*	0	0,008	0,012	0,016	0,02

Ход определения

5 *мл* дистиллята вносят в колориметрическую пробирку с притертой пробкой. Одновременно готовят шкалу стандартов (табл. 22).

В пробирки шкалы и исследуемого раствора приливают по 1 *мл* 5% раствора серной кислоты и по 0,25 *мл* 3% раствора периодата калия или натрия. Содержимое пробирок встряхивают и оставляют на 30 минут. Затем избыток иодной кислоты разрушают 10% раствором сульфита натрия, добавляя его по каплям до обесцвечивания выделившегося иода. Далее добавляют по 1 *мл* фуксинсернистой кислоты. Содержимое пробирок перемешивают и оставляют стоять на 30—40 минут.

В присутствии этиленгликоля в зависимости от его количества появляется более или менее интенсивная фиолетовая или голубая окраска. Интенсивность окраски исследуемого раствора сравнивают со шкалой.

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

Расчет на стр. 16.

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 1γ) 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 *мл* воды. Пригоден к употреблению в течение трех суток.

4. Хромотроповая кислота или ее динатриевая соль. Приготовление см. на стр. 105.

5. Стандартный раствор этиленгликоля. Приготовление см. на стр. 108.

Ход определения

2 *мл* дистиллята (стр. 106) переносят в колориметрическую пробирку. Одновременно готовят шкалу стандартов (табл. 23). В пробирки шкалы и в пробирку с дистиллятом добавляют по 0,5 *мл* серной кислоты (1 : 1) и по 0,3 *мл* 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 добав-

ТАБЛИЦА 23

Стандартная шкала для определения этиленгликоля

Реактив	Номер пробирки							
	0	1	2	3	4	5	6	7
Стандартный раствор этиленгликоля (1 *мл* = =0,01 *мг*), *мл*	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

ляют осторожно по каплям до исчезновения окраски раствора от выделившегося йода (избегать избытка, сульфит натрия мешает реакции), затем приливают по 2,5 *мл* 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 *мл* 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 на стр. 16.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ, ВХОДЯЩИХ В РЕЦЕПТУРУ ИССЛЕДУЕМОГО ИЗДЕЛИЯ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЖЕЛЕЗА

Реакция основана на взаимодействии в сильно кислой середе окисного железа и роданида аммония с образованием окрашенного в красный цвет роданида железа — $Fe(CNS)_3$.

Реактивы

1. Аммиак, 10% раствор.
2. Аммоний роданистый, 50% раствор.
3. Кислота соляная, концентрированная.
4. Кислота соляная, 10% раствор.
5. Пергидроль.

Ход определения

К 10 *мл* вытяжки, доведенной до нейтральной реакции по лакмусу, с помощью разведенной соляной кислоты или раствора аммиака прибавляют при взбалтывании 5 капель концентрированной соляной кислоты, 2—3 капли пергидрола, затем приливают 0,2—0,5 *мл* 50% роданистого аммония и перемешивают. Появление красного окрашивания указывает на наличие солей железа.

Необходимо проверить реактивы на отсутствие в них железа.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЛЬЦИЯ

Определение основано на осаждении щавелевокислого кальция и идентификации последнего с помощью одной

из характерных реакций на кальций — осаждения кристаллов гипса ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$).

Открываемый минимум — 1γ кальция.

Реактивы

1. Аммиак, 10% раствор.
2. Аммоний щавелевокислый, насыщенный раствор.
3. Кислоты: соляная концентрированная; соляная, 10% раствор; соляная, 1% раствор; серная, 1—2-н; уксусная, 20% раствор; уксусная, 10% раствор.
4. Метилрот: 0,1 *г* метилрота растворяют в 60 *мл* этилового спирта и добавляют дистиллированную воду до 100 *мл*.

Ход определения

50 *мл* вытяжки выпаривают в фарфоровой чашке на водяной бане досуха и сухой остаток осторожно озоляют. Золу смачивают несколькими каплями бидистиллята, добавляют 1—2 *мл* концентрированной соляной кислоты и выпаривают досуха. Обработку осадка соляной кислотой повторяют 2—3 раза.

Сухой остаток растворяют в 1—2 *мл* 1% *соляной* кислоты и переносят в центрифужную пробирку, чашку промывают 2—3 *мл* бидистиллята и присоединяют к раствору в пробирке. Если содержимое пробирки мутное, муть отделяют центрифугированием. Прозрачный раствор (3—5 *мл*) переносят в чистую пробирку, добавляют каплю метилрота и по каплям 10% раствор аммиака до слабо-желтого окрашивания. Если при этом образуется муть, ее растворяют путем добавления 20% уксусной кислоты (добавляя по каплям до слабо-розового цвета раствора).

Пробирку с раствором помещают в кипящую водяную баню, через 5—10 минут прибавляют 1—2 *мл* горячего раствора щавелево-кислого аммония и оставляют пробирку в горячей бане (при слабом подогреве) на 15—30 минут. При наличии в исследуемом растворе кальция образуется белый осадок щавелевокислого кальция. Осадок отделяют центрифугированием, растворяют при нагревании в 10% растворе соляной кислоты, затем с полученным раствором проводят микрореакцию следующим способом.

Каплю прозрачного раствора переносят на предмет-

ное стекло, осторожно выпаривают на маленьком пламени горелки. Остаток после выпаривания растворяют в капле 10% раствора уксусной кислоты и наносят рядом каплю 10% серной кислоты; дают каплям натечь друг на друга или соединяют их тонкой стеклянной нитью.

В присутствии солей кальция тотчас или через несколько минут, в зависимости от количества кальция в растворе, выпадают кристаллы гипса ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$) в виде длинных игл, часто группирующихся в пучки, снопики, звездчатые и веерообразные скопления.

При незначительных количествах кальция кристаллизация происходит медленно и главным образом по периферии капли. При более высоких концентрациях через некоторое время возможно выпадение, кроме игл, ромбических пластинок, двойников с входящим углом в виде ласточкина хвоста и Х-образных двойников.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОБАЛЬТА

Роданомеркуриат аммония — $(NH_4)_2Hg(SCN)_4$ — образует с солями кобальта кристаллическое соединение — $Co[Hg(SCN)_4]$, окрашенное в синий цвет. Чувствительность реакции 0,2γ кобальта.

Реактивы

1. 3 *г* сулемы и 3,3 *г* роданистого аммония растворяют в 3 *мл* H_2O. Этот реактив используется также для открытия меди, кадмия и цинка.
2. Уксусная кислота, 1 : 50.
3. Соляная кислота, 1 : 1.
4. Соляная кислота, 1% раствор.

Ход определения

50 *мл* вытяжки выпаривают в фарфоровой чашке на водяной бане досуха, полученный остаток осторожно озоляют. Золу растворяют в соляной кислоте (1 : 1) и выпаривают досуха.

Остаток после выпаривания растворяют при нагревании в возможно малом количестве 1% раствора соляной кислоты. При наличии нерастворимого осадка его отделяют центрифугированием. Фильтрат выпаривают досуха (удаление HCl), остаток растворяют в нескольких

каплях воды и проводят микрореакцию на кобальт с ртутно-родановым реактивом (реактив № 1) на образование роданисто-ртутно-кобальтовой соли.

Для этого каплю раствора из чашки переносят на предметное стекло и осторожно выпаривают на стекле досуха, после чего на полученный остаток после выпаривания наносят еще каплю, снова выпаривают и т. д. (наслаивание капель).

Полученный таким образом остаток после выпаривания на стекле растворяют в капле уксусной кислоты (1 : 50), наносят рядом небольшую каплю ртутно-роданового реактива и дают каплям натечь друг на друга. При наличии соли кобальта выпадают интенсивно-синие кристаллы роданисто-ртутно-кобальтовой соли $Co[Hg(SCN)_4]$ ромбической системы. Эти кристаллы по большей части соединяются в неодинаковые группы, образуя шиповидные шарики, розетки, неправильные треугольники, иногда и кустики. Незначительные количества никеля не мешают реакции, но уже в 10-кратном количестве, превышающем кобальт, вредят реакции. При наличии меди одновременно с синими кристаллами роданисто-ртутно-кобальтовой соли выпадают и желто-зеленые кристаллы роданисто-ртутно-медной соли. При значительных количествах цинка и кадмия и при наличии меди выпадают смешанные кристаллы буро-фиолетовой окраски. В присутствии только цинка или кадмия выпадают смешанные кристаллы светло-синего цвета.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КРЕМНЕКИСЛОТЫ

Кремневая кислота с молибдатом аммония образует аммонийную соль кремнемолибденовой кислоты ($(NH_4)_4SiMa_{12}O_{40}$), которая окисляет бензидин до синего хиноидного продукта при одновременном восстановлении молибдена до «молибденовой сини».

Чувствительность реакции 0,1γ SiO_2.

Фосфорная и мышьяковая кислоты мешают реакции. Однако аммонийная соль кремнемолибденовой кислоты растворима в азотной кислоте, тогда как аммонийные соли мышьяковомолибденовой и фосфорномолибденовой кислот нерастворимы в ней и могут быть отделены.

Реактивы

1. Молибдат аммония: 5 *г* молибдата аммония растворяют на холоду в 100 *мл* воды и раствор приливают к 35 *мл* азотной кислоты (уд. в. 1,2).

2. Бензидин: 0,5 *г* бензидина или хлоргидрата бензидина растворяют в 10 *мл* концентрированной уксусной кислоты и разбавляют водой до 10 *мл*.

3. Ацетат натрия, насыщенный раствор.

4. Азотная кислота, 6-н раствор.

5. Щавелевая кислота, 1% раствор.

Ход определения

В платиновый тигель помещают 1 каплю исследуемого раствора (кислотность раствора не должна быть выше 0,5-н), добавляют каплю раствора молибденовокислого аммония и нагревают на небольшом пламени горелки до кипения. Далее тигель охлаждают, добавляют 1 каплю раствора бензидина и 1—2 капли раствора ацетата натрия. При наличии кремневой кислоты появляется синее окрашивание.

Выполнение реакции в присутствии фосфат-иона: 1—2 капли исследуемого раствора помещают в центрифужную пробирку, добавляют 2—3 капли раствора молибдата аммония, нагревают на небольшом пламени до кипения, добавляют 2—3 капли 6-н раствора азотной кислоты и центрифугируют. Прозрачную жидкость сливают в платиновый тигель и осторожно нагревают на сетке на маленьком пламени горелки до кипения. После охлаждения к содержимому тигля добавляют 2—3 капли 1% раствора щавелевой кислоты, 1—2 капли раствора бензидина и 2—3 капли раствора ацетата натрия. Появление синего окрашивания укажет на присутствие кремневой кислоты.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАРГАНЦА

Метод основан на окислении марганца персульфатом аммония до марганцевой кислоты в присутствии катализатора $AgNO_3$.

Присутствие хлоридов, бромидов, йодидов и других анионов, связывающих серебро или разрушающих MnO_4, мешает реакции.

Чувствительность реакции очень велика. По Ф. Файглю, можно открыть 0,1γ марганца (в капле раствора 1 : 500 000).

Реактивы

1. Аммоний персульфат [$(NH_4)_2 S_2O_8$], 50% раствор, свежеприготовленный.
2. Кислоты: азотная концентрированная; серная, 20% раствор.
3. Пергидроль.
4. Серебро азотнокислое, 0,1-н раствор.

Ход определения

50 *мл* вытяжки выпаривают в фарфоровой чашке на водяной бане досуха. Сухой остаток осторожно озоляют (до получения золы белого или серовато-белого цвета). Для ускорения озоления золу можно обработать пергидролем. Золу для удаления хлоридов смачивают концентрированной азотной кислотой и выпаривают на водяной бане досуха. Обработку золы азотной кислотой повторяют. Далее к золе добавляют 5 *мл* 20% серной кислоты и выпаривают до 1 *мл*. Обработку серной кислотой повторяют 2 раза. К содержимому фарфоровой чашки добавляют 1—2 *мл* бидистиллята, затем и раствор переносят в центрифужную пробирку. Если раствор мутный, его центрифугируют. К прозрачному раствору, собранному в чистую пробирку, добавляют 1 *мл* 0,1-н раствора азотнокислого серебра и 1 *мл* 50% водного раствора персульфата аммония (свежеприготовленного), взбалтывают и помещают в кипящую водяную баню на 15 минут, после чего охлаждают в струе холодной воды. В присутствии марганца появляется розово-фиолетовая окраска (образование марганцевой кислоты).

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЫШЬЯКА

(ГОСТ 5512 — Продукты и напитки пищевые и вкусовые. Методы определения мышьяка)

Реактивы

1. Гидразинсульфат.
2. Кислота азотная концентрированная и 10% раствор.

3. Кислота серная концентрированная и 1 : 4 (по объему), не содержащая мышьяка.

4. Мышьяк, стандартный раствор: 13,2 *мг* перекристаллизованного и очищенного возгонкой мышьяковистого ангидрида растворяют в небольшом количестве 10% раствора едкого натра; раствор переводят в колбу Кьельдаля емкостью 100 *мл*, смывают остаток из стаканчика небольшим количеством дистиллированной воды в ту же колбу, добавляют 10 *мл* концентрированной серной кислоты (без мышьяка) и содержимое колбы нагревают, укрепив последнюю на штативе, до появления паров серной кислоты; затем раствор охлаждают и, добавив к нему 0,1 *г* гидразинсульфата через стеклянную трубку, не доходящую до содержимого колбы на несколько сантиметров, нагревают до кипения, которое поддерживают в течение 10 минут; охлажденный раствор количественно переводят в мерную литровую колбу и добавляют дистиллированную воду до метки; 1 *мл* такого раствора содержит 0,01 *мг*, или 10γ мышьяка.

5. Олово хлористое в кристаллах.

6. Парафин, 5% раствор в петролейном эфире.

7. Реактив антипириновый: 1 *г* чистого антипирина и 2 *г* йодистого калия растворяют в 30 *мл* дистиллированной воды.

8. Ртуть бромная, 5% спиртовый раствор. Продажную бромную ртуть очищают возгонкой. Для этого ее помещают в фарфоровую чашку и, покрыв воронкой, нагревают на песчаной бане; для охлаждения наружной поверхности воронки ее покрывают слоем мокрой фильтровальной бумаги. Бромная ртуть возгоняется и осаждается на холодных стенках воронки в виде белых игл, 2,5 *г* очищенной бромной ртути растворяют в 50 *мл* этилового спирта.

9. Свинец уксуснокислый, 5% раствор.

10. Спирт этиловый.

11. Цинк металлический без мышьяка.

12. Эфир петролейный.

13. Эфир серный.

14. Бромно-ртутные полоски: беззольные фильтры разрезают на полоски необходимых размеров, один конец полоски смачивают спиртовым раствором бромной ртути путем погружения ее в раствор; удаляют избыток раствора с полоски встряхиванием и укладывают на

стеклянные палочки для досушивания. Сухие бромно-ртутные бумажки хранят в темной склянке с хорошо притертой пробкой в темном месте.

Все применяемые реактивы и модельные растворы должны быть испытаны на отсутствие в них мышьяка (холостой опыт).

Прибор для выделения мышьяка. Прибор представляет собой колбу А объемом около 50 *мл* с вертикальной насадкой. Насадка состоит из хорошо пришлифованной к колбе А стеклянной трубки Б длиной 50—70 *мм*, с диаметром просвета 6—7 *мм* и стеклянной трубки В длиною 30—40 *мм*, с диаметром просвета 2—2,5 *мм*, хорошо пришлифованной к верхнему концу трубки Б. Для конструирования прибора можно пользоваться обыкновенной конической колбой объемом около 50 *мл*, причем отдельные части прибора соединяются с помощью резиновых пробок, в отверстие которых вставляют трубки указанных размеров.

Для поглощения могущего образоваться сероводорода в трубку Б помещают комочек ваты, предварительно смоченный 5% раствором уксуснокислого свинца, отжатый затем между листами фильтровальной бумаги и разрыхленный. Нижний конец трубки Б закрывают рыхлым комочком сухой гигроскопической ваты.

Для фиксации мышьяка в трубку В помещают полоску бромно-ртутной бумажки, наружный конец которой, выступающий свободно из трубки В, загибают для удержания полоски в просвете трубки В. Бромно-ртутные полоски во всех приборах помещают на одинаковую глубину, кроме того, они должны занимать одинаковое положение по отношению к стенкам трубок В.

Одновременно с определением мышьяка готовят эталоны, имея минимум 6 вышеописанных приборов.

Качественное определение мышьяка цинкокислотным методом

Метод основан на восстановлении пятивалентного мышьяка в трехвалентный, а затем в мышьяковистый водород, дающий окрашенное соединение с полоской бромно-ртутной бумаги.

Реакция неспецифична для мышьяка. Сероводород и фосфористый водород дают аналогичную реакцию.

Сурьмянистый водород вызывает желтое или серое окрашивание при количествах свыше 0,1 *мг* на определение.

Ход определения

25 *мл* исследуемого раствора переносят в колбу А прибора для выделения мышьяка, добавляют равный объем разведенной (1 : 4) серной кислоты. Далее добавляют 0,2 *г* хлористого олова в кристаллах, 2 *г* цинка и тотчас же закрывают колбу насадкой, содержащей бромно-ртутную полоску, помещают колбу в холодную воду и ставят в темное место.

Если в течение часа при хорошей реакции между цинком и серной кислотой (о чем судят по пузырькам газа) бромно-ртутная полоска остается без изменения, реакцию считают отрицательной, а неорганический мышьяк в исследуемой вытяжке — не обнаруженным.

При наличии мышьяка бромно-ртутная полоска окрашивается в желтовато-бурый цвет.

При положительной качественной реакции проводят количественное определение мышьяка.

Количественное определение мышьяка

Метод основан на мокрой минерализации органического вещества с помощью серной и азотной кислот с последующим восстановлением пятивалентного мышьяка в трехвалентный, а затем в мышьяковистый водород, дающий окрашенное соединение с полоской бромно-ртутной бумаги. Интенсивность окраски сравнивают с окраской полосок, полученных из растворов с известным количеством мышьяка (от 0,001 до 0,01 *мг*).

Минерализация органического вещества. 100 *мл* вытяжки из исследуемого образца переносят в фарфоровую чашку, добавляют едкий натр (10% раствор) до щелочной реакции по лакмусу, выпаривают на кипящей водяной бане до небольшого объема (10—15 *мл*) и переводят с помощью 15 *мл* 10% азотной кислоты в колбу Кьельдаля объемом около 25 *мл*. Колбу с исследуемым веществом помещают на асбестовую сетку, укрепляют на штативе и добавляют осторожно 10 *мл* серной кислоты (концентрированной).

Если исследуемая вытяжка содержит сахаристые ве-

щества, колбу с исследуемым веществом после добавления азотной кислоты помещают в баню с холодной водой, добавляют осторожно при перемешивании, небольшими порциями 10 *мл* концентрированной серной кислоты и оставляют в холодной воде на 20—30 минут. Затем колбу переносят на асбестовую сетку с отверстием, закрытым листочком асбеста.

Выше колбы Кьельдаля на том же штативе укрепляют делительную воронку, наливают в нее концентрированную азотную кислоту, устанавливают носик воронки над центром колбы и нагревают содержимое колбы до кипения. Во время нагревания, при котором вначале выделяются пары воды, а затем красно-бурые окислы азота, пламя горелки регулируют так, чтобы вся колба представлялась окрашенной в красно-бурый цвет выделяющимися окислами азота.

Если по окончании выделения окислов азота жидкость в колбе начнет темнеть, в колбу, не прекращая нагревания, добавляют азотную кислоту из делительной воронки по каплям, отрегулировав кран воронки так, чтобы в минуту вытекало 6—8 капель кислоты. Через 15—20 минут добавление азотной кислоты прекращают, вынимают из-под колбы асбестовый листочек и содержимое колбы кипятят до появления густых белых паров серной кислоты, после чего кипятят еще 10 минут. Если в течение этого времени жидкость остается бесцветной, то считают минерализацию органического вещества законченной. Если же начинается потемнение жидкости (обугливание органического вещества), то добавляют в колбу азотную кислоту из делительной воронки и продолжают минерализацию, как указано выше.

После полной минерализации органического вещества (узнаваемой по отсутствию потемнения жидкости при 10-минутном кипячении, считая с появления густых белых паров серной кислоты) бесцветную или светло-желтую жидкость охлаждают, разбавляют равным количеством воды и кипятят до появления паров серной кислоты с целью удаления связанных окислов азота.

