Охтинское
научно-производственное объединение
„Пластполимер"

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по осуществлению государственного санитарного надзора за производством и применением полимерных материалов класса полиолефинов, предназначенных для контакта с пищевыми продуктами

Ленинград
1989

gost.e-ecolog.ru

О х т и н с к о е
научно-производственное объединение
"П л а с т п о л и м е р"

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по осуществлению государственного санитарного надзора за производством и применением полимерных материалов класса полиолефинов, предназначенных для контакта с пищевыми продуктами

Ленинград
1989

Методические указания предназначены для специалистов научно-исследовательских гигиенических и технологических институтов, санитарно-эпидемиологических станций и гигиенических кафедр медвузов, для работников центральных заводских лабораторий.

Разработаны Отделом гигиены питания Главного санитарно-эпидемиологического управления Министерства здравоохранения СССР /Л.В. Селиванова, Т.Д. Барабанова/, Московским ордена Трудового Красного Знамени научно-исследовательским институтом гигиены им. Ф.Ф. Эрисмана /Д.Д. Браун, Л.А. Мошлакова/ Всесоюзным научно-исследовательским институтом гигиены и токсикологии пестицидов, полимерных и пластических масс /В.В. Станкевич/, ОНПО "Пластполимер" /Б.Ю. Калинин, Н.С. Максимова/, Московским технологическим институтом мясной и молочной промышленности /Н.А. Тарасова/.

Утверждены Заместителем Главного государственного санитарного врача СССР А.И. Зайченко № 4149-86 от 29.09.86

© ОНПО "Пластполимер", 1989

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по осуществлению государственного санитарного надзора за производством и применением полимерных материалов

Класса полиолефинов предназначенных для контакта с пищевыми продуктами

ВВЕДЕНИЕ

Синтетические полимерные материалы класса полиолефинов (полиэтилен разной плотности; полипропилен различных технологических схем получения; полибутен; полиметилпентен; сополимеры этилена с пропиленом, пропилена с этиленом, этилена с бутиленом; модифицированные марки этих полимеров) находят все более широкое использование в пищевой промышленности и других отраслях агропромышленного комплекса. Они предназначены для изготовления жесткой тары (всевозможных емкостей, тары, посуды), пленочных упаковочных изделий (пакетов, полужесткой тары тубного типа), деталей продовольственных машин и холодильников, фильтрующих материалов, прокладок и укупорочных средств, в составе комбинированных упаковочных материалов.

Полиолефины относятся к высокомолекулярным углеводородам алифатического ряда, получаемых полимеризацией соответствующих олефинов (этилена, пропилена, бутилена и т.д.), которые и являются структурными звеньями их цепных макромолекул линейного строения. В действующих технологических схемах промышленного масштаба можно выделить два основных метода полимеризации олефинов:

1. При высоком давлении и температуре с использованием в качестве инициаторов кислорода или органических пероксидов (полиэтилен высокого давления низкой плотности).

2. При небольшом давлении и температуре с применением металлорганических катализаторов:

а) в суспензии или в растворе (полиэтилены низкого и среднего давления; сополимеры этилена с пропиленом или бутиленом, пропилена с этиленом; полибутилен, полиметилпентен).

б) в газовой фазе (полиэтилен высокой плотности газофазный).

В качестве полимеризационной среды и для удаления из полиолефинов металлорганических катализаторов используют растворители (спирты– изопропиловый, пропиловый, бутиловый, изобутиловый, метиловый; бензин; гептан и др.). В свою очередь остатки растворителей удаляют сушкой полимеров. Наиболее распространенными составными элементами катализаторов являются: алюминий, титан, хром, ванадий, магний, кремний.

С целью предохранения от деструкции и старения полиолефины перерабатываются с добавкой стабилизаторов (антиоксидантов) и стабилизирующих систем синергичного действия. Стабилизаторы и другие добавки (наполнители, модифицирующие агенты, красители, пигменты и др.) для полиолефинов, предназначенных к использованию в пищевой промышленности, выбираются из числа разрешенных Минздравом СССР.

Исследователи полиолефинов отечественного производства установили, что гигиенические показатели изделий и вытяжек (появление запаха, привкуса) находятся в прямой зависимости от содержания в полимере низкомолекулярных фракций и остаточных количеств растворителей, а также от интенсивности миграции в модельные среды низкомолекулярных фракций, растворителей и окисляемых органических веществ. Марки полиолефинов, получившие положительную гигиеническую оценку, отличаются миграцией незначительных количеств химических веществ, характеризующихся малой токсичностью.

При решении вопроса о возможности использования полиолефинов в пищевой промышленности лимитирующим показателем является специфический запах, который появляется у изделий (прежде всего, жестких емкостных закрытого типа) с повышением температуры окружающей среды.

Появление запаха у полиолефиновых изделий является отражением сложных процессов, обусловленных, с одной стороны, выделением комплекса летучих веществ в результате деструкции материала (полимера, низкомолекулярных фракций, ингредиентов рецептуры при его высокотемпературной переработке (грануляции, получении изделий), а с другой - миграцией остатков технологических веществ (растворителей и др.)*.

Поэтому для получения изделий с удовлетворительными органолептическими показателями, прежде всего, необходим контроль за соблюдением температурных режимов на всех стадиях переработки **.

Оптимальные параметры переработки отражены в нормативно-технической документации (НТД) на конкретные виды полиолефинов. Там приведены следующие показатели: индекс текучести расплава, отражающий величину средней молекулярной массы полимера, содержание в полимере атактической фракции и остатков растворителей (характеризующие наличие суммы низкомолекулярных соединений, включая низкомолекулярные фракции, растворители и другие технологические вещества), зольность (свидетельствующие о присутствии в полимере остатков катализаторов- соединений металлов) и содержание добавок.

---

* Применительно к изученным полиолефинам катализаторы и добавки (стабилизаторы, антиоксиданты и др.) не имеют (до определенной величины содержания в материале) ведущего гигиенического значения, поскольку в этих случаях из полиолефиновых изделий в модельные среды не мигрируют. В свою очередь допустимые величины содержания в полиолефинах добавок и катализаторов находят отражение в соответствующих разрешениях Министерства здравоохранения СССР. То же самое относится к индексу текучести расплава и содержанию в полимере атактической фракции. Исходные мономеры-олефины — малотоксичные соединения, но имеют специфический запах. Поэтому даже небольшое содержание их в полимере может (наряду с другими факторами) влиять на органолептические показатели материала (изделия)

** Переработка при температурах, превышающих рекомендуемые, приводит к резкому ухудшению органолептических показателей изделий (и вытяжек и сопровождается образованием и миграцией продуктов термоокислительной деструкции (в том числе формальдегида).

1. ГИГИЕНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К ПОЛИОЛЕФИНАМ, ИСПОЛЬЗУЕМЫМ В ПИЩЕВОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

1.1. Изделия из полиолефинов (или их образцы в виде соответствующих моделей)* в стандартных условиях лабораторных испытаний не должны иметь запаха выше 1 балла. Поверхность изделий должна быть ровной, гладкой и однотонной. Покрытия на основе полиолефинов должны быть равномерными по толщине, без наплывов и повреждений поверхности.

1.2. При контакте с модельными средами изделия не должны сообщать им запаха или привкуса выше 1 балла изменять цвет и прозрачность, характер поверхности и форму изделий. Покрытия на основе полиолефинов не должны отторгаться от подложки, а комбинированные материалы – расслаиваться.

1.3. При санитарно-химическом исследовании изделий миграция веществ не должна превышать установленных величин (ДКМ).

1.4. На изделиях, предназначенных для контакта с пищевыми продуктами, должны быть определенным образом обозначены (с учетом принципов современной индексации) следующие сведения:

1) для плёнки, пленочных изделий, емкостных изделий одноразового использования – указание "пищевая", "пищевой";

2) для жестких емкостных изделий многократного, длительного использования: а) предприятие-изготовитель, б) марка полиолефина и номер партии, в) дата изготовления - месяц, год. На изделиях, имеющих ограничения в использовании, должна быть соответствующая надпись.