Восстановление пятивалентного мышьяка в трехвалентный. После удаления связанных окислов азота в колбу Кьельдаля к охлажденной жидкости добавляют 0,2—0,4 *мл* гидразинсульфата, внося его через длинную стеклянную трубку. Это необходимо

для того, чтобы гидразинсульфат не остался вне жидкости, на стенках колбы, что может неблагоприятно отразиться на результате анализа. Для полного разложения гидразинсульфата жидкость нагревают до кипения и кипятят в течение 10 минут. По охлаждении содержимое колбы количественно переносят в мерную колбу на 100 *мм*, ополаскивая колбу дистиллированной водой, охлаждают, добавляют дистиллированную воду до метки и хорошо перемешивают.

Выделение мышьяка. 25 *мл* исследуемого раствора, полученного после разрушения органического вещества, переносят в колбочку А прибора для выделения мышьяка. В колбочки А приборов №№ 2, 3, 4, 5 и 6 вносят соответственно 0,1; 0,3; 0,5; 0,7 и 1 *мл* стандартного раствора мышьяка (1 *мл* которого равен 0,01 *мг* As) и затем в каждую колбочку добавляют разведенную (1 : 9) серную кислоту в таком количестве, чтобы общее количество жидкости во всех колбочках было равно 25 *мл*. Далее в каждую из 6 колбочек вносят 0,2 *г* хлористого олова в кристалликах, 2 *г* металлического цинка и тотчас же колбы закрывают насадками, содержащими вату, пропитанную уксуснокислым свинцом, и бромно-ртутную полоску бумаги, после чего приборы помещают в холодную воду.

После растворения цинка (обычно в течение 3,5—4 часов) вынимают из трубок В полоски бромно-ртутной бумаги, окрашенные в зависимости от количества мышьяка в цвета от светло-желтого до желто-бурого, отмечают на них номера колбочек, фиксируют окраски, смачивая полоски путем погружения в 5% раствор парафина в петролейном эфире, отжимают между листками фильтровальной бумаги и высушивают на воздухе.

Колориметрирование. Окрашенную полоску из исследуемого раствора сравнивают с окраской полосок, полученных из растворов с известным количеством мышьяка (от 0,001 до 0,01 *мг*), принимая во внимание окраску обеих поверхностей. Наиболее легко колориметрируются окраски с содержанием мышьяка не более 0,01 *мг;* большие количества мышьяка затрудняют колориметрирование и результаты получаются менее точные.

Окрашенные полоски бромно-ртутной бумаги, полученные из известного количества мышьяка, заключают между двумя стеклянными пластинками, края которых

заклеивают двойным слоем бумаги. Полученную шкалу окрасок хранят в темном месте и пользуются ею для ориентировочного определения мышьяка в исследуемом растворе.

В надлежащих условиях шкала сохраняется без изменений около 6 месяцев. При изменении окраски полосок шкалу следует приготовить заново.

Для окончательного количественного определения мышьяка проводят выделение его из исследуемого и стандартного растворов одновременно, чтобы сохранить одинаковые условия опыта. Расчет

$$X = \frac{a \cdot 100 \cdot 1000}{б \cdot в},$$

где X — содержание мышьяка, в *мг/л*; a — содержание мышьяка в стандартном растворе, дающем окраску полоски, одинаковую с окраской полоски из испытуемого раствора, в *мг*; $б$ — количество испытуемого раствора, взятого для выделения мышьяка, в *мл*; $в$ — количество исследуемой вытяжки, взятое для минерализации, в *мл*.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СВИНЦА, МЕДИ И ЦИНКА

(ГОСТ 5370—58. Продукты и напитки пищевые и вкусовые. Методы определения).

Отделение свинца, меди и цинка от других элементов и их разделение

Отделение свинца, меди и цинка от других элементов основано на осаждении названных элементов в виде сульфидов и последующего разделения их с помощью характерных для каждого элемента реакций.

Реактивы

1. Аммиак 25%.
2. Аммиак 10%.
3. Железо сернистое.
4. Кислоты: азотная концентрированная, соляная 10%, соляная 1%, уксусная концентрированная.
5. Натр едкий 10%.
6. Натрий уксуснокислый, насыщенный раствор, подкисленный уксусной кислотой до слабокислой реакции по лакмусу.
7. Пергидроль.
8. Спирт 96°.

Подготовка исследуемой вытяжки: 200 *мл* исследуемой вытяжки выпаривают небольшими порциями в небольшой фарфоровой чашке (диаметром около 7 *см*) на водяной бане досуха, высушивают на песчаной или воздушной бане, а затем осторожно обугливают и озоляют на слабом огне или в муфеле сначала с открытой дверцей, поместив чашку у самой дверцы муфеля. После обугливания органического вещества чашку переставляют в глубь муфеля и закрывают дверцу. Допускается лишь слабо-красное накаливание стенок муфеля.

После озоления и охлаждения чашки к золе добавляют 5 *мл* соляной кислоты, разведенной дистиллированной водой 1 : 1, каплю пергидрола и выпаривают на водяной бане досуха. Сухой остаток обрабатывают 2 *мл* 10% соляной кислоты, добавляют 3 *мл* воды и фильтруют через предварительно смоченный фильтр в колбу объемом около 100 *мл*; фарфоровую чашечку и фильтр промывают 15 *мл* дистиллированной воды, собирая промывные воды в ту же колбу. В полученный раствор пропускают ток сероводорода, как будет указано ниже.

Выделение и разделение свинца, меди и цинка. Солянокислый раствор нагревают до 40—50° С и в течение 40—60 минут пропускают ток сероводорода. При этом в осадок выпадают сульфиды свинца, олова, меди и т. д., тогда как металлы 1, 2 и 3-й групп остаются в растворе.

Сероводород пропускают через узко оттянутую трубку, доходящую до дна колбы. Выпавший осадок сульфидов и серы отделяют центрифугированием в пробирке емкостью около 10 *мл*, собирая жидкость в небольшую фарфоровую чашку (раствор А, в котором может быть цинк).

Осадок сульфидов промывают 1—2 раза 1% раствором соляной кислоты, насыщенным сероводородом, присоединяя промывную жидкость к раствору А.

К промытому осадку сульфидов тотчас же добавляют 5 капель 10% раствора едкого натра, нагревают в кипящей водяной бане, разбавляют 10 *мл* воды и центрифугируют (в растворе может быть олово, в осадке — сульфиды свинца и меди, а также сера). При большом осадке сульфидов обработку едким натром производят дважды.

К осадку сульфидов меди и свинца добавляют 5—10 капель смеси крепкой серной и азотной кислот, взятых в равных количествах, нагревают на небольшом пламени горелки, осторожно вводя (периодически) дно пробирки в пламя горелки.

Обработку осадка заканчивают после полного удаления паров азотной кислоты и появления белых тяжелых паров серного ангидрида.

После охлаждения в пробирку добавляют 0,5—1,0 *мл* дистиллированной воды и такое же количество спирта. Если после прибавления воды и спирта раствор остается прозрачным, то соли свинца считают необнаруженными. При появлении в растворе мути или выпадении белого осадка ($PbSO_4$) производят следующие операции:

а) осадок сернокислого свинца отделяют центрифугированием, собирая раствор в маленькую фарфоровую чашку.

Осадок промывают 2—3 раза небольшим количеством (около 10 *мл*) разбавленного этилового спирта (1 : 1 по объему), присоединяя промывные воды к раствору в фарфоровой чашке. В дальнейшем осадок сернокислого свинца обрабатывают, как указано ниже в подпункте «б».

Раствор выпаривают досуха на водяной бане, охлаждают и добавляют 1—5 капель 25% раствора аммиака. Появление очень слабого голубого окрашивания указывает на наличие во взятой навеске следов меди (меньше 0,1 *мг*). При более интенсивном окрашивании добавляют 1—2 *мл* дистиллированной воды и, если раствор оказывается мутным (от гидрата окиси железа), 1—5 капель 25% раствора аммиака. Осадок отделяют центрифугированием, сливая раствор в мерный цилиндр объемом 10 *мл*. Осадок в пробирке промывают 1—2 раза небольшим количеством дистиллированной воды; содержащей небольшое количество аммиака (около 1%), присоединяя промывную жидкость к раствору в мерном цилиндре; содержимое цилиндра дистиллированной водой доводят до определенного объема и сохраняют для количественного определения меди (раствор Б);

б) к осадку сернокислого свинца, оставшемуся в центрифужной пробирке, добавляют 1 *мл* насыщенного раствора уксуснокислого натрия, предварительно слабо

подкисленного уксусной кислотой, нагревают в кипящей водяной бане в течение 5—10 минут, добавляют 1 *мл* дистиллированной воды и фильтруют через маленький фильтр, предварительно смоченный дистиллированной водой, собирая фильтрат в мерный цилиндр объемом 10 *мл*. Пробирку и фильтр промывают несколько раз небольшими порциями дистиллированной воды, собирая промывные воды в тот же цилиндр. К раствору в цилиндре добавляют дистиллированную воду до 10 *мл* и хорошо перемешивают (раствор В). 5 *мл* раствора из цилиндра переносят в центрифужную пробирку, добавляют 3 капли двухромовокислого калия (5% раствор) и хорошо перемешивают. Если раствор остается прозрачным в течение 10 минут, считают свинец необнаруженным. При наличии в растворе свинца появляется желтая муть ($PbCrO_4$). В последнем случае проводят количественное определение свинца в растворе, оставшемся в цилиндре (раствор В).

Определение свинца

Для количественного определения свинца 1 *мл* раствора В из цилиндра переносят в плоскодонную пробирку с делениями на 10 *мл;* в три другие такие же пробирки вносят стандартный раствор свинца в количестве 0,01; 0,015 и 0,02 *мг*. В пробирки со стандартным раствором добавляют по 0,1 *мл* насыщенного раствора уксуснокислого натрия, слабо подкисленного уксусной кислотой. Далее во все 4 пробирки добавляют по 3 капли двухромовокислого калия (5% раствор), хорошо перемешивают и через 10—15 минут образовавшуюся муть в пробирке с испытуемым раствором сравнивают со стандартными растворами.

Если для определения свинца берут не 1 *мл* испытуемого раствора, а меньше или больше, то в пробирки со стандартными растворами свинца добавляют столько уксуснокислого натрия, сколько его содержится во взятом для определения количестве испытуемого раствора. Как в испытуемом, так и в стандартных растворах содержание уксуснокислого натрия должно быть одинаковым. Несоблюдение этих условий приводит к неправильным результатам.

Пример. Мутность испытуемого раствора соответствует мутности стандартного раствора, содержащего 0,01 *мг* свинца. Для количественного определения свинца было взято 2 *мл* из 10 *мл* всего испытуемого раствора, полученного из 200 *мл* вытяжки. Следовательно, в 1 *л* содержится:

$$X = \frac{0{,}01 \cdot 10 \cdot 1000}{2 \cdot 200} = 3{,}3 \text{ мг свинца.}$$

Определение меди

Часть или весь раствор Б (см. стр. 125), судя по качественной реакции, переносят в пробирку для колориметрирования с делениями на 5, 10 и 15 *мл* (или в обыкновенную пробирку). В три другие пробирки, одинаковые с первой, наливают стандартный раствор меди, содержащий 0,1, 0,3 и 0,5 *мг* меди. Далее во все 4 пробирки добавляют по 2 *мл* аммиака (25% раствор) и дистиллированную воду, доводя объем содержимого каждой пробирки до 10 *мл*, и хорошо перемешивают. Интенсивность окрашивания испытуемого раствора сравнивают с окраской стандартных растворов.

Если окраска испытуемого раствора интенсивнее окраски стандартного раствора, содержащего 0,1 *мг* меди, и слабее окраски стандартного раствора с содержанием 0,3 *г* меди, считают, что в испытуемом растворе количество меди равно 0,2 *мг*.

Содержание меди (X_1) в *мг/л* вытяжки вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{0{,}2 \cdot V_1 \, 1000}{V \cdot a},$$

где V — количество исследуемого раствора, взятое для колориметрирования, в *мл*; V_1 — общее количество раствора, исследуемого на медь (раствор Б), в *мл*; a — количество вытяжки, взятой для определения свинца, меди и цинка, в *мл*. 0,2 — количество меди, найденное при сравнении испытуемого раствора со стандартным раствором, в *мг*.

Определение цинка

К раствору А (стр. 124) добавляют 5—7 капель пергидроля, выпаривают на водяной бане досуха, остаток растворяют в 2—3 *мл* 10% раствора соляной кислоты и

нейтрализуют насыщенным раствором соды (Na_2CO_3) до образования белой мути (выпадают углекислые соли железа, кальция, цинка и других металлов). Для растворения выпавших карбонатов прибавляют (по каплям) 10% раствор соляной кислоты до получения прозрачного раствора.

К прозрачному раствору прибавляют избыток (5—7 *мл*) насыщенного раствора уксуснокислого натрия (CH_3COONa), ставят на сетку и нагревают до кипения, чтобы осадить железо. Кипятят в течение 1—2 минут, затем горячий раствор немедленно фильтруют через сухой фильтр. Осадок на фильтре промывают 3 раза горячим раствором уксуснокислого натрия (1 *мл* CH_3COONa на 20 *мл* воды). Фильтрат должен быть прозрачным и бесцветным, в противном случае осаждение железа следует повторить.

В горячий фильтрат в течение 20 минут пропускают ток промытого сероводорода. При наличии цинка выпадает белый хлопьевидный осадок или небольшая белая муть (если цинка мало). Колбу после пропускания сероводорода закрывают пробкой, через 2—3 часа осадок отфильтровывают (или центрифугируют) и промывают 2—3 раза сероводородной водой.

Промытый осадок сернистого цинка растворяют (в центрифужной пробирке или на маленьком фильтре) 2 *мл* горячей 10% соляной кислотой. Одну каплю этого раствора переносят на предметное стекло и проводят микрореакцию на цинк.

Каплю солянокислого раствора цинка, помещенную на предметное стекло, осторожно выпаривают досуха на маленьком пламени горелки (не перегревать). К остатку добавляют одну каплю раствора уксусной кислоты (1 : 50 по объему) и смешивают с сухим остатком. Рядом с этой каплей наносят каплю ртутно-роданистого калия и, соединив их тонкой стеклянной палочкой (нитью), не перемешивая, ставят под микроскоп. При наличии в растворе цинка почти моментально по краям капли выпадает белый осадок в виде перистых крестов и разветвленных групп, напоминающих листья папоротника. В случае положительной микрохимической реакции количественное определение цинка производят следующим образом.

Солянокислый раствор цинка из центрифужной про-

бирки переливают в стакан емкостью 30—50 *мл* и споласкивают пробирку в тот же стакан 2—3 *мл* воды. (Если осадок сернистого цинка растворялся на фильтре, то последний промывают 2—3 *мл* воды, собирая промывные воды и солянокислый раствор цинка в стакан на 30—50 *мл*.)

К солянокислому раствору цинка в стакан добавляют 1—2 капли 1% фенолфталеина и по каплям 10% раствор соды (Na_2CO_3) до ясной розовой окраски. Жидкость в стакане нагревают до кипения и кипятят в течение 5—10 минут, чтобы перевести хлопьевидный осадок цинка в кристаллический ($ZnCO_3$).

Через 5—10 минут осадок углекислого цинка отфильтровывают количественно, переводя из стакана на небольшой беззольный фильтр, промывают 5—6 раз горячей дистиллированой водой, подсушивают, вместе с фильтром переносят во взвешенный тигель и прокаливают. После выдержки в эксикаторе тигель с окисью цинка взвешивают. Вес ZnO умножают на коэффициент 0,8033 и получают вес металлического цинка в исследуемом растворе. Прокаленный остаток после охлаждения должен быть белого цвета. Бурая окраска указывает на примесь железа. В последнем случае цинк должен быть переосажден.

Содержание цинка (X) в *мг/л* вычисляют по формуле:

$$X = \frac{a \cdot 0{,}8033 \cdot 1000}{V},$$

где a — вес окиси цинка, в *мг*; V — количество вытяжки, взятое для определения свинца, меди и цинка, в *мл*; 0,8033 — коэффициент пересчета окиси цинка на металлический цинк.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТИТАНА

Качественное определение титана

Метод основан на образовании комплексного соединения пероксидисульфотитановой кислоты — $H_2[TiO(H_2O_2)(SO_4)_2]$ [1] — желто-оранжевого цвета при добавлении пе-

[1] Пероксидисульфотитановую кислоту часто называют надтитановой кислотой.

рекиси водорода к сернокислому раствору титана:

$$H_2[TiO(SO_4)_2] + H_2O_2 = H_2[TiO(H_2O_2)\ (SO_4)_2]$$

Реакция открывает до 5—10γ титана; она применяется для определения малых количеств титана — не более 0,1 *мг* в 1 *мл* раствора.

Мешающие элементы:

1. Железо, никель, хром, кобальт, которые своей окраской маскируют желто-оранжевую окраску пероксидисульфотитановой кислоты.

2. Ванадий, молибден, церий и отчасти хром — вследствие образования этими элементами с перекисью водорода окрашенных соединений.

3. Фториды, образуя с титаном комплексное соединение, значительно ослабляют желто-оранжевое окрашивание, образуемое титаном с перекисью водорода, вплоть до обесцвечивания в зависимости от количества фторидов.

4. Большое количество сульфатов щелочных металлов несколько ослабляет интенсивность желто-оранжевого цвета раствора и тем сильнее, чем меньше концентрация серной кислоты.

5. Большое количество фосфатов, лимонная кислота обесцвечивают раствор; винная кислота практически не влияет.

Реактивы

1. Стандартный раствор титана: 0,1663 *г* двуокиси титана (TiO_2) сплавляют в платиновой чашке с 3 *г* смеси углекислых калия и натрия или с шестикратным количеством пиросернокислого калия ($K_2S_2O_7$), выщелачивают 250 *мл* серной кислоты (1 : 2) и, после растворения солей, доливают раствор серной кислотой той же концентрации до 1 *л* (1 *мл* раствора соответствует 0,1 *мг* титана). Титр полученного раствора можно проверить следующим способом: 20 *мл* раствора осаждают аммиаком, осадок ортотитановой кислоты промывают водой, прокаливают и взвешивают. Фактор пересчета полученной при прокаливании двуокиси титана (TiO_2) на титан равен 0,5995.

2. Перекись водорода, 3% раствор, не содержащий фтора. Испытание перекиси водорода на фтор: к 50 *мл* перекиси водорода добавляют 0,1 *г* окиси магния и выпаривают до небольшого объема. Сконцентрированный раствор переносят на часовое стекло и выпаривают досуха. Сухой остаток смачивают концентрированной серной кис-

лотой и дают стоять 2—3 часа. По истечении этого времени содержимое стекла смывают и стекло высушивают. На стекле не должно быть следов вытравливания.

3. Аммиак 10%.

4. Амоний надсернокислый (персульфат аммония), 25% раствор.

5. Кислоты: азотная, концентрированная; серная, концентрированная; серная, 1 : 3; серная, 10% раствор; фосфорная, 10% раствор.

6. Магний, окись.

7. Натр едкий, 20% раствор.

8. Натр едкий, 1% раствор.

9. Натрий углекислый, 1% раствор.

Ход определения

50 *мл* исследуемой вытяжки выпаривают в фарфоровой чашке досуха, высушивают в сушильном шкафу и озоляют в муфельной печи (или на газовой горелке). Золу растворяют в нескольких миллилитрах (3—5) серной кислоты (1 : 3) при нагревании, добавляют 5 капель концентрированной HNO_3 и выпаривают до появления паров серной кислоты.

К охлажденному сернокислому раствору осторожно при перемешивании добавляют 10 *мл* дистиллированной воды и, если нужно, центрифугируют, собирая раствор в маленький стаканчик (№ 1). К прозрачному раствору прибавляют 3 *мл* 25%, свежеприготовленного раствора персульфата аммония, делают метку на стаканчике карандашом на уровне жидкости и кипятят в течение 10 минут, добавляя время от времени в стакан горячую воду (дистиллированную) до метки. При наличии хрома последний при этом окисляется до шестивалентного. Затем в еще горячий раствор добавляют маленькими порциями при взбалтывании и нагревании раствора, 20% раствор едкого натра до нейтральной реакции и его избыток — 2—3 *мл*. При этом титан и железо выпадают в осадок [1]. Осадок отделяют от раствора центрифугированием, стаканчик и осадок в пробирке промывают 1% горячим раствором едкого натра. Для этого в стаканчик наливают 3 *мл* раствора едкого натра (1%), споласки-

[1] В присутствии железа создаются наилучшие условия для полного осаждения титана. Если в исследуемом растворе железо отсутствует, то целесообразно ввести его в испытуемый раствор в виде следов.