1.5. Конструкция изделий многократного использования должна облегчать возможность мойки и чистки и не должна способствовать их загрязнению. Переходы стенок изделий должны быть плавными, без острых углов, а ребра жесткости (повышающие прочность тонкостенных изделий) должны иметь конусность и закругления на углах. Цвет поверхности изделий, контактирующих с пищевыми продуктами

---

* - Далее-изделия

должен быть светлого тона, допускающего возможность контроля чистоты мойки.

1.6. Все новые полиолефины*, намечаемые для использования в пищевой промышленности, требуют полной гигиенической оценки. Вопрос о возможности использования по назначению полиолефинов, не имеющих значительные отличия от изученных в гигиеническом отношении (по технологии получения марок, рецептур и др.) решается на основании всестороннего анализа информации по соответствующим разрешениям Минздрава СССР и результатов санитарно-химических (экспертных) исследований. В случаях, когда изменились только обозначения марок (их индексация), без изменения рецептуры, соответствующие дополнения в разрешения вносятся Министерством здравоохранения СССР на основании документального подтверждения идентичности переименованных марок ранее разрешенным. Изменения в конструкции изделий из полиолефинов (если это не повлекло изменении в условиях эксплуатации в частности не привело к ужесточению температурно-временных и других условий применения) дополнительному согласованию не подлежат.

1.7. В рецептуру полиолефинов, предназначенных для использования в пищевой промышленности, не должны входить вещества, опасные в токсикологическом отношении (по общетоксическому, специфическому и другим видам биологического действия). При нанесении покрытий на основе полиолефинов в качестве подложки могут применяться только разрешенные материалы. Клеи и адгезивы, используемые для создания комбинированных материалов с применением полиолефинов, должны выбираться из числа разрешенных.

---

* Под термином "новые полиолефины" подразумевается материал, полученный с использованием принципиально новых технологических схем и решений (новых мономеров или их сочетаний; новых катализаторов или систем растворителей; новых методов модифицирования или переработки; новых добавок или композиций и т.п.), которые привели к изменениям химической или физической структуры пластика и соответственно, появлений у него новых свойств, что в итоге потребовало разработки новой или внесения существенных изменений в существующую нормативно-техническую документацию.

1.8. Полиолефины и композиции на их основе, предназначенные для контакта с пищевыми продуктами, не должны содержать полициклические углеводороды канцерогенной активности (бенз-пирен и др.), соли тяжелых металлов и другие опасные для здоровья примеси. Поэтому исходное сырье для полиолефинов пищевого назначения должно соответствовать требованиям достигнутого уровня высшей степени очистки (99,99%).

1.9. В условиях токсикологических экспериментов на животных, проведенных с учетом оценки действия всего комплекса мигрирующих веществ (водные и масляные вытяжки) не должно быть выявлено неблагоприятного действия на организм.

1.10. Для изготовления изделий длительного, многократного использования должны выбираться марки полиолефинов с необходимыми токсикологическими характеристиками, обеспечивающими стабильность гигиенических свойств, высокие показатели химической стойкости и механической прочности.

1.11. Выпуск полиолефинов для пищевой промышленности проводится только при наличии необходимой нормативно-технической документации на конкретные марки материала и готовые изделия (ГОСТ, ТУ, технологических регламентов и др.), строгом соблюдении оптимальных (исключающих перегрев материала) температурно временных режимов переработки.

2.ПОРЯДОК ПРЕДСТАВЛЕНИЯ ОБРАЗЦОВ И ПРОВЕДЕНИЯ ГИГИЕНИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ

2.1. Исследования по гигиенической оценке полиолефинов для пищевой промышленности и других отраслей агропромышленного комплекса проводятся научно-исследовательскими институтами гигиенического профиля, республиканскими, краевыми и областными санитарно-эпидемиологическими станциями (имеющими токсикологические лаборатории), кафедрами гигиены медицинских институтов по поручению ГСЭУ Минздрава СССР или в порядке заключения хозяйственного договора, договора о творческом содружестве и др.

2.2. Гигиеническая оценка полиолефино включает:

- органолептические исследования,- завершаются заключением о целесообразности продолжения исследований или несоответствии изделия гигиеническим требованиям;

- санитарно-химические исследования,- завершаются заключением о пригодности изделии для использования по назначению (если вещества - мигранты изучены в токсикологическом отношении) или необходимости дальнейших исследовании в одно из двух направлений (опытная эксплуатация изделий;токсикологические эксперименты);

- исследования изделий в условиях опытной эксплуатации (в установленном порядке), - завершается представлением документа о результатах проведенных испытаний (в Главное санэпидуправление Минздрава СССР) для определения возможности выдачи соответствующего разрешения;

- токсикологические исследования - завершаются гигиеническими регламентами о возможности и условиях применения полиолефина в пищевой промышленности.

2.3. Для проведения необходимого объема исследований заинтересованные организации (разработчик, предприятие-изготовитель или организация, применяющая изделие) представляют образцы изделий и сопровождающую документацию.*

2.4. Количество изделий определяется задачами (объемом) исследования. Минимальное количество образцов одной марки материала составит (при емкости в мл.): до 100-50шт., до 200- 25шт., до 300-20 шт., до 400-15 шт., до 500-10 шт., до 1000- 5 шт.; для упаковочной пленки одной толщины - около 1 $м^2$; для покрытия на пластинках - 30 шт., размером 4х5 см. При необходимости организация-разработчик по согласованию с учреждением, выполняющим исследование, представляет дополнительное количество изделий

---

* Образцы изделий и сопроводительная документация по указанию Главного санэпидуправления Минздрава СССР могут направляться непосредственно в учреждение, которому поручено выполнение исследований.

обеспечивающее выполнение полноты объема исследований.

2.5. Объем изделий не должен превышать 1 л. В случае, если изделия превышают указанный объем (крупногабаритные виды и др.), заинтересованная организация по согласованию с учреждением – исполнителем гигиенических исследований представляет их модели.

2.6. Изделия (или их модели) должны быть изготовлены (качественно без дефектов) по технологии, которая будет использована при выпуске индентичной продукции в промышленном (серийном масштабе)*. Срок представления изделия - не более 10 суток после их изготовления.

2.7. Сопроводительная документация** должна включать:

2.7.1. Наименование полиолефина, указание базовой марки (с перечислением всех ингредиентов ее рецептуры), использованной для изготовления представленных образцов. При необходимости предоставляется полная информация о рецептуре изучаемой марки материалов (в установленном порядке).

2.7.2. Нормативно-техническую документацию (ГОСТ, ТУ и др.) на базовую марку полиолефина и отдельные ингредиенты рецептуры.

2.7.3. Нормативно-техническую документацию на представленные изделия, обоснование необходимости разработки изделий рекомендованного ассортимента для пищевой промышленности и других отраслей агропромышленного комплекса (с указанием физико-механических и химических свойств материала, а также ожидаемой экономической эффективности применения по назначению), методы анализа новых ингредиентов рецептуры.

---

* Санитарно-химическая оценка, как правило, основывается на результатах изучения готовых изделий. Вместе с тем предусмотрено также определение гигиенических показателей исходных материалов, гранул, дисков, брусков и др. (см. ГОСТ 22648-77 "Пластмассы. Методы определения гигиенических показателей"). Данные этих исследований, осуществляемых преимущественно в целях производственного контроля, представляют интерес при выяснении причин несоответствия выпускаемой продукции гигиеническим требованиям (прежде всего при неудовлетворительных органолептических показателях готовых изделий).

** Сведения, отражающие особенности отечественной технологии, рецептуры марок полиолефинов и др. представляются в установленном порядке.

2.7.4. Краткое описание особенностей технологии получения полиолефина данной марки и ее переработки в изделия (с указанием исходных продуктов, использованных для синтеза полимера, а также температурных режимов переработки по соответствующим пунктам технологического регламента; номера партии, даты изготовления и др.).

2.7.5. Указание областей предполагаемого использования изделий в отраслях пищевой промышленности и агропромышленного комплекса, особенностей их эксплуатации (виды и ассортимент пищевых продуктов; температура автаривания; длительность и условия хранения и др.).