вают им стенки стаканчика и переносят в центрифужную пробирку с осадком. Содержимое пробирки взбалтывают таким образом, чтобы осадок равномерно распределился в жидкости. Затем стаканчик (№ 1) еще раз промывают 2 *мл* горячего раствора едкого натра, перенося его в ту же центрифужную пробирку, перемешивают содержимое и центрифугируют.

Для лучшего отделения мешающих элементов проводят переосаждение. Для этого осадок, собранный в центрифужную пробирку, растворяют в возможно малом количестве горячего 10% раствора серной кислоты, переводят раствор количественно в стаканчик (№ 1), в котором проводилось первое осаждение титана и железа. Пробирку споласкивают небольшим количеством дистиллированной воды (2—3 *мл*) и переносят раствор в стаканчик (№ 1). Затем в стаканчик добавляют 3 *мл* раствора персульфата аммония и водный раствор аммиака в избытке (раствор должен сильно пахнуть аммиаком), накрывают стаканчик часовым стеклом и кипятят раствор в течение 10—15 минут. При кипячении в стаканчик время от времени добавляют горячий раствор аммиака до метки, сделанной перед кипячением на стенке стаканчика. Охлаждают содержимое стаканчика и отделяют осадок от раствора центрифугированием. Стаканчик, в котором проводилось переосаждение, и осадок в центрифужной пробирке промывают горячим 1% раствором углекислого натрия, как указано выше. Осадок в центрифужной пробирке растворяют в 1 *мл* 10% раствора серной кислоты и переносят раствор в стаканчик (№ 1), в котором проводилось переосаждение. Пробирку дважды промывают дистиллированной водой (расходуя на это 5 *мл*) и присоединяют промывные воды к раствору в стаканчике (№ 1). Далее к содержимому стаканчика добавляют 1—3 *мл* фосфорной кислоты (10%) до исчезновения желтого окрашивания раствора [1], обусловленого наличием в растворе железа. К бесцветному раствору добавляют 3—5 *мл* 3% раствора перекиси водорода (свежеприготовленного). При наличии титана раствор окрашивается в оранжево-желтый цвет (при малых количествах титана — желтый или светло-желтый).

[1] При этом железо образует бесцветный комплекс $[Fe(PO_4]_2$.

Полученный раствор может быть использован, если это необходимо, для количественного определения титана.

Количественное определение титана

В стаканчиках № 2, одинаковый по объему со стаканчиком № 1, в котором находится исследуемый на титан раствор, вносят то же количество дистиллированной воды и реактивов, что и для испытуемого раствора. Далее в стаканчик № 2 добавляют при постоянном помешивании из микробюретки (или градуированной на сотые доли миллилитра пипетки) стандартный раствор титана до тех пор, пока окраска жидкости в обоих стаканчиках станет приблизительно одинаковой. Затем содержимое каждого стаканчика количественно с помощью дистиллированной воды переводят в мерные колбы на 25 *мл* (соответственно колбы № 1 и 2), доводят содержимое каждой колбы до метки и хорошо перемешивают. Сравнение окрасок растворов проводят в цилиндрах Генера. Содержание титана в *мг/л* вычисляют по формуле:

$$X\frac{a\cdot 0{,}1\cdot h_1\cdot 1000}{h\cdot 50},$$

где a — количество стандартного раствора титана, добавленное в стаканчик № 2, в *мг*; 0,1 — количество титана в 1 *мл* стандартного раствора в *мг*; h_1 — высота столба стандартного раствора (из колбы № 2) в цилиндре Генера; h — высота столба исследуемого раствора (из колбы № 1) в цилиндре Генера.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФТОРА

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

$$(C_{14}H_7O_4SO_3)_4\,Th + 6NaF + 4HCl \rightarrow$$

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 *л*.

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 *л* воды (бидистиллята) — запасной раствор. Для работы готовят 0,0125% раствор (25 *мл* основного раствора разбавляют до 100 *мл*).

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 *мл* аммиака (уд. в. 0,880) и разбавляют до 600 *мл*;

б) 200 *г* сухого хлористого кальция, ч. д. а., растворяют в 600 *мл* теплой дистиллированной воды. В этот раствор вливают 20 *мл* 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 *мл*, добавляют 12 *мл* 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 *мл* 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 *мл*, 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 *мл* 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 *мл* бидистиллята (1 *мл* = 1 *мг* F). Раствор хранят в пропарафинированной склянке (запасной раствор). Для работы 1 *мл* запасного раствора разбавляют до 100 *мл* (1 *мл* = = 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 [$Th(NO_3)_4 \cdot 4H_2O$], 0,01-н раствор. Содержание азотнокислого тория в препарате проверяют путем прокаливания (переводят в ThO_2). Если количество азотнокислого тория в препарате со-

ставляет, например, 99,4%, то берут навеску, равную 1,3883 *г*, и растворяют в 1 *л* бидистиллята (0,01-н раствор). Для работы 100 *мл* 0,01-н раствора разбавляют до 1 *л* (0,001-н раствор).

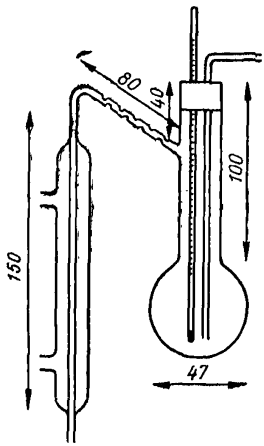


Рис. 11. Прибор для дистилляции фтора.

12. Реактив 12. Берут 16 *мл* 0,01-н раствора азотнокислого тория (см. реактив 11) и 37.5 *мл* нормальной соляной кислоты разбавляют до 1 *л*.

Аппаратура

Перегонная колба объемом на 50 *мл*, парообразователь — стеклянная круглодонная колба объемом около 300 *мл*, холодильник.

Перегонная колба (рис. 11) 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 вдавления, образующие внутри «елочку». Конец отростка соединяется с холодильником с помощью шлифованной пробки (можно пользоваться и резиновой пробкой).

Парообразователь закрывают резиновой или корковой пробкой с двумя трубками: короткой для отвода

пара и длинной, доходящей почти до дна колбы и поднимающейся вверх приблизительно на 1 *м* (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 *мл* вытяжки выпаривают частями следующим способом: 30—40 *мл* раствора переносят в фарфоровую чашку, добавляют 10 *мл* 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 *мл* 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 сгораст. 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 та-

ковые имеются в исследуемом растворе [1]. Далее к колбу переносят золу исследуемой вытяжки. Оставшиеся в чашке частицы золы смывают 2,5 *мл* воды (бидистиллята) и 2,5 *мл* воды, содержащей каплю серной кислоты (1 : 1). После этого чашку и трубку обмывают 10 *мл* 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 *мл*, содержащую 5 *мл* 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 *мл*, не содержащей воды. Отгонку ведут при температуре около 135±3°.

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

Продолжают отгонку до тех пор, пока на титрование последней фракции отгона пойдет 0,025—0,015 *мл* 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 *мл* хорошо перемешивают, переносят каплю на

---

[1] Количество хлоридов в исследуемом растворе определяют общепринятыми методами.

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 *мл* дистиллята из мерной колбы (на 100 *мл*) переносят в колориметрическую пробирку с делениями на 10 *мл*, добавляют 0,2 *мл* 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 *мл* 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 *мл* бидистиллята, 0,2 *мл* раствора ализарина, 1 каплю едкого натра (0,05-н) и 0,5 *мл* реактива 12. Цвет контрольного раствора очень слабо-розовый.

Титрование проводят осторожно, добавляя раствор азотнокислого тория из микробюретки с делениями на 0,01 *мл* 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 *мл* бидистиллята, 0,2γ 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 0,2γ фтора с интервалами в 0,2γ, т. е.

брать 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1, γ и т. д., пользуясь при этом микробюреткой с делениями на 0,01 *мл*. 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 *л* раствора.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХРОМА

Метод основан на окислении дифенилкарбазида бихроматом с образованием растворимого в условиях метода соединения красно-фиолетового цвета. Строение образующегося соединения неизвестно.

Чувствительность метода 0,15γ хрома.

Реактивы

1. Серная кислота, 1 : 3 и 1 : 9.
2. Азотная кислота, уд. в. 1,4.
3. Азотнокислое серебро, 0,6% раствор.
4. Персульфат аммония, 15% свежеприготовленный раствор.
5. Натрий хлористый, 0,2% раствор.
6. Натрий углекислый, 7,5% раствор.
7. Дифенилкарбазид, свежеприготовленный: 0,1 *г* дифенилкарбазида растворяют в 10 *мл* ледяной уксусной кислоты, к раствору добавляют 90 *мл* чистого спирта.
8. Двухромовокислый калий, 0,001-н раствор.

Чистый перекристаллизованный и высушенный при 130° С двухромовокислый калий в количестве 0,045 *г* растворяют в дистиллированной воде в литровой колбе, объем доводят до метки и хорошо перемешивают. 1 *мл* раствора соответствует 0,015 *мг* хрома.

Ход определения

50—100 *мл* вытяжки выпаривают в фарфоровой чашке на водяной бане досуха; полученный остаток осторожно озоляют. После охлаждения вводят в чашку 5 *мл*

раствора серной кислоты (1 : 9), помещают чашечку на кипящую водяную баню и после полного растворения остатка содержимое чашки переводят вместе с промывной водой, которой ополаскивают чашку, в коническую колбу на 100 *мл*, прибавляют 8—10 капель концентрированной азотной кислоты, после чего кипятят жидкость до появления белых паров серной кислоты. По охлаждении к жидкости осторожно прибавляют 20 *мл* дистиллированной воды, 2 *мл* раствора 0,6% азотнокислого серебра и 2 *мл* раствора 15% персульфата аммония и кипятят до полного разрушения персульфата аммония (около 30 минут).

При этом в присутствии хрома раствор окрашивается в желтый или желтоватый цвет, а в присутствии марганца — в малиновый или слабо-малиновый.

Для разрушения марганцевой кислоты к раствору добавляют 4 *мл* раствора хлористого натрия и кипятят жидкость в течение 5 минут на асбестовой сетке. Если при этом малиновый цвет жидкости не исчезает, добавляют еще 4 *мл* раствора хлористого натрия и снова кипятят в течение 5 минут.

Далее колбу снимают с асбестовой сетки, добавляют 10 *мл* холодной дистиллированной воды и тотчас охлаждают под краном или помещают в сосуд со льдом. К охлажденному таким образом раствору осторожно прибавляют приблизительно 8—10 *мл* 7,5% раствора углекислого натрия для осаждения железа, избегая большого избытка углекислого натрия. После этого содержимое колбы переносят в мерную колбу на 50 *мл*, доводят ее дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. После отстаивания жидкость фильтруют в сухую колбу через сухой складчатый фильтр, отбрасывая первую небольшую часть фильтрата.

20 *мл* прозрачного раствора переносят в мерную колбу на 25 *мл*, добавляют 5 *мл* едкого натра (1 : 10) и дистиллированную воду до метки колбы; хорошо перемешивают и помещают в кипящую водяную баню на 1 час и, если раствор мутный, фильтруют через сухой фильтр в сухую колбу Эрленмейера. К 2—3 *мл* прозрачного фильтрата добавляют избыток серной кислоты (1 : 3) и 1—2 *мл* 0,1% раствора дифенилкарбазида.

При наличии хрома раствор окрашивается в красно-фиолетовый цвет.

В случае необходимости проводят количественное определение хрома.

Для количественного определения хрома берут 20 *мл* фильтрата в мерную колбу емкостью 50 *мл*, добавляют по каплям серную кислоту (1 : 3) до кислой реакции на лакмус и прибавляют избыток последней — несколько капель. При помутнении жидкости после подкисления раствор фильтруют. К прозрачному раствору добавляют 5 *мл* раствора дифенилкарбазида дистиллированной водой, доводят объем в колбе до метки и оставляют в покое на несколько (5—10) минут.

В это время готовят стандартный раствор. В мерную колбу емкостью 50 *мл* наливают 20 *мл* дистиллированной воды, 5 *мл* серной кислоты (1 : 3), 5 *мл* раствора дифенилкарбазида и добавляют из микробюретки 0,001-н раствор двухромовокислого калия до получения окраски, близкой к окраске испытуемого раствора. Объем жидкости в колбе доводят дистиллированной водой до метки, хорошо перемешивают и оставляют в покое на 10 минут, после чего проводят сравнение окрасок испытуемого и стандартного растворов в цилиндрах Генера. Содержания хрома рассчитывают по следующей формуле:

$$X\frac{a\cdot h_1\cdot 25\cdot 50\cdot 1000}{h\cdot 20\cdot 20\cdot b}$$

где X — количество хрома в *мг/л* вытяжки; a — количество хрома, взятое для стандартного раствора; h_1 — высота столба стандартного раствора; h — высота столба испытуемого раствора; b — количество вытяжки, взятое для анализа, в *мл*.

Для мойки посуды и аппаратуры, используемой при определении хрома, не должна применяться хромовая смесь.

ПРИЛОЖЕНИЯ

ДОПУСТИМЫЕ КОЛИЧЕСТВА МИГРАЦИИ (ДКМ) ВЕЩЕСТВ, ВЫДЕЛЯЮЩИХСЯ ИЗ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ В МОДЕЛЬНЫЕ СРЕДЫ, И МЕТОДЫ ИХ ОПРЕДЕЛЕНИЯ [1]

Наименование вещества	ДКМ, в *мг/л*	Примечания
1	2	3
Бутилокситолуол (ионол, П-21)	2,00	
Гексаметилендиамин	0,01	Не должен обнаруживаться при определении: 1. Колориметрическим методом с 2,4-динитрохлорбензолом. Чувствительность 1,25 *мг/л* (стр. 47). 2. Колориметрическим методом по реакции с нингидрином после выделения гексаметилендиамина посредством бумажной хроматографии. Чувствительность 1 *мг/л* (стр. 47).
Дибутилсебацинат	4,00	Колориметрический метод по реакции спиртов, полученных после гидролиза сложных эфиров с ароматическими альдегидами. Чувствительность 0,05 *мг/л* (стр, 54).
Диоктилсебацинат	4,00	
Дибутилфаталат	0,25	
Диизооктилфталат	2,00	Не должен обнаруживаться при определении по реакции образования фенолфталеина. Чувствительность метода 2 *мг/л* (стр, 52).
Дифенилолпропан	0,01	Не должен обнаруживаться при определении колориметрическим методом по образованию нитрозосоединения при взаимодействии дифенилолпропана с азотистой кислотой. Чувствительность 0,02 *мг/л* (стр. 60).
Е-капролактам	0,60	Не должен обнаруживаться при определении колориметрическим методом аммонийного азота по Несслеру после минерализации Е-капролактама. (стр. 65).
Малеиновый ангидрид	0,50	
Меламин	1,00	Не должен обнаруживаться микрореакциями (стр. 66).
Метиловый спирт (метанол)	1,00	Колориметрический метод определения метилового спирта с хромотроповой кислотой. Чувствительность 0,25 *мг/л* (стр. 69).

[1] Методы, указанные в данной таблице, являются официальными для определения перечисленных в ней веществ; другие методы их определения, изложенные в инструкции, следует считать факультативными.

Продолжение таблицы

1	2	3
Метилметакрилат	0,25	—
Нитрил акриловой кислоты	0,05	Не должен обнаруживаться при определении колориметрическим методом по аммиаку с реактивом Несслера. Чувствительность метода 0,2 *мг* нитрила акриловой кислоты в 1 *л* (стр. 37).
2-окси-4-метоксибензофенон	2,0	—
П-23 (2, 4, 6-тритрет-бутилфенол)	2,0	—
ОП-10	1,0	Колориметрический метод определения окрашенного производного октилфенола с м-нитробензальдигидом после гидролиза ОП-10. Чувствительность метода 0,2 *мг/л* (стр. 101).
Полиэтиленполиамин	0,01	Не должен обнаруживаться при определении по триэтилентетрамину с эозином К. Чувствительность 1 *мг/л* (стр. 85).
Стирол	0,01	1. Не должен обнаруживаться при определении методом нитрования. Чувствительность метода 0,075 *мг/л* (стр. 75). 2. Не должен обнаруживаться при определении его с формалинсерным реактивом. Чувствительность метода 0,05 *мг/л* (стр. 76). 3. Не должен обнаруживаться при определении его спектрофотометрическим методом. Чувствительность метода 0,02 *мг/л* (стр. 78).
Тинувин Р [бензол,2 (2′-окси-5-метилфенил)-бензотриазол]		Спектрофотометрический метод определения. Чувствительность 0,05 *мг/л* (стр. 44).
Тринонилфенилфосфит (полиград, фосфит Н. Ф)	2,00	
Уротропин	2,00	Колориметрический метод определения по формальдегиду с хромотроповой кислотой. Чувствительность метода 0,25 *мг/л* (стр. 86).
Фенол	0,001	Не должен обнаруживаться: 1. Колориметрическим методом по реакции с 4-аминоантипирином (стр. 88).

Продолжение таблицы

1	1	3
Фенол	0,001	Чувствительность 0.1 *мг* фенола/*л* (стр. 88). 2. Колориметрическим методом по реакции с диазотированным п-нитроанилином. Чувствительность 0,1 *мг/л* (стр. 91).
Формальдегид	0,10	Колориметрический метод определения по реакции с хромотроповой кислотой. Чувствительность метода 0,1 *мг/л* (стр. 97).
Фталевый ангидрид	0,20	Не должен обнаруживаться при определении колориметрическим методом по реакции образования фенолфталеина. Чувствительность метода 2 *мг/л* (стр. 100).
Эпихлоргидрин	0,10	Не должен обнаруживаться при определении колориметрическим методом по реакции с хромотроповой кислотой после окисления эпихлоргидрина до формальдегида Чувствительность метода 0,25 *мг/л* (стр. 104).
Медь	не допускается	Не должна обнаруживаться по методу, изложенному на стр. 123, 127,
Мышьяк	не допускается	Не должен обнаруживаться по методу, изложенному на стр. 117.
Свинец	не допускается	Не должен обнаруживаться по методу, изложенному на стр. 123. 126.
Титан	0,10	Не должен обнаруживаться при определении методами, изложенными на стр. 129.
Фтор	0,50	Колориметрический торийализариновый метод. Чувствительность 0,01 *мг/л* (стр. 133).
Хром	не допускается	Не должен обнаруживаться по методу, изложенному на стр. 140.
Цинк	не допускается	Не должен обнаруживаться по методу, изложенному на стр. 123, 127.

ПРЕДЕЛЬНО-ДОПУСТИМЫЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В АТМОСФЕРНОМ ВОЗДУХЕ НАСЕЛЕННЫХ МЕСТ

Наименование загрязняющих веществ	Предельно допустимые концентрации в *мг/м*³	
	среднесуточная	максимально-разовая
1	2	3
Ацетон	0,35	
Бензол	0,80	
Бензин (нефтяной, малосернистый в пересчете на углерод)	1,5	
Бензин сланцевый (в пересчете на углерод)	0,05	
Бутилацетат	0,10	
Бутиловый спирт	—	0,3
Винилацетат	0,20	
Гексаметилендиамин	0,001	
Дивинил	1,0	
Диметиланилин	—	0,0055
Изопропилбензол	0,014	
Изопропилбензола гидроперекись	0,007	
Капролактам (пары, аэрозоль)	0,06	
Малеиновый ангидрид (пары, аэрозоль)	0,05	
Метанол	0,5	
Метилакрилат	—	0,01
Метилмеркаптан	—	$9 \cdot 10^{-6}$
Метилметакрилат	0,1	
Мышьяк (неорганические соединения, кроме мышьяковистого водорода, в пересчете на мышьяк)	0,003	
Пиридин	0,08	
Пропилен	3,0	
Пропиловый спирт	—	0,3
Сероуглерод	0,01	
Стирол	0,003	
Толуол	0,6	
Фенол	0,01	
Формальдегид	0,012	
Фталевый ангидрид (пары, аэрозоль)	—	0,10
Фтористые соединения (в пересчете на фтор):		
газообразные соединения (HF, SiF_4)	0,005	
хорошо растворимые неорганические фториды (NaF, Na_2SiF_6)	0,01	
плохо растворимые неорганические фториды (AlF_3, $Na_3AlF_6CaF_2$)	0,03	
при совместном присутствии газообразного фтора и фторосолей	0,01	
Фурфурол	0,05	
Хлор	0,03	

Продолжение таблицы

1	2	3
Хром шестивалентный (в пересчете на Cr_2O_3)	0,0015	
Циклогексанол	0,06	
Циклогексанон	0,04	
Эпихлоргидрин	0,2	
Этилацетат	0,1	
Этилен	3,0	

ПЕРЕЧЕНЬ ВЕЩЕСТВ, РАЗРЕШЕННЫХ ДЛЯ ВВЕДЕНИЯ В ПОЛИМЕРНЫЕ МАТЕРИАЛЫ, ПРЕДНАЗНАЧЕННЫЕ ДЛЯ КОНТАКТА С ПИЩЕВЫМИ ПРОДУКТАМИ

Наименование вещества	ГОСТ, ТУ, МРТУ	Химическое название
1	2	3
КРАСИТЕЛИ И ПИГМЕНТЫ		
Двуокись титана	ГОСТ 9808—65	Двуокись титана
Лак рубиновый СК	ГОСТ 7436—55	Кальциевая соль 4-аминотолуидин-3-сульфокислоты и 2,3-оксинафтойной кислоты
Литопон	ГОСТ 907—53	Эквимолекулярная смесь сернистого цинка и сернокислого бария с примесью небольших количеств окиси цинка
Пигмент голубой фталоциановый	ГОСТ 6220—52	Комплексная медная соль тетрабензотетра-азопорфирина
Пигмент железоокисный красный К	МРТУ 6—10—602—66	Окись железа
Ультрамарин «УС»	ОСТ НКТП 31—60	Алюмосиликат натрия, содержащий серу
СТАБИЛИЗАТОРЫ И АНТИОКСИДАНТЫ		
Алкофен БП, П-21	МРТУ 12—Н—49—63	2,6-ди-трет-бутил-4-метил-фенол
Алкофен ДИП		2,6-диизоборнил-4-метилфенол
Бензон ОА	ВТУ 16—64	2-окси-4-алк(C_7—C_9) оксибензофенон
Бензон ОО		2-окси-4-октоксибензофенон
Бисалкофен БП	СТУ 36—13—32—64	Бис-(5-метил-3-трет-бутил-2-оксифенил)-метан
Дилаурил-β,β′-тиодипропионат		
Тиоалкофен БП	ВТУ 16—64	Бис-(5-метил-3-трет-бутил-2-оксифенил)-моносульфид
Тиоалкофен МБП	ВТУ 7—63	Бис-(5-метил-3-метилбензил-2-оксифенил)-моносульфид
Стеарат К	ТУ 51—54	Стеарат кальция (в качестве смазки)
Стеарат Ц	ТУ МППТ 16—53	Стеарат цинка

ФОРМА ПРОТОКОЛОВ АНАЛИЗА ОБРАЗЦОВ ПОСУДЫ, ТАРЫ И ДРУГИХ ИЗДЕЛИЙ

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР
НАЧАЛЬНИКУ ГЛАВНОГО САНЭПИДУПРАВЛЕНИЯ
На Ваш № от 197 г.

АНАЛИЗ № 21

СТАКАНЫ ИЗ МЕЛАЛИТА (1 ОБРАЗЕЦ)

Образец доставлен завернутым в бумагу, перевязанным шпагатом, концы которого скреплены металлической пломбой с неразборчивым оттиском. Согласно письму (указать организацию) за подписью от « » 197 г., №
в рецептуру мелалита входят следующие ингредиенты:

1. Меламин.
2. Формальдегид.
3. Целлюлоза сульфитная.
4. Двуокись титана
5. Пигмент голубой фталоцианиновый.

Стаканы предназначены для контакта с горячими и холодными напитками.

Образцы представляют собой стаканы в количестве 5 штук, емкостью около 300 *мл*, с внутренней площадью 250 *см*^{2}. Цвет образца — серовато-голубой Наружная и внутренняя поверхность стаканов блестящая, гладкая. На дне стакана имеется оттиск. «КПЗ, 492, 3, 20, Ie, цена 15 к.»

Запах без особенностей.

Стаканы промывали водопроводной, а затем дистиллированной водой и наполняли модельными растворами, нагретыми до 80°: 1) дистиллированной водой; 2) 1% раствором уксусной кислоты и оставляли при комнатной температуре на 2 часа.

После вышеуказанной экспозиции растворы переливали в стеклянные колбы с притертыми пробками и подвергали их органолептическому и химическому исследованиям. Образец после обработки подвергался осмотру.

Поверхность и цвет образца без особенностей по сравнению с контролем.

Вытяжки бесцветные, прозрачные, отмечается наличие постороннего ароматического запаха интенсивностью 4 балла. Вкус водной вытяжки посторонний, неприятный по сравнению с контролем.

При химическом исследовании получены следующие результаты.

В водной вытяжке обнаружены органические вещества, требующие для своего окисления 14,9 *мг* O_2 на *л* (бихроматным методом).

Формальдегид в уксуснокислой вытяжке по реакции с хромотроповой кислотой обнаружен в количестве 16,1 *мг/л*, площадь образца, контактировавшая с модельным раствором, равна 250 *см*^{2};

количество раствора, взятое для обработки вышеуказанной площади, 300 *мл*.

Анализ проводил (подпись).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Исследованный образец стаканов, изготовленных из мелалита по нижеуказанной рецептуре, предназначенный для контакта с горячими и холодными напитками, вследствие изменения органолептических свойств вытяжек (посторонний запах интенсивностью 4 балла, посторонний неприятный привкус) и перехода в водную вытяжку большого количества органических веществ (окисляемость 14,9 *мг* O_2/*л*), а также вследствие перехода в уксуснокислую вытяжку формальдегида в количестве 16,1 *мг/л* в условиях опыта признается неудовлетворительным и непригодным для использования по назначению.

Рецептура мелалита: меламин, формальдегид, целлюлоза сульфатная, двуокись титана, пигмент голубой фталоцианиновый.

Подпись руководителя учреждения

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР ЗАМЕСТИТЕЛЮ ГЛАВНОГО САНИТАРНОГО ВРАЧА СССР Д. Н. ЛОРАНСКОМУ

На Ваш № от « » 197 г.

Анализ № 45—46

Образцов древесины, обработанных клеями «МХ-4» и «К-17». Образцы доставлены завернутыми в бумагу, неопечатанными.

В сопроводительном письме (наименование учреждения) за № от « » 197 г. указано, что карбамидные клеи «МХ-4» и «К-17» предназначены для заделки дефектов древесины, идущей для изготовления бочек под тузлучные рыбопродукты.

Согласно представленной рецептуре в состав клеев входят следующие ингредиенты.

Клей «МХ-4»

1. Смола «М-4».
2. 50% раствор молочной кислоты.

Рецептура смолы «М-4»

1. Мочевина.
2. Формалин, 37% раствор.
3. Едкий натрий, 40% раствор.
4. Уротропин
5. Хлористый цинк, 50% раствор.

Клей «К-17»

1. Смола «МФ-17».
2. 15% раствор щавелевой кислоты.

Рецептура смолы «МФ-17»

1. Мочевина.
2. Формалин, 37% раствор.
3. Аммиачная вода, 25% раствор.
4. Диэтиленгликоль.

Образец № 1 представляет собой 10 штук деревянных пластин размером 9,5×8 *см*. Пластины, включая и торцы, покрыты клеем «МХ-4». Поверхность пластин, обработанная клеем,— гладкая, блестящая, местами отмечаются трещины. Запах образца слабый, неприятный, ароматический, интенсивностью 1 балл.

Образец № 2 представляет собой 10 штук деревянных пластин размером 9,5×8 *см*. Пластины, включая и торцы, покрыты клеем «К-17». Поверхность пластин, обработанная клеем,— гладкая, блестящая. На поверхности некоторых образцов, обработанной клеем, отмечаются трещины. Запах образца — слабый, ароматический, интенсивностью 1 балл.

Пластины промывали водопроводной и дистиллированной водой, затем по 2 экземпляра каждого образца помещали в стеклянные стаканы с 500 *мл* дистиллированной воды, нагретой до кипения, и выдерживали в течение 2 часов при комнатной температуре.

После вышеуказанной экспозиции клей «К-17» на некоторых участках поверхности исследованных пластин вздулся и отслоился.

Цвет образца до обработки — светло-желтый, после соответствующей обработки водой — молочно-белый.

Полученные водные вытяжки после вышеуказанной обработки каждого образца древесины подвергались органолептическому исследованию. Результаты органолептического исследования вытяжек представлены в нижеследующей таблице:

Наименование клея	Водная вытяжка
«МХ-4»	Вытяжка опалесцирует. Отмечается наличие хлопьевидных взвешенных частиц, оседающих при стоянии на дно. Запах вытяжки по сравнению с контролем резкий, посторонний, ароматический, интенсивностью 5 баллов.
«К-17»	То же

Анализ производил (подпись)

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Исследованные образцы древесины, обработанные карбамидным клеем «МХ-4» и «К-17», предназначенные для заделки дефектов древесины, идущей на изготовление бочек под тузлучные рыбопродукты,

признаются неудовлетворительными и непригодными для использования по назначению вследствие наличия опалесценции, осадка в вытяжках и резкого, постороннего, ароматического запаха интенсивностью 5 баллов, а также вследствие плохой адгезии клея «К-17» к древесине.

Подпись руководителя учреждения

ДЕГУСТАЦИОННАЯ КАРТА

Фамилия, имя, отчество _____

Дата анализа _____

№№ растворов, не отличающихся от контрольного по запаху _____

_____ по привкусу _____

№№ растворов, отличающихся от контрольного по запаху _____

_____ по привкусу _____

1. Характер запаха исследуемого раствора (фенольный, ароматический посторонний, неопределенный и т. д) _____

_____

2. Интенсивность запаха исследуемых растворов в баллах:

№№ растворов	Запах в баллах
1	
2	
3	

3. Характер привкуса исследуемого раствора (горьковатый, щиплющий, нефтепродуктов, посторонний, неопределенный и т. д.) _____

_____

4 Интенсивность привкуса исследуемого раствора (слабый привкус, ясно выраженный, сильный) _____ _____

ПЕРЕЧЕНЬ СИНТЕТИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ, РАЗРЕШЕННЫХ ОРГАНАМИ ЗДРАВООХРАНЕНИЯ ДЛЯ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ В ПИЩЕВОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ *

№№ п/п	Наименование материала	ГОСТ или ТУ	Назначение	Рецептура	Дата и номер разрешения	Кем выдано разрешение
1	2	3	4	5	6	7
	ОТЕЧЕСТВЕННЫЕ МАТЕРИАЛЫ					
1	Алюминиевые колпачки с картонной прокладкой, покрытой нелакированным целлофаном		Для укупорки бутылок с пищевым уксусом		08с/Б—7—378 7.VII. 67 г.	Минздрав РСФСР
2	Алюминиевые пластины, покрытые оксидной пленкой, лакированной лаком ЭП-527		Для изготовления испарителей холодильных агрегатов	См. рецептуру лака ЭП-527	126—5/363—3 1.VIII.68	Минздрав СССР
3	Барий сернокислый чистый ГОСТ 3158—65		Компонент в рецептуре уплотнителей к кронепробкам		123—9—28 11.III.64	Минздрав СССР
4	Блок-полимер		Для укупорки сухих и крепленных вин крепостью не более 20°	Полиизобутилен П-200, полиэтилен н/д, белая сажа (SiO_2)	06с—3А/162 24.I.64	Минздрав Молдавской ССР
5	Бронза марки ОПС 5—5—5		Для изготовления клапанов, предназначенных для слива молока из грузоприемных баков		08с/Б—7—210 9.I.68	Минздрав РСФСР

* При условии соответствия изделий гигиеническим требованиям и регламентам, приведенным в инструкции на стр. 5,

1	2	3	4	5	6	7
6	Бумага антиокислительная (с содержанием антиоксиданта не более 0,02%)		Для упаковки соленой сельди в ящики	Бутилокситолуол, бутилоксианизол, лимонная кислота	3/3—73 24.I.64	Минздрав Латвийской ССР
7	Бумага парафинированная (парафином марки А и Б)	ГОСТ 9569—65 ГОСТ 784—53 ТУ УССР	Для завертки только остывшего хлеба		123—8/170—7 10.III.65	Минздрав СССР
8	Бумага ингибированная марки А и Б с полиэтиленовым покрытием	13—04—10—67	Для упаковки мясорубок с целью предохранения от коррозии	Для упаковок марка А: бензоат натрия марка Б: бензоат аммония	08с/Б—7—196 19.V.69	Минздрав РСФСР
9	Бумага фольга-полиэтилен		Для контакта с пищевыми влажными продуктами при температуре 50—60° С, а также для упаковки пищевых концентратов, содержащих не более 15% жира		126—14/624—3 27.VI.69	Минздрав СССР
10	Бумага, ламинированная полиэтиленом (П2070П)		Для упаковки сухих киселей (кислотность 1—1,3%, влажность 9—9,5%)		08с/Б—76—2526 29.XI.68	Минздрав РСФСР

1	2	3	4	5	6	7
11	Бумага, пропитанная парафином марки «А»	ГОСТ 13577—68	В качестве прокладки для рубленных бифштексов и упаковки мясных блоков, замораживаемых на мембранных скороморозильных аппаратах Шеффера		125—54/1566—3 23.VII.68	Минздрав СССР
12	Бутакрил	МРТУ 64—2—9—68	Для изготовления вкладышей, предназначенных для облицовки роторов на кондитерских фабриках	Порошок сополимер метилового эфира метакриловой кислоты и бутилового эфира метакриловой кислоты; жидкость метиловый эфир метакриловой кислоты; ускоритель — диметиланилин; ингибитор — гидрохинон	08с/Б—7—2805 9.VI.69	Минздрав РСФСР
13	Вазелиновое масло (вместо оливкового)	ГОСТ 3164—52	Для смазывания колпачков из фольги, предназначенных для укупорки молочных бутылок		08с/Б—7—961 27.IX.66	Минздрав РСФСР
14	Восковой состав		Герметизация картонных коробочек, заполненных сухим пайком. Затаривание предварительно упакованных пищевых продуктов	На основе озокеритовых перезинов	126—14/908—3 9.IV.68	Минздрав СССР

1	2	3	4	5	6	7
15	Герметик		Для герметизации поперечного шва бумажного мешка	Церезин петролатумный ГОСТ 11057—64, полиизобутилен — высокомолекулярный П200 — ТУ МХП 1655—54, полиизобутилен низкомолекулярный П20 — ТУ — МХП 1761—54р, полиэтилен низкой плотности, церезин синтетический ГОСТ 7658—55	123—14/1122—7 30.VII.65	Минздрав СССР
16	Гидролизный спирт		Для растворения красителей при окрашивании пищевой алюминиевой фольги		26.X.64 123—9/150	Минздрав СССР
17	Глина бентонитовая, содержащая полиакриламид		Для отбелки пищевых масел		08с/Б—7—1080 8.VII.66	Минздрав РСФСР
18	Дибуг (2,5—дитретбутилгидрохинон)		Применять в качестве антиоксидантов (стабилизаторов) в рецептурах резин и пластмасс, соприкасающихся с пищевыми продуктами, кроме резин, соприкасающихся с жирами		08с/Б—7—1918 30.XII.64	Минздрав РСФСР

1	2	3	4	5	6	7
19	Дитаг (2,5-дитретамилгидрохинон)		То же		»	»
20	Дихлорэтан	ГОСТ 1942—63	Для склеивания ящиков из оргстекла		123—10—55 15.VII.58	Минздрав СССР
21	Дихлордиметилгидантоин		Дезинфекция технологического оборудования консервных предприятий		123—14/959—7 11.VII.69	Минздрав СССР
22	Доски из древесностружечных плит, изготовленных на основе мочевино-формальдегидных смол и покрытых защитной эмалью		Опытная партия досок для хранения сыров в пленке	Состав защитной эмали: эпоксидная смола ЭД-5, двуокись титана, полиэтиленполиамин, ацетон	08с/Б—7—706 13.IV.67	Минздрав РСФСР
23	Жесть белая, покрытая лаком ЭП-547		Для консервной тары из лакированной жести	См. рецептуру лака ЭП-547	126—14/1666—3 3.XII.68	Минздрав СССР
24	Жесть белая, покрытая лаком ЭП-527		Для изготовления консервной тары (рыбных, мясных и плодоовощных консервов)	См. рецептуру лака ЭП-527	126—5/37—3 16.XII.68	Минздрав СССР

1	2	3	4	5	6	7
25	Жесть хромированная, лакированная лаком ЭП-527 (банки лакированные в два слоя, на внутреннюю поверхность корпусов цельноштампованных банок, второй слой наносят после изготовления банки, а крышки покрывают в один слой)		Для консервов мясных, рыбных и овощных	См. рецептуру лака ЭП-527	126—5/37—3 13.III.68	Минздрав СССР
26	Жесть черная и хромированная с покрытием лаком ЭП-547		Для консервной тары	См. рецептуру лака ЭП-547	126—11/1213—3 26.XII.68	Минздрав СССР
27	Жесть черная, покрытая лаком ЭП-527		Изготовление крупной тары (банки №№ 14 и 15 под расфасовку повидла, джема, халвы, сухих овощей и фруктов)		126—14/956—3 3.VI.68	Минздрав СССР
28	Жесть хромированная, покрытая лаком ЭП-527 (банка лакирована в 2 слоя, крышка — в один слой)		Затаривание консервов мясных, рыбных, овощных		126—5/37—3 15.III.68	Минздрав СССР

1	2	3	4	5	6	7
29	Ионол (бутилокситолуол)		В качестве стабилизатора пластмасс в количестве 0,02%		123—9/137 1.X 64	Минздрав СССР
30	Капролон		Детали машин, контактирующие с молоком и мясом	Е-капролактам ГОСТ 7850—63, натрий металлический ГОСТ 3273—63, натр едкий ГОСТ 4328—48, уксусный ангидрид ГОСТ 787—55	123—9/168 26.IX.64	Минздрав СССР
31	Капрон		Шестерни, применяемые в кремосбивалках модели СК-1 при отсутствии контакта с пищевыми продуктами	Е-капролактам, уксусная кислота	123—10/41 19.V.59	Минздрав СССР
32	Картон гофрированный, покрытый восковым составом		Для покрытия наружной поверхности лотков, предназначенных для затаривания плодоовощей		126—14/1215—3 15.XI.68	Минздрав СССР
33	Картонные коробки с внутренним покрытием из термосвариваюшихся материалов (полиэтиленовая пленка П2070П)		Для упаковки сухих завтраков (кукурузные палочки, хлопья кукурузные и пшеничные, овсяные хлопья «Геркулес» и т. д.)		08с/Б—76—2533 27.XI.68	Минздрав РСФСР

1	2	3	4	5	6	7
34	Картонные капсулы с наложением сверху алюминиевого колпачка		Для укупорки бутылок московской особой водки		123—10/32 11.VII.60	Минздрав СССР
35	Картон склеенный, тарный		Для изготовления наружной тары, предназначенной для упаковки продуктов, имеющих герметическую упаковку	Сульфат небеленной целлюлозы, проклеенной канифольно-парафиновым или канифольным клеем и меламиновой смолой и склеенной поливинилацетатной эмульсией	123—9/27 7.III.64	Минздрав СССР
36	Клей	ГОСТ 2067—47	Для укупорочных композиционных пресспятачков	Пробковая крупка, раствор костного клея, глицерин, уротропин (ГОСТ 2267—41)	123—10/17 17.II.60	Минздрав СССР
37	Клей синтетический		Для оклейки стеклобанок и широкогорлых бутылок 58—2, при условии, что клей будут получать централизованно, но не готовить на месте, т. к. при изготовлении выделяются сильнопахнущие раздражающие пары	На основе мочевино-формальдегидной смолы МФ—РХП и мочевино-формальдегидно-фурфурольной смолы	08с/Б—7—1163 18.VII.66	Минздрав РСФСР

1	2	3	4	5	6	7
38	Синтетический клей (на основе мочевиноформальдегидной смолы и сульфитно-спиртовой барды) *		Для оклейки стеклобанок и широкогорлых бутылок 58—2 на этикетировочных машинах		08с/Б—7—464 22.IV.67	Минздрав РСФСР
39	Клей		Для склеивания фольги с подпергаментом	Крахмал, натр едкий, салициловая кислота, вода	113—17/542 2.X.54	Минздрав СССР
40	Клей		Для приклеивания этикеток к таре с соблюдением требований гигиены труда при работе с клеем	Полиакриламид, натриевая соль карбоксиметилцеллюлозы, латекс СКС-30 марки ШР или Ш с добавлением клея, галерта	123—9/42 8.IV.64	Минздрав СССР
41	Клей	ГОСТ 8518—57	Для наклейки этикеток	Концентрат сульфитноцеллюлозной барды марок КБЖ, КБТ, КБП в смеси с глицерином	05—42/1041 1.X 64	Минздрав СССР
42	Клей альбуминоказеиновый		Для покрытия и оклеивания фанеры, идущей на изготовление бочек под пищевые продукты (сухие, соленые и влажные, имеющие нейтральную или слабокислую реакцию)	Обесфеноленная феноло-формальдегидная смола, казеиновый клей	113—17/173 28.VII.53	Минздрав СССР

* При условии, если клей будет готовиться в изолированном помещении.