2.7.6. Инструкцию по мойке изделий в процессе их эксплуатации (или описание режима мойки изделия).

2.7.7. Предполагаемый срок службы (длительность эксплуатации) изделий.

2.7.8. Результаты испытаний, проведенных ранее производственными учреждениями и лабораториями (по настоящим Методическим указаниям).

2.7.9. Наименование организации (предприятия, объединения), ответственной за выпуск материала и изделия.

2.8. Для проведения исследований в порядке осуществления текущего санитарного надзора отбор образцов изделий проводится санитарно-эпидемиологической станцией, на территории обслуживания которой расположено предприятие-изготовитель или переработчик полиолефинов (с составлением общепринятого акта выемки образцов). При этом количество образцов, предусмотренное п.п.2.3 может быть уменьшено. Предприятие, выпускающее контролируемую продукцию обязано представить следующие материалы:

2.8.1. Наименование полиолефина; указание базовой марки, перечисление всех ингредиентов рецептуры марки полиолефина, использованной для изготовления контролируемых образцов изделий.

2.8.2. Нормативно-техническую документацию (ГОСТ, ТУ и др.) на базовую марку полиолефина и отдельные ингредиенты рецептуры.

2.8.3. Нормативно-техническую документацию на образцы изделий взятые для контроля.

2.8.4. Краткое описание особенностей технологии получения полиолефина данной марки и ее переработки в изделия (с указанием

температурных режимов по зонам в соответствии с требованиями по паспортным и другим характеристикам марки;необходимости маркировки изделии по требованиям п.1.4; даты изготовления изделия .

2.8.5. Разрешение Главного санэпидуправления Министерства здравоохранения СССР на возможность использования продукции (изделий выпускаемого ассортимента) по назначению.

2.8.6. Данные производственного контроля качества выпускаемой продукции (контролируемого ассортимента) на соответствие гигиеническим требованиям.

2.9. На основании анализа результатов проведенных исследований решается вопрос о возможности и условиях практического использования изученных полиолефинов в конкретных отраслях пищевой промышленности. В итоге разрабатываются соответствующие гигиенические регламенты (при гигиенической оценке новых полиолефинов) или составляется гигиеническое заключение, при санитарно-химической оценке отдельных марок и изделий).

3.ПРЕДУПРЕДИТЕЛЬНЫЙ САНИТАРНЫЙ НАДЗОР ПРОВЕДЕНИЕ ИССЛЕДОВАНИЙ ПО ГИГИЕНИЧЕСКОЙ ОЦЕНКЕ И РЕГЛАМЕНТАЦИИ ПРИМЕНЕНИЯ В ОТРАСЛЯХ ПИЩЕВОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ НОВЫХ ПОЛИОЛЕФИНОВ

Предупредительный санитарный надзор осуществляется Главным санитарно-эпидемиологическим управлением Министерством здравоохранения СССР и (по его указанию, поручению) научно-исследовательскими институтами гигиенического профиля (см.также п.2.1).

Предупредительный санитарный надзор предусматривает проведение полного объема исследований по гигиенической оценке новых полиолефинов (санитарно-химических и токсикологических) с разработкой научно-обоснованных гигиенических регламентов применения изделий в пищевой промышленности и других отраслях агропромышленного комплекса.

3.1. Санитарно-химический исследования *

Методическая схема санитарно-химических исследований новых полиолефинов включает:

а) определение органолептических показателей изделии и вытяжек, полученных обработкой изделий различными модельными средами;

б) определение в водной вытяжке окисляемых веществ;

в) определение в модельных средах, бывших в контакте с изделиями, бромирующихся соединений;

г) определение перехода из полиолефинов (за исключением материалов на основе полиэтилена низкого давления высокой плотности, получаемого газофазным методом) в модельные среды остатков растворителей;

д) определение в вытяжках продуктов деструкции полимера (формальдегида и д.);

е) определение содержания в полимерном материале (изделиях) остатков растворителей и низкомолекулярных фракций;

ж) определение в вытяжках добавок (стабилизаторов, антиоксидантов, наполнителей и др.).