1	2	3	4	5	6	7
43	Клей декстриновый		Для наклеивания этикеток на чайные пачки	Крахмал, квасцы, сода, каустическая, вода	1455—31/8 15 XII.65	Минздрав Грузинской ССР
44	Клей канифольно-петролатумный		Для годклейки прокладок к кроненпробкам с крышками СКК, предназначенными для укупорки безалкогольных и алкогольных напитков	Канифоль ГОСТ 797—64, петролатум марки ПК ГОСТ 4096—62	06с—3/147 22.I.64	Минздрав Молдавской ССР
45	Клей эпоксидный ЭКП	ГОСТ 10587—63	В качестве связующего вещества при нанесении слоя кварцевого песка на внутреннюю поверхность деталей универсального комбайна УЭМ—1, предназначенного для чистки картофеля	Смола ЭД-6 ГОСТ 10587—63, дибутилфталат ГОСТ 2102—51 отвердитель полиэтиленполиамин	08с/Б—7—1687 22.VII.65	Минздрав РСФСР
46	Клей	ВТУ 102—58	Для склеивания бумажных стаканов под напитки	Поливиниловый спирт, крахмальный клейстер	08с/Б—76—67 15 I 69	Минздрав РСФСР
47	Клей для липкой ленты на полиэтиленовой основе		Для тары под пищевые продукты без контакта с ними		126—14/325—3 15.III.68	Минздрав СССР
48	Колпачки из фольги с пергаментной прокладкой		Для укупорки бутылок с растительным маслом		08с/Б—7—277 27.I.64	Минздрав РСФСР

1	2	3	4	5	6	7
49	Красители: естественные — кармин, шафран, индиго, сафлер, аннато, каратин; синтетические — индигокармин		В кондитерской, безалкогольной и др. отраслях пищевой промышленности		08с/Б—7—821 18.V.65	Минздрав РСФСР
50	Краситель желто-зеленый М8, спирторастворимый		Для окраски алюминиевой фольги, предназначенной для упаковки кондитерских изделий		123—8/90 17.X.57	Минздрав СССР
51	Краситель оранжевый 4-Ж, спирторастворимый		Для окраски фольги, предназначенной для упаковки кондитерских изделий	$C_{32}H_{27}O_8N_{10}S_2CO$	123—10/57 4.VII.58	Минздрав СССР
52	Краситель рубиновый спирто-растворимый		Для окраски алюминиевой фольги		123—8/56 5.VI.57	Минздрав СССР
53	Кремнийорганическая жидкость гидрофобизирующая ГКЖ-94	ГОСТ 10834—64	1. Для покрытия стеклотары снаружи	Полиэтилгидросилаксан, растворитель толуол или четыреххлористый углерод	123—7/10 30.I.61	Минздрав СССР
			2. Покрытие алюминиевых форм, предназначенных для изготовления ветчины и мясного хлеба	То же	126—14/297—3 27.VIII.69	Минздрав СССР
			3. Для обработки тесторазделочных линий в хлебопекарной промышленности		123—10/31 10.III.60	Минздрав СССР

1	2	3	4	5	6	7
54	Крышки СКО-83 и СКО-58 из белой жести, покрытие лаком 3-30-59		Для домашнего консервирования	Лак 3.30—59; 1) смола КФ—Э (ксиленол) фенол, формальдегид; 2) смола Э-05: смола Э-33 дифенилолпропан, эпихлоргидрин, сульфат, целлюлозы), дифенилолпропан; 3) смола Э-30Т или Э-30К (смола ГФ-019, масло льняное, масло тунговое, глицерин, фталевый ангидрид, каустическая сода; смола Э-40: дифенилолпропан эпихлоргидрин, едкий натр; тетралин-тетрагидронафталин или ксилол)	08с/Б—7—2435 23.XII.66	Минздрав РСФСР
55	Крышки СКО-83 из хромированной жести, покрытой лаком ЭП-527 в один слой (толщиной 5—6 микрон)		Укупорка мясных, овощных, фруктовых консервов в стеклотаре	См. рецептуру «Лак ЭП-527»	126—8/127—3 13.III.68	Минздрав СССР

1	2	3	4	5	6	7
56	Лавсан (полиэтилентерефталатная пленка «О»)		В качестве герметизирующего термостойкого материала для упаковки на длительное время	Диметилтерефталат, этиленгликоль	123—14/868—7 1.IV.65	Минздрав СССР
57	Лак бакелитовый А, Б	ГОСТ 901—56	Для покрытия торгового оборудования		113—17/66 19.III.52	Минздрав СССР
	Лак № 18378 (В и С)		Для покрытия алюминия, применяемого в консервной промышленности	Ксиленолфенолформальдегидная смола, модифицированная жирными кислотами дегидратированного касторового масла. Циклогексанофенолформальдегидная смола, силиконовое масло; растворители: бутанол, этилцеллозольв	123—9/13 31.I.64	Минздрав СССР
58	Лак БФ-2			Для покрытия рафинированных форм и лотков, применяемых в кондитерской промышленности, рабочих поверхностей аппаратуры и оборудования в винодельческой промышленности, хлебопекарного оборудования	08с/Б—7—1390 25.VIII.66	Минздрав РСФСР

1	2	3	4	5	6	7
59	Лак кислотостойкий 3-30-59	ВТУ—ГИПИ—4В	1. Для внутреннего покрытия сиропных банок из алюминия марки Ае ГОСТ 3349—55 к автоматам АТ-100 для продажи газированной воды. Рекомендуется лак наносить на поверхность изготовленных банок	Ксиленолфенолформальдегидная смола КФ-Э: ксиленол, фенол, формальдегид; эпоксидная смола Э-05: эпоксидная смола Э-33 (дифенилолпропан, эпихлоргидрин, сульфат целлюлозы), дифенилолпропан, пиперидин	08с/Б—7—1869 31.VII.64	Минздрав РСФСР
			2. Для покрытия металлических крышек	Алкидноэпоксидная смола Э-30Т (или Э-30К): полиэфирная смола ГФ-019 (масло льняное, масло тунговое, глицерин, фталевый ангидрид, каустическая сода), смола Э-40 (дифенилолпропан, эпихлоргидрин, едкий натр), тетралин (тетрагидронафталин) или ксилол	08с/Б—7—3124 8.VII.64	Минздрав РСФСР
			3. Для покрытия внутренней поверхности консервных банок из белой жести горячего лужения		08—113—18—295 25.III.60	Минздрав РСФСР
			4. Для внутренней лакировки консервных банок		08с/Б—7—625 17.V.66	Минздрав РСФСР

1	2	3	4	5	6	7
60	Лак СВМ-31		В качестве покровного лака при глубокой и флексографической печати по алюминиевой фольге, применяемой для упаковки пищевых продуктов	На основе сополимера метилметакрилата с винил-н-бутиловым эфиром с катализатором до 0,2% перекиси бензоила	126—14/1084—3 1.VII.69	Минздрав СССР
61	Лак 41-К	СТУ—30 9011—62	Для лакировки белой жести под консервную тару	Копал «КГ» (крезолформальдегидная смола модифицированная), масло льняное оксидированное, масло касторовое дегидрированное, кобальто-марганцовый линолеат, скипидар	9.II.62	
62	Лак ЭП-527		Для покрытия рам и пластин фильтрпрессов в винодельческой промышленности	1. Смола ФПФ-1: параретбутилфенол, фенол, формальдегид, едкий натр, соляная кислота, бутанол, ортофосфорная кислота	08с/Б—7—1098 21.VII.69	Минздрав РСФСР

1	2	3	4	5	6	7
				2. Смола эпоксидная Э-05: дифенилолпропан, эпихлоргидрин, едкий натр, карбоксиметилцеллюлоза (КМЦ) 3. Смола алкидно-эпоксидная Э-30Т (или Э-30К): масло касторовое, глицерин, фталиевый ангидрид, дифенилолпропан, эпихлоргидрин, тетралин (тетрагидронафталин)		
63	Лак ЭП-527 для покрытия белой жести электролитического горячего лужения		Изготовление тары под рыбные консервы из тунца и других видов		126—5/37—3 15.V.68	Минздрав СССР
64	Лак ЭП-527 с подслоем оксидной пленки по рецептуре ванны № 1		Для защиты от коррозии алюминиевых испарителей домашних холодильников	Лак ЭП-527. Ванна № 1: хромовый ангидрид, фторсиликат натрия	126—11/567—3 30.VI.69	Минздрав СССР
65	Лак ХС-76 с подслоем оксидной пленки по рецептуре ванны № 2		Для защиты от коррозии алюминиевых испарителей домашних холодильников	Лак ХС-76. Ванна № 2: ортофосфорная кислота, хромовый ангидрид, фтористоводородная кислота	126—11/567—3 30.VI.69	Минздрав СССР

1	2	3	4	5	6	7
66	Лак ЭП-547 с добавкой лака ФГ-9 *		Изготовление консервной тары	1. Смола ФПФ-1: паратретбутилфенол, фенол, формальдегид, едкий натр, соляная кислота, бутанол, ортофосфорная кислота 2. Смола эпоксидная Э-05: дифенилолпропан, эпихлоргидрин, едкий натр, карбоксиметилцеллюлоза, ортофосфорная кислота 3. Смола алкидносиликоновая ФГ-9	126—14/483—3 11.VII.69	Минздрав СССР
67	Лак цветной		В пищевой промышленности для нанесения на внешнюю поверхность фольги	На основе ВЛ-564, НЦ-562 с использованием пигментов двуокиси титана, сажи газовой гранулированной, голубого фталоцианинового, лака рубинового СК	126—5/410—3 4.X.68	Минздрав СССР
68	Лак ЯК-1	ТУ 2079—49	Покрытие деталей молочной аппаратуры		126—14/334—3 12.II.68	Минздрав СССР

* Временно, до 1.I 1972 г.

1	2	3	4	5	6	7
69	Латекс СВХ-1	3478—52	Для покрытия бумажной тары, для упаковки молочных продуктов	СВХ-1 продукт полимеризации винилиденхлорида и хлористого винила в присутствии персульфата аммония и никеля (натриевая соль дибутилнафталинсульфокислоты)	123—9/165 2.XI.64	Минздрав СССР
70	Латекс СКС-65ГП	ГОСТ 10564—63	Для склеивания картонной тары, предназначенной для упаковки только затаренных продуктов		08с/Б—7—1963 20.XI.67	Минздрав РСФСР
71	Ленты капроновые и хлопчатобумажные		В качестве стяжек пакетов для мясных туш и полутуш при механизированной перегрузке мяса		123—9/39 7.III.64	Минздрав СССР
72	Литопон и двуокись титана		В качестве красителя пластмасс при условии отсутствия растворимых солей бария и цинка, а также солей тяжелых металлов		123—17/18 28.II.64	Минздрав СССР
73	Мастика УМС-50		В качестве прокладки под облицовочные детали холодильников	Полиизобутилен П-118, нейтральное масло и мел	126—11/824—3 14.VIII.68	Минздрав СССР

1	2	3	4	5	6	7
74	Мешки джутовые		Для затаривания сахара		123—9/585—7 24.V.65	Минздрав СССР
75	Мешки сетчатые, пропитанные противогнилостными водостойкими составами		Для затаривания картофеля и др. овощей на время транспортировки	Латекс найрит Л-3, латексы: найрит Л-3+СКС-30, латекс СКС-30, сплав: парафин, канифоль, петролатум, антисептик нафтенат меди	08с/Б—7—965 2.IV.60	Минздрав РСФСР
76	Мешки сетчатые, пропитанные противогнилостными водостойкими составами		Для хранения картофеля	Сплав ПКП, нафтенат меди, латекс найрит Л-3, латекс найрит Л-3+СКС-30, латекс СКС-30	08с/Б—7—1283 15.VII.60	Минздрав РСФСР
77	*Мипора*	ТУ МХП 2967—51	В качестве изоляционного материала в холодильниках, предназначенных для хранения продуктов		08с/Б—7—849 14.VI.62	Минздрав РСФСР
78	Ойтисиковое масло, взамен ранее применявшегося тунгового масла		Применяется при изготовлении лака КР-1, предназначенного для покрытия внутренней поверхности банок под крабовые консервы		08с/Б—7—13—68 26.VII.67	Минздрав РСФСР

1	2	3	4	5	6	7
79	Оргстекло (полиметилметакрилат литьевой марки ЛПТ-1)	ТУ ТХП 63—47	Доильные стаканы к доильному аппарату «Стимул»	Сополимер, включающий метилметакрилат и этилакрилат	123—9/52 7.V.63	Минздрав СССР
80	Пакеты бумажные, покрытые полиэтиленовой пленкой высокого давления марки П-2070-П	СТУ 36—10—09—63 ГОСТ Ц0354—63	Для расфасовки сливок 10% и 20% жирности и сметаны 30% жирности		08с/Б—7—366 3.III.64	Минздрав РСФСР
81	Паста уплотнительная (№ I и № II)		Для уплотнения пазов жестяных консервных банок	Рецепт пасты № 1: латекс квалитекс, сера, окись цинка, этилцимат, каолин, вазелин, редоксайд, карбоксиметилцеллюлоза, казеинат аммония, диспергатор НФ. Рецепт пасты № 2: латекс СКС-50К (СКС-50П), масло аммиачно-канифольное, ОП-10, сера, окись цинка, этилцимат, каолин, вазелин, редоксайд, карбоксиметилцеллюлоза, казеинат аммония, диспергатор НФ	123—8/279—7 14.IV.65	Минздрав СССР

1	2	3	4	5	6	7
82	Паста уплотнительная латексная с введением в нее эмульсии силиконового масла ПСМ-400 или импортной эмульсии в количестве 0,001% (с целью уничтожения вспенивания)		Для герметизации швов жестяной тары в консервной промышленности	»	126—5/Б—37—3 18.VI.69	Минздрав СССР
83	Пенопласт фенольно-резольный марки ФРП-1		В качестве термоизоляционного слоя межобшивочного пространства кузова автофургона, предназначенного для перевозки пищевых продуктов		126—14/2465—3 16.V 69	Минздрав СССР
84	Пенополиуретан марки ППУ-305 *		В качестве теплоизоляции при изготовлении самолетных холодильников СХШ-100	Полиэфир (простой на основе ксилита и окиси пропилена), триэтиламин, добавка блоксополимер на основе полидиметилсилоксана и окиси этилена, ФРЕОН-113 (1,1,2,-трифтор-трихлорэтан), полиизоцианат на основе 4,4-дифенилметандиизоцианата	126—14/20—3 12.VI.68	Минздрав СССР

* В опытном порядке.

1	2	3	4	5	6	7
85	Пергамин, покрытый низкомолекулярным полиэтиленом высокого давления с двух сторон (мол. вес. 7000—8000, вес покрытия равен 25 *г/м*): покрытие наносится на бумажную поверхность путем пропускания бумажной ленты через расплав полиэтилена (120° С) на машине типа «Парафинера»		Для одноразовой упаковки только не жирных кондитерских изделий с влажностью не более 15%		08с/Б—7б—2508 21 VI.68	Минздрав РСФСР
86	Пластмасса — карболит К—18—2	ГОСТ 5689—61	Для изготовления опытной партии ручек для ножей	Фенолформальдегидная смола	08с/Б—7—1244 18.VII.67	Минздрав РСФСР
87	Пластик полихлорвиниловый		Уплотнитель дверей домашних холодильников	Поливинилхлорид марки С-5, диоктилфталат очищенный, стеарат кальция, свинцовые белила, двуокись титана	123—8/309—26 4.XII.65	Минздрав СССР

1	2	3	4	5	6	7
88	Пластмасса «Декорозит»	ВТУ М 796—58	Для изготовления лопаток насоса для перекачки воды автомата «АТ-26», предназначенного для продажи газированной воды	Фенолформальдегидная смола, совмещенная с поливинилхлоридом, меламин, уротропин, каменноугольный кокс	123—10/29 28.IV.58	Минздрав СССР
89	Пластобетон		Устройство опытных участков полов в плодоперерабатывающих предприятиях	На основе фурфуролацетонового мономера (Ф. А.)	126—14/437—3 5 III.68	Минздрав СССР
90	Пленка поливинилхлоридная П-74		Стаканчики для упаковки сметаны и творога	ПВХ-С60, полигард, СаО-6 стеарат кальция, стеарат цинка, глицерин, диоктилфталат, эпоксидированное соевое масло, тинопал, двуокись титана	126—14/564—3 19.VIII.69	Минздрав СССР
91	Пленка полиэтиленовая	ГОСТ 10354—63	Для расфасовки свежемороженых плодов и овощей		126—14/705—3 7.IV.69	Минздрав СССР
92	Пленка полиэтиленовая	ГОСТ 10354—63	1. Для изготовления изделий для пищевой промышленности		08с/Б—7—1069 22.V.64	Минздрав РСФСР
			2. Для обертки плавленных сыров		123—17/106 31.III.54	Минздрав СССР

1	2	3	4	5	6	7
			3. Для упаковки сухого молока в трехслойные крафтмешки с внутренним вкладышем из полиэтилена		123—10/9 24.IV.60	Минздрав СССР
			4. Для предохранения от усушки (хлеба, плодов) и для упаковки нежирных мясных и рыбных продуктов		123—10/13 20.IV.60	Минздрав СССР
			5. Для изготовления разовой упаковки под пищевые продукты		113—17/35 5.XI.52	Минздрав СССР
			6. Для изготовления вкладышей в сухотарные бочки под тузлучную рыбопродукцию		08с/Б—9—1528 12.VIII.59	Минздрав РСФСР
93	Пленка полиэтиленовая (высокого давления)	ВТУ МХП 4430—50	Для замораживания и хранения мяса		123—9/20 28.II.64	Минздрав СССР
94	Пленка полиэтиленовая (полиэтилен марки П2115-11)	ГОСТ 10354—63	Пакеты «тетра-пак» под молочные продукты		123—6/III—7 29.IX.65	Минздрав СССР

1	2	3	4	5	6	7
95	Пленка полиэтиленовая нестабилизированная марки П2020Т		Для изготовления мешков под засолку овощей в бочках		08с/Б—76—864 5.VI.69	Минздрав РСФСР
96	Пленка ПЦ-2, ламинированная полиэтиленом бумага или кашированная фольгой		Для упаковки и расфасовки острокислых нестерилизуемых соусов		08с/Б—76—2253 18.VI.69	Минздрав РСФСР
97	Пленка полимерная упаковочная на основе гидрохлорида синтетического каучука СКИ-3 («Эскаплен»)		Упаковка пищевых продуктов	Гидрохлорид каучука, диоктилсебацинат, эпоксидированное соевое масло, сорбиновая кислота	126—11/807/3 9.X.69	Минздрав СССР
98	Пленки на основе сополимера винилхлорида с винилденхлоридом типа «Лаплен» разных рецептур (1, 2, 3, 4, 5, 6) *		Упаковка жидких и твердых пищевых продуктов, не содержащих жиров	1. Сополимер винилиденхлорида с винилхлоридом высокой степени чистоты, дибутилсебацинат, ацетилтрибутилцитрат, карбоксилат, СаО-6, стеарат магния	126—5/415 29.VIII.69	Минздрав СССР

* Хранение продуктов при температуре не выше 20° С. Затаривание может производиться при температуре 60—80° С.

1	2	3	4	5	6	7
				2. Сополимер винилиденхлорида с винилхлоридом высокой степени чистоты, диоктилфталат, эпоксидированное соевое масло, бутилфталилбутилгликолят, Н-Г-22-46, стеарат магния 3. Сополимер винилиденхлорида с винилхлоридом высокой степени чистоты, эпоксидированное соевое масло, бутилфталилбутил гликолят, СаО-6, стеарин 4. Сополимер винилиденхлорида с винилхлоридом высокой степени чистоты, эпоксидированное соевое масло, бутилфталилбутилгликолят, СаО-6, стеарин, крахмал, диоктилфталат		

1	2	3	4	5	6	7
				5. Сополимер винилиденхлорида с винилхлоридом высокой степени чистоты, эпоксидированное соевое масло, СаО-6, стеарин, этилгексилакрилат 6. Сополимер винилиденхлорида с винилхлоридом высокой степени чистоты, эпоксидированное соевое масло, СаО-6, стеарин, полиэтилен		
99	Пленка полиэтиленцеллофановая ПЦ-2 *	МРТУ 15—110—68	Для упаковки рыбной кулинарии на Мосрыбкомбинате с соблюдением режимов и сроков реализации по ГОСТам, техническим условиям, инструкциям для следующих рыбпродуктов:		126—14/1082—3 10 V.69	Минздрав СССР

* Упаковку производить без вакуума.

1	2	3	4	5	6	7
			1. Балык из осетровых рыб 2. Балык из дальневосточных лососевых х/к 3. Лососи соленые в нарезку 4. Лососи дальневосточные соленые в нарезку 5. Рыба печеная 6. Рыба жареная 7. Котлеты рыбные жареные 8. Сосиски рыбные и др.			
100	Пленка целлофан-полиэтилен марки П2070П	СТУ 102—1414—64	1. Вкладыш в фанерно-штамповочные бочки под сгущенное молоко с сахаром		№ 613 23.IX.65	Минздрав УССР
			2. Для упаковки бескоркового сыра при прямом контакте с сыром		08с/Б—7—1510 12.VII.63	Минздрав РСФСР
101	Пленка полимерная дублированная полиэтилен целлофан ПЦ-1, ПЦ-2	МРТУ 18/180—67 (МЗ СССР 24.III.67)	Для упаковки открытой карамели и драже		08с/Б—76—335 4.II.68	Минздрав РСФСР

1	2	3	4	5	6	7
102	Пленка целлофан полиэтилен марки П2070П и П2115П нестабилизированный	СТУ 102—1414—64	Для упаковки хлеба на длительное хранение		123—11/266—14 1.III.65	Минздрав СССР
103	Подпергамент, бумага, ламинированная полиэтиленом марки П2070П	МРТУ 6—05—889—65	Упаковка чая		08с/Б—7б—293 6.III.69	Минздрав РСФСР
104	Подпергамент, покрытый низкомолекулярным полиэтиленом высокого давления с двух сторон (мол. вес 7000—8000), вес покрытия равен 25 *г/м*; покрытие наносится на бумажную поверхность путем пропускания бумажной ленты через расплав полиэтилена (до 120°) на машине типа «Парафинера»	ГОСТ 1760—58	Для упаковки кондитерских изделий		08с/Б—7б—2508 21.VI.68	Минздрав РСФСР
105	Покрытие из перхлорвиниловой смолы без наполнителя и с наполнителем — двуокисью титана *	ГОСТ 10004—62	Защита винных емкостей от действия агрессивной среды	Смола перхлорвиниловая	126—14/400—3 21.II.69	Минздрав СССР

* Временно, количество 5—30 резервуаров.

1	2	3	4	5	6	7
106	Покрытие эмалевое с предварительной шпаклевкой		Для внутренней поверхности бочек под тузлучные рыбопродукты	Состав эмали: парафин очищенный, канифоль ГОСТ 797—64 Состав шпаклевки: казеин, гашеная известь, жидкое стекло, алебастр	113—17/106 14 VII 51	Минздрав СССР
107	Покрытие 3-слойное на основе эпоксидной смолы ЭД-5 и ЭД-6	Для окраски внутренней поверхности экстрактора, используемого в масло-жировой промышленности	1. Слой—грунт ЭП-01 красный: эпоксидная смола ЭД-5, сурик железный, растворитель Р-4 (толуол, бутилацетат, ацетон) 2. Слой — шпаклевка ЭП-00-2; смола эпоксидная ЭД-5, каолин 3. Слой—эмаль ЭМ-73 белая: смола эпоксидная ЭД-6, двуокись титана (малярная, пигментная), растворитель Р-4 (толуол, бутилацетат, ацетон)		126—11/128—3 27.III.69	Минздрав СССР

1	2	3	4	5	6	7
108	Покрытие на основе смолы ЭД-5 *	ГОСТ 10587—63	Для защиты внутренней поверхности дощников для хранения капусты	Дифенилолпропан, эпихлоргидрин, полиэтиленполиамин, ацетон	08с/Б—7—354 29.VII.69	Минздрав РСФСР
109	Покрытие на основе эпоксидных смол	ГОСТ 10587—63	Для покрытия емкостей, предназначенных для хранения соков, безалкогольных напитков, а также и для применения в молочной промышленности	1 слой — грунт ЭС: эпоксидная смола ЭД-5, железный сурик, ацетон, полиэтиленполиамин 2 слой — грунт ЭК (наносится на грунт ЭС): эпоксидная смола ЭД-5, каолин, полиэтиленполиамин 3 слой — эмаль ЭТК (наносится на грунт ЭК): эпоксидная смола ЭД-6, двуокись титана, ацетон, полиэтиленполиамин	123—15/22 22.III.62	Минздрав СССР
110	Покрытие эпоксидное		Для заделки швов внутренней обшивки рефрижераторных камер (в условиях опытной эксплуатации)	1 слой (промазочный) — эпоксидный компаунд К-153, эпоксидная смола ЭД-5, жидкий тиокол, полиэфиракрилат, полиэтиленполиамин	08с/Б—7б—889 11.III.68	Минздрав РСФСР

* В порядке опытной эксплуатации.

1	2	3	4	5	6	7
				2 слой (основной) — эпоксидный компаунд К-153, алюминиевая пудра, полиэтиленполиамин, армирующий материал — стеклоткань бесцветная марка АСТ-Т(б) 3 слой (отделочный) — эпоксидный компаунд К-153, алюминиевая пудра, полиэтиленполиамин		
111	Полиакриламид (с содержанием свободного мономера не выше 0,5%)		1. Для осветления вин 2. Применяется для пропитки мешков при их изготовлении 3. Коагулянты для очистки соков первой сатурации в свекло-сахарном производстве		126—14/2414—3 12.II.69 123—14/343—7 26.V.65 126—11/359—3 15.III.68	Минздрав СССР Минздрав СССР Минздрав СССР
112	Полиакриламид (с содержанием мономера не выше 0,5% в комплексе с бетонитом) *		Интенсификация осветления и стабилизации виноградных и плодоягодных вин		126—14/174—3 7.III.68	Минздрав СССР

* Применять свежеприготовленные растворы.

1	2	3	4	5	6	7
113	Поливинилхлоридные трубки		В качестве покрытия крюков троллей для навешивания мясных туш	Поливинилхлорид, смола поливинилхлоридная, дибутилфталат, окись цинка, стеарат кальция	06с—3А/1152 6.VI.64	Минздрав Молдавской ССР
114	Поливинилхлорид марки Ш-46		Шланги доильных агрегатов. Кратковременный (минуты) контакт с молоком	Поливинилхлорид, диоктилфталат, эпоксидированное соевое масло, стеарат кальция, стеарат цинка, топанол	126—11/698—3 27.VIII.69	Минздрав СССР
115	Поливинилхлорид марки Ш-62		То же	Поливинилхлорид, диоктилфталат, эпоксидированное соевое масло, стеарат кальция, стеарат цинка, топанол, пигмент голубой фталоцианиновый	126—11/698—3 27.VIII.69	Минздрав СССР
116	Полиизобутилен П-20		Уплотнительные прокладки к кроненпробкам пиво-безалкогольных напитков	Полиизобутилен П-20, каолин, литапон	3/7920 23.VIII.63	Минздрав Латвийской ССР
117	Полиметилметакрилат с добавлением 2 и 4% бутилакрилата		Трубы доильных аппаратов	Чистый полиметилметакрилат, сополимер метилметакрилата с бутилакрилатом	126—11/698—3 27.VIII.69	Минздрав СССР

1	2	3	4	5	6	7
118	Полиметилметакрилат литьевой ЛПТ-1	МРТУ 6М 871—62	Для изготовления деталей кухонной и посудомоечной машин		126—14/2042—3 19.IX.68	Минздрав СССР
119	Полиметилметакрилат марки ЛСОМ	ВТУ П—126—67	Для соковыжималки — корпус, толкатель, крышка и стакан для сбора сока; для миксера — стакан; для овощерезки — корпус, толкатель и крышка; для посудомоечной машины материал может быть использован, если заказчика не смущает появление матовости материала при контакте с горячей водой	Метилметакрилат, додецил- или лауирилмеркаптан. Порофор (азодиизобутилонитрил)	126—11/174—3 1.IX.69	Минздрав СССР
120	Полимерцементные составы на найрите Л-3П и на латексе ДВХБ-70		Для крепления керамических плиток на рыбопромысловых судах		126—14/2520—3 12.II.69	Минздрав СССР

1	2	3	4	5	6	7
121	Полипропилен марки ПП-1 *	СТУ 36—13—126—65	Для соковыжималки и овощерезки — толкатель и крышки; для посудомоечной машины — корпус и крышка	СаО-6, тинувин, двуокись титана	126—11/174—3 1.IX.69	Минздрав СССР
122	То же	СТУ 36—13—126—65	Для изготовления деталей кухонной и посудомоечной машин		126—14/2042—3 19.IX.68	Минздрав СССР
123	Полипропилен марки Л6П10/040. Стабилизированный СаО-6 (бис-5 метил-3-третбутил-2, оксифенилмоносульфид) при содержании атактической фракции до 1,0%, индекс расплава 3,5—4,5 *г*/10 мин	МРТУ 6—05—1105—67	Изготовление ткани для фильтрования творога от сыворотки при условии обработки ткани перед эксплуатацией 1% раствором кальцинированной соды (в течение 30 мин.), затем горячей водой до полного удаления моющего раствора и стерилизации кипячением в течение 10—15 мин		126—14/1165—3 29.X.69	Минздрав СССР

* В инструкции по применению необходимо оговорить тщательную обработку деталей горячей водой перед первым употреблением.

1	2	3	4	5	6	7
124	Полипропилен марки 04П01, стабилизированный дилаурилтиодипропионатом и топанолом СА при содержании атактической фракции до 2%	МРТУ 6—05—1105—67	Изготовление деталей молочного сепаратора		126—14/1965—3 31.X.69	Минздрав СССР
125	Полипропилен марок 01П10/002; 02 П10/003 при индексе расплава 0,2—0,3 *г*/10 мин с содержанием атактической фракции до 2%	МРТУ 6—05—1105—67	Крышки для домашнего консервирования Для изготовления изделий, соприкасающихся с пищевыми продуктами		08с/Б—7б—1414 12.VII.68 08с/Б—7б—293 29.III.68	Минздрав РСФСР Минздрав РСФСР
126	Полипропилен		Для изготовления подносов в общественном питании		08с/Б—7б—2078 9.X.67	Минздрав РСФСР
127	Полистирол блочный марки «Д», прозрачный неокрашенный	ГОСТ 9440—60	1. Для изготовления изделий «Взбивалка» 2. Крышки к ручной картофелечистке	Стирол	126—14/2146—3 21.X.68 08с/Б—7—416 25.II.64	Минздрав СССР Минздрав РСФСР
128	Полистирол блочный марки «Т»		Для изготовления пельменниц		08с/Б—7б—535 20.III.67	Минздрав РСФСР
129	Полистирол блочный и суспензионный	ГОСТ 9440—60 МРТУ 6—05—928—64	Конфетницы, сахарницы, подносы, хлебницы и т. д.		08с/Б—7—437 18.III.64	Минздрав РСФСР

1	2	3	4	5	6	7
130	Полистирол блочный и эмульсионный	ГОСТ 9440—60	1. Сахарницы, подносы, конфетницы, хлебницы		123—9/12 3.III.64	Минздрав СССР
			2. Для изготовления ручек и футляров к зубным щеткам		123—9/57 25.III.64	Минздрав СССР
			3. Для внутренней облицовки домашних холодильников		08с/Б—2—538 23.III.64	Минздрав РСФСР
131	*Полистирол* компаундированный марки «ПК» (производство Кусковского химзавода)	ВТУ Г—103—67	1. Изготовление блюдец-подносов (изделия № 5282)	Полистирол суспензионный, каучук, масло вазелиновое или бутилстеарат, двуокись титана	126—14/56—3 8.I.68	Минздрав СССР
			2. Для изготовления изделий «Взбивалка»		126—14/2146—3 21.X.68	Минздрав СССР
132	Полистирол ударопрочный суспензионный марки ПС-СУ (*на основе каучука* «Интен»)		Изготовление деталей домашнего холодильника		126—5/15—3 10.I.68	Минздрав СССР
133	Полистирол ударопрочный суспензионный марки ПС-СУ2 (содержание остаточного мономера—стирола *не более* 0,1%)	МРТУ 6—05—956—69	1. Терки для фруктов и овощей	Стирол, каучук («Интен» 55 или СКД ЛП) (пластификатор масло вазелиновое медицинское, краситель — двуокись титана, стабилизатор—фосфит НФ, стеарат цинка)	08с/Б—7—Б—945 16.VIII.67	Минздрав РСФСР
			2. Для изготовления изделий «Взбивалка»		126—14/2146—3 21.X.68	Минздрав СССР
			3. Для внутренней облицовки домашних холодильников		123—9/3 15.I.64	Минздрав СССР
					08с/Б—2—538 23.III.64	Минздрав РСФСР

1	2	3	4	5	6	7
			4. Для производства изделий широкого потребления		123—9/12 3.III.64	Минздрав СССР
			5. Противни конвейера, по которому движется салака		3/3—204 7.VI.64	Минздрав Латвийской ССР
			6. Лотки и подносы		08с/Б—7—561 23.III.64	Минздрав РСФСР
134	Полистирол марки СНП		Лотки для установления банок со специями, ящики для кастрюль, скобы для крышек, лотки для сервирования столов, лотки для сыпучих продуктов, бункер для овощей		08с/Б—7—2293 3 X.64	Минздрав РСФСР
135	Полистирол марки СНП-2 (содержание остаточных мономеров: стирола не более 0,5%, акрилонитрила не более 0,01%	СТУ 77—4—94—62 СТУ 36—13—858—62	Для внутренней облицовки холодильника	Сополимер стирола с акрилонитрилом, каучук СКН-26, пластификатор — дибутилфталат, стабилизатор — алкофен Б, краситель — двуокись титана, смазка — стеарат кальция	126—Н/8—10—33 27.VIII.64	Минздрав СССР —

1	2	3	4	5	6	7
136	Полистирол марки СНП-2П (содержание остаточных мономеров: стирола не более 0,25%, акрилонитрила не более 0,008%)		1. Для изготовления головок автосифонов контакт с водой кратковременный)	Сополимер стирола с акрилонитрилом, каучук СКН-26 (бутадиенстирольный)	126—14/2400—3 25.XII 68	Минздрав СССР
			2. Упаковка пищевых продуктов, имеющих влажность не более 55% со сроком хранения не более 10 дней (сыры, типа «Янтарь», «Сливочный», творог, мясо, копченая, сырая и присоленная рыба, сухие и сыпучие продукты)	2,4,6-три-третбутилфенол, масло вазелиновое медицинское или дибутилсебацинат, стеарат кальция	126—14/1234—3 11 VIII.69	Минздрав СССР
137	Полистирол марки СНП-К (пластифицированный диоктилфталатом)		Для упаковки сыпучих пищевых продуктов, свежих и сухих фруктов, ягод и овощей, детских игрушек, предметов широкого потребления (за исключением тарелок, бытовых емкостей, фляг и пр., игрушек для детей ясельного возраста		126—5/478—3 2 I 69	Минздрав СССР

1	2	3	4	5	6	7
138	Полистирол ударопрочный марки УП-1		1. Лотки и подносы		08с/Б—7—561 23.III.64	Минздрав РСФСР
			2. Для внутренней облицовки холодильников		126—Н/8—10—33 27.VIII.64	Минздрав СССР
139	Полистирол ударопрочный марки УП-1Л [1]	МРТУ 6—05—956—67	1. Для изготовления деталей электромиксера «Метеор»		08с/Б—7б—1636 30.IX.67	Минздрав РСФСР
			2. Для изготовления изделий «Взбивалка»		126—14/2146—3 21.X.68	Минздрав СССР
			3. Изготовление шинковки		126—14/538—3 17.V.68	Минздрав СССР
140	Полистирол ударопрочный марки УП-1Э (содержание остаточного мономера стирола не более 0,55%)	МРТУ 6—05—956—69	1. Изготовление внутреннего шкафа, панели дверей и дверец холодильной камеры домашних холодильников	Стирол, каучук, СКД, стеарат цинка, перекись дитретичного бутила, гидроперекись кумола; перекись дикумила, нормальный лаурилмеркаптан, вазелиновое масло, двуокись титана, голубой фталоцианиновый, полигард, стеариновая кислота	123—5/151 2.III.68	Минздрав СССР
			2. Емкости для холодильника «Тамбов»		123—5/91—3 20.VIII.69	Минздрав СССР

[1] Использовать полимеры светлых тонов.

1	2	3	4	5	6	7
141	Полистирол ударопрочный марки УПП (содержание остаточного мономера стирола не более 0,5%)		Для внутренней облицовки *холодильников*	Стирол, каучук «Интен» 55 № «А» или СКД-ЛП, пластификатор масло вазелиновое медицинское, стеариновая кислота, стеарат цинка; стабилизаторы беназол П и фосфит НФ	126—Н/8—10—33 27.VIII.64	Минздрав СССР
142	Полистирол ударопрочный на каучуке СКД марки УПП-1СТ (содержание остаточного мономера стирола не более 0,37%)		Емкости для холодильника «Тамбов»	Стирол, каучук СКД, стеариновая кислота, стеарат цинка, Н-лаурилмеркаптан, вазелиновое масло, перекись дитретичного бутила, двуокись титана, голубой фталоцианиновый, полигард	123—5/91—3 20.VIII.68	Минздрав СССР
143	Полистирол ударопрочный марки УПП-2СТ *	СТУ 36—13—153—65	1. Для использования в кондитерской промышленности 2. Подносы под чашки (контакта с пищевыми продуктами не имеют)		123—5/125—3 20.III.69 126—14/1827—3 3.I.69	Минздрав СССР Минздрав СССР

* В технологической инструкции предусмотреть пропускание через анионит и катионит до начала фильтрации раствор агароида горячей (80—90° С) воды в количестве не менее 20-кратного к весу ионитов для обеспечения не только и прогревания, но и промывания.