Следует иметь в виду также санитарно-химическую оценку изделий бывших в эксплуатации, изучение миграции в различные модельные сроки катализаторов, солей тяжелых металлов, полициклических ароматических углеводородов - в первую очередь бенз пирена и других химических веществ (в зависимости от особенностей технологии и рецептуры новых пластиков).

3.1.1. Характеристика исследуемого изделия

Указывается вид изделия, его форма, объем и намечаемая область использования. Затем после осмотра изделия дается описание его органолептических показателей по схеме: цвет, особенности поверхности (ровная, гладкая шероховатая и т.д.), наличие запаха (в баллах, см. Приложение 8.2).

3.1.2. Подготовка изделия к исследованиям

Подготовка изделия к исследованиям проводится, исходя из условий ожидаемого использования:

---

* Объем санитарно-химических исследований, осуществляемых в порядке экспертизы устанавливается, исхода из особенностей технологии получения материала, его рецептуры и переработки в изделия.

1) Изделия моют теплой (40-45°С) водопроводной водой при помощи марли, тщательно ополаскивают дистиллированной водой; затем изделию дают высохнуть.

2) Изделия исследуют сразу после изготовления. Это относится к изделиям, которые будут использоваться (заполняться пищевым продуктом) непосредственно после их формирования например, при упаковке пищевых продуктов на современных высокопроизводительных автоматических линиях и др.

3.1.3. Исследование изделий, предназначенных для контакта с пищевыми продуктами, имеющими влажность свыше 15%. Изделия подвергают обработке определенными модельными средами, имитирующими свойства пищевых продуктов. Для получения вытяжек в изделия наливают модельные среды, исходя из ожидаемых условий эксплуатации изделий (одновременно в стеклянной таре в идентичных условиях готовится и выдерживается контрольный модельный раствор в соответствии с требованиями "Инструкции по санитарно-химическому исследованию изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, предназначенных для контакта с пищевыми продуктами" №880-71

Исследование изделий, предназначенных для контакта с сухими пищевыми продуктами (с влажностью до 15%) При этих исследованиях используется способность определенных пищевых продуктов (хлеб, печень, мука, масло и др. сорбировать летучие вещества; кроме того проводится определение летучих веществ, выделяемых образцом в воздушную среду, в том числе летучих веществ, обусловливающих запах изделий полиолефинов (см.ниже, 3.1.5, пункт "В"). В изделие (или эксикатор с образцом - при изучении отдельных деталей) помещают тот или иной пищевой продукт и закрывают крышкой. Одновременно в качестве контрольного испытания пищевой продукт помещают в стеклянную банку (или эксикатор без образца) и закрывают крышкой. Испытания проводят с учетом условий эксплуатации изделия на практике согласно Инструкции № 880-71.

3.1.4. Органолептические исследования изделий и вытяжек

Изделие после обработки модельным раствором осматривают и описывают его органолептические показатели в сравнении с исходными (до обработки) по схеме: цвет, особенности поверхности, наличие запаха

(в баллах). Органолептическое исследование вытяжек включает описание цвета, помутнения, интенсивности запаха и привкуса (см. Приложения 8.2; 8.3;8.4).

Органолептический анализ проводится по методике и требованиям Инструкции 880-71 (см.6.1).

3.1.5. Химический анализ вытяжек При химическом анализе вытяжек сочетают интегральные методы, позволяющие определить суммарное количество мигрирующих веществ (включая и ответственные за появление запаха у изделий), и специфические, с помощью которых мигрировавшие вещества идентифицируются. Для новых полиолефинов химический анализ вытяжек включает исследования по лимитирующим показателям в соответствии с требованиями Приложения 8.4 с использованием методов, утвержденных Министерством здравоохранения СССР.

А.Определение органических растворителей - исходя из особенностей технологии получения полиолефина или комбинированного материала на основе полиолефинов (необходимость определения конкретного вида растворителя устанавливается по табл. приложения 8.5; анализ проводится по методам Приложения 8.6).

Б.Определение продукта деструкции (формальдегида) в вытяжках (по методам Приложения 8.7).