1	2	3	4	5	6	7
144	Полиэтилен высокого давления (низкой плотности) марок 111ПЭ20/020Т, 112ПЭ20/020-П		Для изготовления тары под рыбопродукцию		126—5/583—3 30.XII.68	Минздрав СССР
145	Полиэтилен высокого давления (низкой плотности) нестабилизированный марки П-2035-Т	МРТУ 6—05—889—62	Изготовление крышек к стеклянным банкам		08с/Б—7—1227/866 25.V.64	Минздрав РСФСР
146	Полиэтилен высокого давления (низкой плотности) марок 112ПЭ20/020П, 147ПЭ20/020В, полученный с помощью перекисных катализаторов		В контакте с пищевыми продуктами *влажностью не выше* 15%, с питьевой холодной водой (*кратковременно*)		126—14/215713 19.VII.68	Минздрав СССР
147	Полиэтилен высокого давления (низкой плотности) марок 112ПЭ20/020Н, 147ПЭ20/020В		Изготовление пленок, предназначенных для контакта с пищевыми продуктами		*126—14/215713* 19.VII.68	*Минздрав* СССР
148	*Полиэтиленовые* вкладыши (полиэтилен высокого давления — *низкой плотности*) марок П-20-20-П и П-20—70П		Для жестяных банок № 14 и 15 емкостью 3—8 л, покрытых лаком ЭП-527 под расфасовку томатпасты и повидла		126—14/1047—3 3.VI.68	Минздрав СССР

1	2	3	4	5	6	7
149	Полиэтилен высокого давления (низкой плотности) марок 1085—67, 111ПЭ20/020Т, 113ПЭ20/020 и 142ПЭ20/020П		Емкости без крышек для контакта с пищевыми продуктами с влажностью до 15%		126—5/374—3 7.VIII.68	Минздрав СССР
150	Полиэтилен высокого давления (низкой плотности) марки П-2070П	МРТУ 6—05—889—65	Изготовление тазиков для заморозки мясных блоков при 18—23° С в течение 24—48 час		126—14/387—3 22.II.68	Минздрав СССР
151	Полиэтилен высокого давления (низкой плотности) стабилизированный		Для изготовления опытного подземного молокопровода на участке от фермы к экспериментальному заводу ВНИИ (г. Углич)	Стабилизирован СаО-6: бис-(5-метил-3-трет-бутил-2-оксифенил) — моносульфид или 2246: бис-(5-метил-3-трет-бутил-2-оксифенил) метан (бисалкофен БП)	126—14/2599—3 1968	Минздрав СССР
152	Полиэтилен высокого давления (низкой плотности) нестабилизированный марки П-2010-В		Тазики-лотки для транспортировки и реализации студня		126—14/557—3 19.IV.68	Минздрав СССР

1	2	3	4	5	6	7
153	Полиэтилен высокого давления (низкой плотности) нестабилизированный марки П2020Т	МРТУ 6—05—889—65	1. Банночки для пищевого льда в домашних холодильниках		08с/Б—7—2645 21.III.66	Минздрав РСФСР
			2. Для изготовления изделий «Взбивалка»		126—14/2146—3 21.X.68	Минздрав СССР
			3. Кружки, лейки (с обязательным оттиском «для холодной воды»)		08с/Б—76—1027 25.VII.68	Минздрав РСФСР
			4. Тазики для заморозки блоков мяса		08с/Б—76—502 12.IV.68	Минздрав РСФСР
154	Полиэтилен высокого давления (низкой плотности) марки П2035	МРТУ 6—05—889—65	Для изготовления изделий «Взбивалка»		126—14/2146—3 21.X.68	Минздрав СССР
155	Полиэтилен высокого давления (низкой плотности) марки П2020Т	МРТУ 6—05—889—65	1. Изготовление крышек к стеклянным банкам		08с/Б—7—1227/866 25.V.64	Минздрав РСФСР
			2. Для изготовления крышек к стеклянным банкам с жидкой горчицей		08с/Б—76—71 17.I.68	Минздрав РСФСР
156	Полиэтилен высокого давления (низкой плотности) марок П2020Т, П2018В	МРТУ 6—05—889—65	1. Для изготовления пакетов для разлива молока	Пигментированный двуокисью титана (марка РО-2 ГОСТ 980865) и содержащий скользящую добавку (амид олеиновой кислоты)	126—14/1825—3 29.XI.68	Минздрав СССР

1	2	3	4	5	6	7
			2. Упаковка творога *	Пигментированный двуокисью титана (марка РО-2 ГОСТ 980865) и содержащий скользящую добавку (амид олеиновой кислоты)	126—14/2203—3 23.X.69	Минздрав СССР
157	Полиэтилен высокого давления (низкой плотности) марок П2020-Т и П2035-Т	МРТУ 6—05—889—65	Крышки		08с/Б—7—1933 15.VIII.64	Минздрав РСФСР
158	Полиэтилен высокого давления (низкой плотности) П2020-Т, защищенный пленкой целлофанполиэтилен	МРТУ 6—05—889—65 СТУ 102—1414—64	Для хранения в течение 4 месяцев яблочного сока в пакетах, расфасованного в ассептических условиях		№ 689 9.II.65	Минздрав УССР
159	Полиэтилен высокого давления (низкой плотности) марки П2070-П	МРТУ 6—05—889—65	1. Для покрытия бумажных пакетов «тетрапак» под кефир		08с/Б—7—1476 9.VII.63	Минздрав РСФСР
			2. Для покрытия бумажных пакетов «тетрапак» под молоко		08с/Б—7—24 7.I.63	Минздрав РСФСР

* *Временно на два года (1970—1971).*

1	2	3	4	5	6	7
160	Полиэтилен высокого давления (низкой плотности) нестабилизированный марки П2070-П (индекс расплава 5,4 *г*/10 мин)	МРТУ 6—05—889—65	Фляги, полученные методом спекания полиэтиленового порошка при температуре 160—190° С в среде азота		123—9/145 30.IX.64	Минздрав СССР
161	Полиэтилен высокого давления (низкой плотности) марки П2020-Т	ГОСТ 10354—63 МРТУ 6—05—889—65	Вкладыши в сухотарные бочки при упаковке, перевозке и хранении сельди и соленой рыбы		123—9/40 27.IV.63	Минздрав СССР
162	Полиэтилен высокого давления (низкой плотности) нестабилизированный и неокрашенный марок: П2020Т, П2010В, П2035Т, П2006	МРТУ 6—06—889—65	Крышки в условиях домашнего консервирования (только для укупорки варенья, джема, повидла, солений — огурцов и помидоров, а также компотов для недлительного хранения *		126—5/217—3 28.VII.69	Минздрав СССР
163	Полиэтилен нестабилизированный высокого давления (низкой плотности) марок П2020Т, П2010В, П2006		Для хранения морковки		126—14/1329—3 24.VI.69	Минздрав СССР

* *При условии укупорки крышками мгновенно при термической обработке (стерилизации) содержимого банки.*

1	2	3	4	5	6	7
164	Полиэтилен высокого давления (низкой плотности) марок: 111ПЭ 20/020-Т 113ПЭ 20/020-О 115ПЭ 20/070-В 128ПЭ 20/040-П 133ПЭ 20/003-Л 148ПЭ 20/007-В	МРТУ 6—05—1085—67	Емкости без крышек для контакта с пищевыми продуктами с влажностью до 15% *	Полученных с применением перекисных катализаторов (дитретбутил перекиси лаурила 0,017% и третбутилпербензоата — 0,03%)	126—11/731а—3 22.IX.69	Минздрав СССР
165	Полиэтилен высокого давления (низкой плотности) марки П-2010В нестабилизированный	МРТУ 6—05—889—65	Для изготовления пакетов и пленок, предназначенных для упаковки и транспортировки сахара в страны с тропическим климатом		126—14/577—3 10.III.69	Минздрав СССР
166	Полиэтилен высокого давления (низкой плотности) неокрашенный	МРТУ 6—05—889—65	Для изготовления фляг емкостью 1 *л* при условии выштамповки «для холодной воды»		08с/Б—7б—845 16.VI.69	Минздрав РСФСР
167	Полиэтилен высокого давления (низкой плотности) марки П2020Т		1. Термосы с изоляционным кожухом к самоходным комбайнам СК-4		08с/Б—7б—301 4.III.69	Минздрав РСФСР

* Временно, на 2 года.

1	2	3	4	5	6	7
			2. Вкладыши в бочки для квашения капусты		08с/Б—76—1290 9.IX.69	Минздрав РСФСР
			3. Тары для транспортировки творога, сырков (расфасованных)		08с/Б—76—1440 28.III.69	Минздрав РСФСР
168	Полиэтилен высокого давления (низкой плотности) марки 112-ПЭ-20/0-20П		Тубы под горчицу		08с/Б—76—1451 14.VIII.69	Минздрав РСФСР
169	Полиэтилен низкого давления (высокой плотности) марки П4020-Э	МРТУ 6—05—890—65	Ручки к зубным щеткам		10/4—443 31.XII.64	Минздрав Латвийской ССР
170	Полиэтилен низкого давления (высокой плотности) марки П4040-П	МРТУ 6—05—890—65	Секционные рамки для нужд пчеловодства		08с/Б—7—174/1428 17.VI.64	Минздрав РСФСР
171	Полиэтилен низкого давления (высокой плотности) П4007Э (индекс расплава в пределах 0,7—0,9) и полипропилен марок ПП-4, ПП-5 (индекс расплава в пределах 1,5—2,0) с содержанием атактической фракции до 2%, нестабилизированный		Изготовление лотков для перевозки фруктов и овощей авиатранспортом		126—14/226—13 24.I.68	Минздрав СССР

1	2	3	4	5	6	7
172	Полиэтилен низкого давления (высокой плотности) стабилизированный стеаратом кальция	МРТУ 6—05—890—65	Изготовление лотков для транспортировки и хранения хлебобулочных изделий		126—14/750—3 5.IV.68	Минздрав СССР
173	Полиэтилен низкого давления (высокой плотности) марки П4007	МРТУ 6—05—890—65	Рекомендованы для изготовления крышек для домашнего консервирования		08с/Б—7б—1489 10.VIII.67	Минздрав РСФСР
174	Полиэтилен низкого давления (высокой плотности) марки 20506-007 (индекс расплава в пределах 0,4—0,9) нестабилизированный и стабилизированный СаО-6	МРТУ 6—05—890—67	Для изготовления изделий, соприкасающихся с пищевыми продуктами		08с/Б—7б—293 29.III.68	Минздрав РСФСР
175	Полиэтилен низкого давления (высокой плотности)	МРТУ 6—05—890—64	Для изготовления подносов для предприятий общественного питания, совков для сыпучих товаров, ящиков для перевозки расфасованного и завернутого мороженного и полуфабрикатов		08с/Б—7—2662 22.X.64	Минздрав РСФСР

1	2	3	4	5	6	7
176	Полиэтилен — лавсан		Для контакта с пищевыми влажными продуктами при температуре 50—60° С, а также для упаковки пищевых концентратов, содержащих не более 15% жира		126—14/624—3 27.VI.69	Минздрав СССР
177	Полиэтилен — целлофан		Для контакта с пищевыми влажными продуктами при температуре 40° С, а также для упаковки пищевых концентратов, содержащих не более 15% жира		126—14/624—3 27.VI.69	Минздрав СССР
178	Полиэтиленовая пленка нестабилизированная марок «А» и «Б»		Пакеты для расфасовки и упаковки макаронных изделий		08с/Б—7—1623 5.IX.66	Минздрав РСФСР
179	Полиэтиленовая пленка (толщиной 200 микрон)		Для изготовления мешков, предназначенных для упаковки соли на экспорт		126—14/1449—3.VII.68	Минздрав СССР

1	2	3	4	5	6	7
180	Прокладка в кроненпробки и в алюминиевые колпачки		Для укупорки ликеро-водочных и безалкогольных напитков	Полиизобутилен П-200 (ГОСТ 13303—67), полиэтилен высокого давления марки П2070П, бумага СТУ 30-63-32-69, поликремневая кислота (белая сажа) марки У-333, парафин марки П-1 (ГОСТ 13577-68)	08с/Б—7—1190 1969	Минздрав РСФСР
181	Смолы ионообменные КУ-2 и АВ-16Г		Для очистки раствора при производстве пищевой лимонной кислоты		126—5/205—3 27.VII.68	Минздрав СССР
182	Смола обесфеноленная феноформальдегидная		Для покрытия и склеивания фанеры, идущей на изготовление бочек, предназначенных под пищевые продукты	Состав фенол, формалин, едкий натр, вода	113—17/173 28.VII.53	Минздрав СССР
183	Смола эпоксидная марки ЭД-6, отвержденная полиэтиленполиамином		Для покрытия внутренних поверхностей, стен и пола складов бестарного хранения сахара песка		126—14/138—3 2.IV.69	Минздрав СССР

1	2	3	4	5	6	7
184	Смола эпоксидная		Для покрытия внутренних поверхностей железобетонных сборных элементов мучных силосов	ЭД-5, кварцевый песок, мармалит, полиэтиленполиамин	126—14/681—3 18.XII.68	Минздрав СССР
185	Смола «Резит»		Для изготовления мундштуков	Фенолформальдегидная смола	123—10/17 19.XI.59	Минздрав СССР
186	Смола 101	ТУ МХП КУ—328—53	1. Для наклейки этикеток на бутылки с пивом и безалкогольными напитками	Паратретичный бутилфенол, формальдегид	3/3—106 19.II.64	Минздрав Латвийской ССР
			2. Для наклейки этикеток на оригинальную упаковку в молочно-консервном производстве		3/3—106 19.II.64	Минздрав Латвийской ССР
187	Смолка Л-3	ТУ МХП 240—60	Для наружного опечатывания пробок посуды с виноводочными изделиями		08с/Б—7—614 14.V.62	Минздрав РСФСР
188	Сополимер МСН-1	ГОСТ 12271—66	Для соковыжималок — толкатель крышки; для овощерезки — толкатель крышки; для посудомоечной машины — крышки	Метилметакрилат, стирол, нитрил акриловой кислоты, перекись бензоила, додецил- или лаурилмеркаптан	126—11/174—3 1.IX.69	Минздрав РСФСР

1	2	3	4	5	6	7
189	Спирт этиловый технический (гидролизный)	ГОСТ 8314—57	1. Для растворения анилиновых красителей, наносимых на пищевую тару (стаканчики бумажные, коробочки для мороженого, соли и т. д.)		08с/Б—7—110 21.I.64	Минздрав РСФСР
			2. Для растворения красителей, применяемых для окраски курительных трубок из древовидного корня вереска, бриар и буковых, а также для окраски и промывки деталей мундштуков из органического стекла		123—14/201 7.II.64	Минздрав СССР
			3. Для растворения красителей при окрашивании алюминиевой фольги		123—9/24 20.II.64	Минздрав СССР

1	2	3	4	5	6	7
190	Стабилизаторы: 2-окси-4алк (C_{7-9}) оксибензофенон (бензон ОА), 2-окси-4-октоскибензофенон (бензон ОО), бис-(5-метил-3-трет-бутил-2-оксифенил)-метан (Бисалкофен БП), 2,6-диизоборнил-4-метилфенол (Алкофен ДИП).	ВТУ 16—64 СТУ 36—13—32—64	В качестве стабилизаторов пластмасс, используемых в пищевой промышленности, водоснабжении, для изготовления детских игрушек	Вводится в количествах от 0,01% до 1,0%	123—9/135 18.XI.64	Минздрав СССР
190а	Стабилизатор СаО-6, Бис-(5-метил-3-трет-бутил-2-оксифенил)-моносульфид (Тиоалкофен БП)	ВТУ 16—64	При производстве синтетических материалов, контактирующих с пищевыми продуктами		123—9/132 15.VIII.64	Минздрав СССР
191	Бумажные стаканчики (покрытые парафином марки А и Б)	ГОСТ 784—53	Упаковка зерненого творога (жирность 6%)		123—14/794—7 15.V.67	Минздрав СССР
192	Стекло жидкое	ГОСТ 962—41	Для силикатирования бочек под топленное масло	Силикат натрия	113—14/65 30.I.52	Минздрав СССР
193	Стекло органическое марки ПА с остаточным количеством мономера в готовом изделии 0,2—0,3% и при условии отмывки	ТУ 26—54	1. Емкости для домашних холодильников	Метиловый эфир метакриловой кислоты, перекись бензоила, дибутилфталат, крупка, стружка ММА	08с/Б—76—985 24.VI.69	Минздрав РСФСР

1	2	3	4	5	6	7
	мономера — метилового эфира метакриловой кислоты в течение 6 суток проточной водой с температурой 40° С		2. Для изготовления молокопроводов на молокозаводах и деталей, соприкасающихся с молоком		123—7/34 17.IV.61	Минздрав СССР
194	Стекло органическое		Для ящиков в качестве внутрицеховой тары под ястыки кетовой икры		123—10/55 15.VII.58	Минздрав СССР
195	Стеклопластик		В качестве покрытия крюков троллей для навешивания мясных туш	Стекловолокноэпоксиднодиеновая смола ЭД-6, ацетон, полиэтиленполиамин, дибутил-фталат	06с—3А/1152 6.VI.64	Минздрав Молдавской ССР
196	Стеклопластик		В конструкциях аспирационных камер зерноочистительных машин (необходимо, чтобы отходы не задерживались в камере более 3 суток и не использовались в составе комбикорма для скота)	Стеклоткань АСИИ (σ)-C_2 (МРТУ 6М—814), стекложгут (МРТУ 6—05—396—63) Полиэфирная смола ПН-1 (ВТУ ЛСНХ 33085—60) Нафтенат кобальта (ВТУ ЛСНХ 31104—60); двуокись титана (ВТУ ЛСНХ 30022—59); гипериид (ТУ № БУ—11—53); шпаклевка ЦН008 (ТУ МХП 958—47)	126—14/2457 7.V.69	Минздрав СССР

1	2	3	4	5	6	7
197	Сульфанол		Для мытья посуды на предприятиях общественного питания		123—7/57 24.V.61	Минздрав СССР
198	Сурик железный на олифе	ГОСТ 8135—62 ГОСТ 7931—56	Для покрытия цистерн и водонапорных баков		113—17/125 30.III.54	Минздрав СССР
199	Сурик свинцовый на олифе	ГОСТ 1787—50	Для покрытия ребристых охлаждающих частей холодильников		113—17/59 18.XI.54	Минздрав СССР
200	Титан двуокись	ВТУ 410—54	В качестве красителя пластмасс при условии отсутствия растворимых солей бария и цинка, а также солей тяжелых металлов.		123—17/18 28.IX.64	Минздрав СССР
201	Ткань капроновая арт. 1559 с пропиткой кремний — органическим каучуком СКТ		Для фильтрации соков и сиропов при условии: содержание в капроновом волокне остаточного мономера капролактама не должно превышать 1%; капроновая ткань после пропитки СКТ должна быть промыта в течение 2 часов при температуре 30° для удаления примесей		123—5/231—3 27.VIII.68	Минздрав СССР

1	2	3	4	5	6	7
202	Фанера марки ФСФ и ФК, склеенная мочевино-формальдегидной смолой марки М-19-62	МРТУ 13—06—4—67	Шинковки для капусты		08с/Б—7—1204 17.VII.68	Минздрав РСФСР
203	Фенопласт К-21-22 (фенолит)	ГОСТ 5689—60	Корпуса электродвигателей к универсальной бытовой машине «Белка»		08с/Б—7—2397 11.X.65	Минздрав РСФСР
204	Фольга алюминиевая, кашированная клеями марок МЦП-IV (НМЗ), МЦП-IV (НПВ)		Для упаковки сливочного масла	Церезин Полиизобутилен Канифоль Масло вазелиновое	126—14/1406—3 25.IX.69	Минздрав СССР
205	Фольга алюминиевая, кашированная клеем марки МЦП-III		Для упаковки сливочного масла	Парафин Полиизобутилен Канифоль Масло вазелиновое	126—14/1406—3 25.IX.69	Минздрав СССР
206	Фольга алюминиевая, кашированная клеем марки МЦП-V		Для упаковки сливочного масла	Парафин Церезин Полиизобутилен Масло вазелиновое	126—14/1406—3 25.IX.69	Минздрав СССР
207	Фольга, кашированная нестабилизированным полиэтиленом высокого давления марки П2070П		Для упаковки и выпуска опытной партии столовой горчицы и соуса «Южный» (расфасовка на автоматах «Волкогон», ФРГ)		08с/Б—7б—154 2.II.68	Минздрав РСФСР

1	2	3	4	5	6	7
208	Хохломская роспись		Ложки	Природная жирная глина; натуральное льняное масло; смесь подсолнечного натурального масла с лаком 4С (ГОСТ 5470—50); алюминиевый порошок-пудра (ГОСТ 5494—50); сажа газовая (ГОСТ 7848—56) или кадмий красный (ГОСТ 11826—66); Лак 3-30-59 (СТУ 30—9131—63): ксиленол-фенол-формальдегидная смола КЭ-Э (ксиленол, фенол, формальдегид), эпоксидная смола Э-05 (эпоксидная смола Э-33; дифенилолпропан, эпихлоргидрин, сульфат, целлюлозы; пиперидин)	08с/Б—7—713 20.VI.69	Минздрав РСФСР

1	2	3	4	5	6	7
209	Церезин марок М-57, М-67		Для пропитывания бумажных стаканчиков под расфасовку сметаны		08с/Б—7—3157 14.XII.64	Минздрав РСФСР
210	Эмаль		Для покрытия внутренней поверхности бочек под тузлучные рыбопродукты	Канифоль (ГОСТ 797—50), парафин (ГОСТ 784—53), петролатум (ГОСТ 4096—62)	123—8/80 29.VIII.57	Минздрав СССР
211	Эмаль белковоустойчивая ЭП-547 (с алюминием) *		Лакирование белой жести для консервной тары под мясные и рыбные продукты (натуральные и в масле)	Фенолпаратретбутилфенолформальдегидная смола ФПФ-1: паратретбутилфенол, фенол, формальдегид, едкий натр, соляная кислота, бутанол, ортофосфорная кислота. Эпоксидная смола Э-05: дифенилолпропан, эпихлоргидрин, едкий натр, карбоксиметилцеллюлоза (КМЦ)	126—14/1706—3 8.V.69	Минздрав СССР

* До 1.I 1972 г.

1	2	3	4	5	6	7
212	Эмаль белковоустойчивая ЭП-547 (с окисью алюминия) *		Лакирование белой жести для консервной тары под мясные и рыбные продукты (натуральные и в масле	Фенолпаратретбутилфенолформальдегидная смола ФПФ-1: паратретбутилфенол, фенол, формальдегид, едкий натр, соляная кислота, бутанол, ортофосфорная кислота. Эпоксидная смола Э-05, дифенилолпропан, эпихлоргидрин, едкий натр, карбоксиметилцеллюлоза (КМЦ)	126—14/1896—3 4.IX.69	Минздрав СССР
213	Эмаль белковоустойчивая ЭП-527 (с окисью цинка) *		Лакирование белой жести для консервной тары под рыбные консервы (натуральные и в масле)	Фенолпаратретбутилфенолформальдегидная смола ФПФ-1: паратретбутилфенол, фенол, формальдегид, едкий натр, соляная кислота, бутанол, ортофосфорная кислота. Эпоксидная смола Э-05: дифенилолпропан, эпихлоргидрин, едкий натр, карбоксиметилцеллюлоза (КМЦ). Алкидно-	126—14/Г706—3 8.V.69	Минздрав СССР

* До 1.1. 1972 г.

1	2	3	4	5	6	7
				эпоксидная смола Э-30К: а) смола Э-40: дифенилолпропан, эпихлоргидрин, едкий натр; б) смола полиэфирная ГФ-019: фталевый ангидрид, масло льняное, масло тунговое, глицерин, каустическая сода; в) тетралин (тетрагидронафталин) или ксилол, ортофосфорная кислота, окись цинка.		
214	Эмаль белковоустойчивая КР-1	ТУ МППТ 405—51	1. Для лакирования консервной тары для крабов 2. Для покрытия жестяной тары для кондитерских изделий, какао, кофе, чая	Смола 101: паратретичный бутилфенол, формальдегид, цинк-паста, масло тунговое, уайтспирт, резинат марганца, скипидар	08с/Б—7—446 11.V.62	Минздрав РСФСР
215	Эмаль бронзовая		Для окраски наружной поверхности утятниц		08с/Б—7—2487 14.XII.66	Минздрав РСФСР

1	2	3	4	5	6	7
216	Эмаль ВХЭ-4001	ВТУ МХП 4405—55	Для покрытия внутренней поверхности *хлеборазвозочных* кузовов		123—10/94 16.IV.56	Минздрав СССР
217	*Эмаль глифталевая* А-170		*Для покрытия винодельческого* оборудования	*Состав: лак глифталевый*, пудра алюминиевая (ГОСТ 5494—50)	*113—17/380* 3.VII.54	*Минздрав* СССР
218	Эмаль глифталевая алюминиевая АЛ-701	ТУ МХП 1924—49	Для покрытия тары под сливочное и топленое масло	Состав: глифталевый лак, алюминиевая пудра (ГОСТ 5494—50)	113—17/380 3.VII.54	Минздрав СССР
219	*Эмаль перхлорвиниловая* марки ХВ-124 (ПХВ-715Т) ПФ-115	ГОСТ 10144—62 ГОСТ 6465—63	*Для окраски станков* и оборудования, не имеющих непосредственного контакта с пищевыми средами		123—14/1097—7 8.IX.65	*Минздрав* СССР
220	Эмаль пентафталевая серо-голубая № 560 (бессвинцовая эмаль)	ТУ МХП 1764—48	Для покрытия наружных поверхностей хлебных автофургонов		*113—17/270* 7.V.54	*Минздрав* СССР
221	Эмаль молотковая марки МЛ-165	ГОСТ 12034—66	Для окраски наружной поверхности овощерезки		08с/Б—7—662 28.IV.69	Минздрав РСФСР
222	Эмаль МЛ-123	СТУ 14—399—63—07	Для покрытия только наружной поверхности хлебниц		08с/Б—7—2562 14.I.69	Минздрав РСФСР
223	Эмаль МЛ-152	МРТУ 6—10—642—67	То же		То же	Минздрав РСФСР

1	2	3	4	5	6	7
224	Эмаль ХСЭ-А (ХС-76Т)		Для покрытия внутренней поверхности металлических и железобетонных резервуаров, предназначенных для хранения и обработки вина, пива и др. пищевых жидкостей	Состав: смола СВХ-40 (ВТУ 410—54), двуокись титана, растворитель Р-4 (ГОСТ 7827—55), ацетон (ГОСТ 2768—60), бутилацетат (ГОСТ 8981—59), толуол (ГОСТ 4809—49)	123—7/1 30.I.62	Минздрав СССР
225	Эмаль Э-1		В качестве верхнего слоя эмалевого покрытия труб для подачи забортной воды на крабовых заводах	Двуокись кремния, окись кальция, окись алюминия, кобальт, трехокись бора, двуокись титана, окись калия, натрий алюмофторид	123—9/67 23.IV.64	Минздрав СССР
226	Эмалевая пленка КР-1		Для покрытия тары, предназначенной для хранения и транспортировки топленого масла	Смола 101: паратретичный бутилфенол, формальдегид: масло тунговое, уайт-спирт, резинат марганца, скипидар	113—17—111 8.IV.54	Минздрав СССР
227	Эмульсия поливинилацетатная водная	ГОСТ 10002—62	1. Для склеивания папирос 2. Для склеивания бумажной тары (стаканчиков, коробок), предназначенной для упаковки пищевых		123—11/12 13.II.58 123—7/41 3.V.61	Минздрав СССР Минздрав СССР

1	2	3	4	5	6	7
			продуктов при условии, если они не соприкасаются с клеем 3. Для склеивания пакетов в автоматах марки «БРА» при условии, что эмульсия не будет соприкасаться с пищевыми продуктами		08с/Б—7—1998 4.IX.64	Минздрав РСФСР
			4. Для склеивания пакетов при условии: а) затаривание в пакеты сухих продуктов с содержанием влажности не более 15% б) склеивание должно проводиться таким образом, чтобы эмульсия не соприкасалась с пищевым продуктом		08с/Б—7—2423 24.XI.61	Минздрав РСФСР
228	Эмульсия поливинилацетатная водная марки ВВ	ГОСТ 10002—62	Для изготовления кашированной фольги, для упаковки только сухих продуктов (содержащих влагу не более 15%)		08с/Б—7—1263 11.VIII.64	Минздрав РСФСР

1	2	3	4	5	6	7
229	Эмульсия силиконового масла марки ПМС-400		Вносится в рецептуру латексной уплотнительной пасты № 1 и № 2 в количестве 0,001%		126—14/452—3 24.II.69	Минздрав СССР

ИМПОРТНЫЕ МАТЕРИАЛЫ

1	Бумага (Финляндия), соответствующая бумаге с полиэтиленовым покрытием	СТУ 36—10—63	Пакеты «тетра-пак» для упаковки сметаны 10% и 30% жирности	Бумага — основа для пакетов СТУ 30—6029—61, полиэтилен высокого давления нестабилизированный по МРТУ 6—05—889—64, группа Л-27, марка П2070, индекс расплава 6—7	123—11/49—7 3.IV.65	Минздрав СССР
2	Бумага, покрытая эмульсией «Диофан» эмульсия импортная, ФРГ)		1. Тара для длительного хранения сыпучих пищевых продуктов 2. Для хранения влажных и жирных продуктов в сроки, соответствующие требованиям государственных стандартов		№ 688 9.II.65	Минздрав УССР

1	2	3	4	5	6	7
3	Добавки в пластмассы (препараты английских фирм РЕКС Кембели К° ЛДТ и Армар Хесс Кемикал ЛДТ) адоджен 58 и армид-0		Для пищевой промышленности, водоснабжения, для изготовления детских игрушек		126—5/483—3 13.XII.68	Минздрав СССР
4	Картон финский хромэрзац с проклейкой I верхнего и нижнего слоев		Коробки под упаковку мороженого «Пломбир» по 250 *г*		08с/Б—7—1018 12.V.68	Минздрав РСФСР
5	Лак МО 413-р 18388 (ГДР)		Для лакирования консервной тары с последующей стерилизацией		123—8/22—7 30.I.65	Минздрав СССР
6	Оболочка вискозная фирмы «ФА Калле АГ» (ФРГ) *		Упаковка сосисок при условии поставки фирмой стандартных партий оболочек (сравнимых)		04—5/253 26.XI.69	Минздрав СССР
7	Паста уплотнительная «S505» японской фирмы «ТОЙО — ИНК»		Для герметизации швов жестяной тары в консервной промышленности	Синтетический каучук CBR, канифоль, камедь натуральная, метилцеллюлоза, сажа, окись цинка, глинозем, антиокислитель, диспергент, бензоат натрия, олеиновая кислота	126—5/37—2 13.VI.69	Минздрав СССР

* Временно.

1	2	3	4	5	6	7
8	Пластик твердый ПХВ (пластик фирмы «Штаурен», ФРГ)		Для изготовления упаковки сыра «Янтарь»		126—11/960—3 4.X.68	Минздрав СССР
9	Пленка импортная целлофан-полиэтиленовая		Для упаковки майонеза		08с/Б—7—1284 26.VII.66	Минздрав РСФСР
10	Пленка «Крехалон» (типа «Саран») японской фирмы «Куреха» 3 типов: «FD» толщиной 0,35 *мм*; «ЕД» и «СА» толщиной 0,40 *мм*.		Упаковка пищевых продуктов. Хранение при температуре не выше 18° С		04—5/8 15.I.68	Минздрав СССР
11	Пленка итальянская комбинированная фирмы «Грейс» *		Упаковка рыбной продукции при условии строгого соблюдения «Правил упаковки рыбной продукции и рыбной кулинарии в пакеты и мешки из синтетических пленок», разработанных Минрыбхоз СССР и согласованных с Минздравом СССР	Рецепт 1226: найлон, полиэтилен Рецепт 1515: полиэтилен, лакированный целлофан с двух сторон	126—14/1083/3 9.IX.69	Минздрав СССР

* Пищевой продукт контактирует с полиэтиленовой поверхностью при температуре не выше 8° С. Сосиски рыбные в течение 12 часов, рыба жареная — 48 часов.

1	2	3	4	5	6	7
12	Пленка японская «Эстлон — НР» фирмы «ХОКУЕ БУССАН КАЙСЯ»		Для расфасовки рыбной продукции (кулинария, копченые, соленые изделия, прессервы)		08с/Б—7б—1864 19.V.69	Минздрав РСФСР
13	Пленка итальянская комбинированная «Дарван» из полиэтилен-целлофана		Для упаровки рыбной продукции: 1. Балык из осетровых рыб холодного копчения 2. Балык из дальневосточных лососевых холодного копчения 3. Лососи соленые дальневосточные 4. Лососи соленые		126—14/22—3 10.IV.69	Минздрав СССР
14	Пленки поливинилхлоридные фирмы «Фолиен фабрик форгейм»		Упаковка сахаристых продуктов на автомате «Хассия»		126—14/51—3 17.X.69	Минздрав СССР
15	Пленка «Саран» (США)		Для упаковки бескоркового сыра	Продукт полимеризации винилденхлорида и хлористого винила	123—9/134 19.VIII.64	Минздрав СССР

1	2	3	4	5	6	
16	Пленка поливинилхлоридная марки VK 5911B и покровная поливинилхлоридная пленка марки HQ (H913) фирмы «Калле», (ФРГ)		Изготовление коробочек емкостью 50, 150, 250 *г* для затаривания повидла *		126—14/46—3 15.III.68	Минздрав СССР
17	Покрытия лаковые импортные по образцам 9, 10		Для покрытия фольги, предназначенной для упаковки пищевых продуктов при условии отсутствия непосредственного контакта окрашенной поверхности с пищевым продуктом		126—22/896—3 27.III.68	Минздрав СССР
18	Поливинилхлорид по рецептуре *П-72* (импортный)		Для упаковки джемов, варенья (коробочки весом не менее 200 *г*)	Поливинилхлорид (с-60) сополимер (ПХ-2ЭГА) п. 601-17 полигард, СаО-6, стеарат кальция, стеарат цинка, глицерин, диоктилфталат, эпоксидированное соевое масло, тинопал, двуокись титана	126—5/398—3 9.I.69	Минздрав СССР

* Срок хранения не более 3—5 месяцев.

1	2	3	4	5	6	7
19	Поливинилхлорид марки П-73		»	Поливинилхлорид с-60), полигард, СаО-6, стеарат кальция, стеарат цинка, глицерин, диоктилфталат, эпоксидированное соевое масло, тинопал	126—5/398—3 9.I.69	Минздрав СССР
20	Полистирол японский марки «Асахи-Дау» 475 Д		Изготовление тары (стаканчики, коробочки) для упаковки плавленых сыров *		126—5/195—3 23.VII.69	Минздрав СССР
21	Полистирол марки 475«К» японской фирмы «Асахи-Дау»		Для внутренней облицовки холодильников		08с/Б—7—1021 30.VI.66	Минздрав РСФСР
22	Полистирол ударопрочный марки 475 японской фирмы «Асахи-Дау»		Для внутренней облицовки домашних холодильников «Бирюса»		126—9/869—3 13.IX.67	Минздрав СССР
23	Полистирол ударопрочной марки 475-К фирмы БАСФ (ФРГ)		Для производства домашних холодильников «Днепр»		126—5/267а—3 19.IX.67	Минздрав СССР
24	Полистирол марки 475-К фирмы БАСФ (ФРГ)		Для изготовления тазиков для созревания мяса		08с/Б—7б—608 13.V.69	Минздрав РСФСР

* При условии одноразового замачивания тары в горячей воде при температуре 60° С и выдерживания в течение 24 часов с последующей промывкой проточной водой.

1	2	3	4	5	6	7
25	Полиэтилен (Финляндия)		Для изготовления вкладышей для упаковки маргарина		123—11/74—7 17.VI.65	Минздрав СССР
26	Полиэтилен низкой плотности («Алкатен», Англия)		Для упаковки мясных продуктов		123—7/32 14.IV.61	Минздрав СССР
27	Полиэтилен высокого давления марки «Супротен»		Для упаковки хлеба для длительного хранения вторым слоем после фильтровальной бумаги		123—10/22 28.VII.60	Минздрав СССР
28	Полиэтилен низкой плотности ДГД 2005 (итальянская фирма «Келене»)		Крышки для укупоривания стеклянных банок		№ 716 12.II.65	Минздрав УССР
29	Полиэтилен низкой плотности (пленка) «Супротен» (ФРГ)		Для тары, предназначенной предохранять хлеб и плоды от усушки		123—10/51 10.XII.60	Минздрав СССР
30	Полиэтиленовые мешки фирмы «Мейк Трейдинг К° ЛТД»		Для затаривания сухих сыпучих продуктов (макаронные изделия, сахар и др.)		08с/Б—7—3113 3.XII.64	Минздрав РСФСР

	2	3	4	5	6	7
31	Прокладки № 2 из натуральной пробки (Алжир)		Для укупорки фруктовых вод и пива		126—14/905—3 27.VI.69	Минздрав СССР
32	Прокладки пробковые прессованные марокканской фирмы «Аглорекс» и алжирской фирмы «Интермундо»		Укупорка пива и безалкогольных напитков		126—14/97—3 1.III.68	Минздрав СССР
33	Смола эпоксидная «Эпросин» (ЧССР)		Для покрытия емкостей, имеющих непосредственный контакт с вином		123—7/38 29.V.61	Минздрав СССР

СОДЕРЖАНИЕ

Введение 3
Гигиенические требования к изделиям из полимерных материалов (посуде, таре, упаковке и т. п.), предназначенных для контакта с пищевыми продуктами 5
Порядок направления и правила приема образцов для лабораторного исследования 8
Схема санитарно-химического исследования изделий из пластмасс и других синтетических материалов 11
Проведение санитарно-химического исследования изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов или с их применением 12
Химическое исследование вытяжек, полученных после соответствующей обработки изделий 28
Определение общего количества органических веществ в водной вытяжке по их окисляемости 28
Определение бромирующихся веществ 32
Определение общего количества аминосоединений . . 34
Определение акрилонитрила в присутствии аммиака . . 37
Определение амида олеиновой кислоты в водной и молочной вытяжках 42
Определение беназола (тинувина Р,СН 3457, 2-(2′-окси-5′-метилфенил)-бензотриазола) спектрофотометрическим методом 44
Реакция на галоиды по Бельштейну 47
Определение гексаметилендиамина в вытяжках . . . 47
Определение гексаметилендиамина в молоке 49
Определение дибутилфталата и диоктилфталата в водной и NaCl-вытяжках 52
Определение дибутилфталата, диоктилфталата, бутилстеарата, дибутилсебацината и ацетилтрибутилцитрата колориметрическим методом 54
Определение дибутилсебацината, дибутил- и доктилфталатов в масляных вытяжках методом газовой хроматографии 55
Определение диметилового эфира терефталевой кислоты диметилтерефталата) 59
Определние дифенилолпропана 60
Определение канцерогенных ароматических углеводородов, в том числе 3,4-бензпирена 62

Определение Е-капролактама 63
Определение меламина 66
Определение метилового спирта 67
Определение мочевины в водной вытяжке 71
Определение салициловой кислоты 74
Определение стирола 75
Определение триэтилентетрамина с эозином К в водных вытяжках 85
Определение уротропина 86
Определение фенола 86
Определение формальдегида 92
Определение фталевой кислоты и фталевого ангидрида . 100
Определение эмульгатора ОП-10 в водной вытяжке . . 101
Определение эпихлоргидрина 103
Определение этиленгликоля 106
Определение неорганических веществ, входящих в рецептуру исследуемого изделия 112
Определение железа 112
Определение кальция 112
Определение кобальта 114
Определение кремнекислоты 115
Определение марганца 116
Определение мышьяка 117
Определение свинца, меди и цинка 123
Определение титана 129
Определение фтора 133
Определение хрома 140
Приложения 144
Допустимые количества миграции (ДКМ) веществ, выделяющихся из полимерных материалов в модельные среды, и методы их определения 145
Предельно допустимые концентрации вредных веществ в атмосферном воздухе населенных мест 148
Перечень веществ, разрешенных для введения в полимерные материалы, предназначенные для контакта с пищевыми продуктами 150
Форма протоколов анализа образцов посуды, тары и других изделий 151
Перечень синтетических материалов, разрешенных органами здравоохранения для использования в пищевой промышленности 155

Редактор —
канд. мед наук
В. В. СТАНКЕВИЧ
Спецредакторы —
канд. мед. наук
В. В. СТАНКЕВИЧ
канд. мед. наук
М. Я. ТВЕРСКАЯ
Лит. редактор —
Ю. А. ИВАНОВ

Технический редактор *Т. Р. Спекторова* Корректор *Л. П. Блажевич*

БФ 10440. Сдано в набор 30.XII 1971 г. Подписано к печати 2.VI 1972 г. Формат бумаги 84×108¹/₃₂. Печ. физ. листов 7,125. Условн.-печ. листов 11,97. Учетн.-издат. листов 11,75. Тираж 5000. Зак. 1. Бесплатно.

Киевская книжная типография № 5 Комитета по печати при Совете Министров УССР, Киев, Репина, 4.

gost.e-ecolog.ru