В. Определение летучих веществ обусловливающих запах полимерных изделий (по методам Приложения 8.8).

Г.Определение окисляемости бихроматным методом (по "Инструкции..." 880-71, см. 6.1). При необходимости получения сравнительных данных определение содержания в вытяжках окисляемых веществ проводят и другими методами: перманганатным, иодатным и др. (см. 7.1;7.2;7.3;7.6;7.8;7.10; 7.11).

3.1.5.1. В случае, если рецептура новых марок полиолефинов включает другие гигиенически значимые ингредиенты, необходимо изучение возможности и особенностей миграции и этих веществ.

3.1.5.2. В санитарно-химических исследованиях необходимо стремиться изучить возможно большее число (групп) промышленных марок новых полиолефинов. Поскольку марки полиолефинов различаются в основном показателями индекса текучести расплава (отражаю-

щими величину средней молекулярной массы полимера) важно охватить марки, имеющие наиболее характерные (интервальные) величины этого показателя. Это позволит сделать отбор марок с удовлетворительными санитарно- химическими свойствами, провести сравнительный анализ полученных данных для последующей групповой оценки. В токсикологическом эксперименте следует изучать только наиболее типичные марки, обобщающие свойства других марок группы.

3.2. Токсикологические эксперименты на животных

3.2.1. Изучение различных сторон биологического действия вытяжек путем постановки длительных опытов на животных является заключительным этапом исследований по гигиенической оценке полиолефинов.

3.2.2. Токсикологические исследования проводятся при гигиенической оценке новых полиолефинов (см.п.3.1). Кроме того, токсикологические исследования необходимы:

1/ Если материал имеет сложную рецептуру, но отсутствуют достаточно чувствительные методы химического определения отдельных гигиенических значимых ингредиентов или соответствующие величины ДКМ.

2) В случаях, когда нельзя исключить возможность образования неизвестных (не идентифицированных) продуктов деструкции полиолефинов в процессе переработки и эксплуатации изделий.

3.2.3. Длительность токсикологических опытов (затравки животных вытяжками) в соответствии с требованиями общей методической схемы постановки подобных исследований обычно составляет 12 мес. (6.5;7. ;7.5;7.6;7.12;7.16). Вместе с тем, в каждом конкретном случае продолжительность экспериментов устанавливается дифференцированно (применительно к видам, маркам и рецептурам новых полиолефинов; степени изученности в токсикологическом отношении веществ-мигрантов и др.)и может не превышать 7-8 мес. (но составлять не менее 6 мес.).

3.2.4. Основным видом экспериментальных животных являются

беспородные белые крысы(в отдельных случаях, например, в опытах по изучению специфических видов биологического действия применяются белые мыши, проводятся исследования с использованием культуры клеток и др.).

3.2.5. Для экспериментов отбираются молодые, растущие животные с исходным весом (массой) 100-120 грамм (крысы) и 18-20 грамм (мыши). Подбор животных в группы проводится по истечении срока карантина (обычно до 20 сут) в соответствии с общими в токсикологии требованиями (7.12;7.13;7.15) : идентичности возраста, веса, пола и сопоставимости фоновых показателей (в опытных и контрольных группах). Целесообразно использовать животных одного пола (в большинстве случаев предпочтительно самцов).

3.2.6. Количество животных, необходимое для получения сравнимых (достоверных) результатов устанавливается соответствующими расчетами, исходя из задач исследования, длительности опытов, числа выбранных тестов, требующих забоя животных (например, изучение проницаемости гистогенетических барьеров, витальное окрашивание, исследование гонадотоксического эффекта и других патоморфологических показателей). При этом руководствуются требованием статистики о минимальном числе наблюдений, позволяющих получить репрезентативные данные с вероятностью различий 95% (не менее 5), при определении биохимических и физиологических показателей обычно не менее 8 и 10;при изучении массы тела -все животные.

3.2.7. Число животных в исходный период эксперимента должно превышать расчетное, так как животные с крайними ("выскакивающими") показателями нарушают однородность групп и удаляются из опыта.

3.2.8. Для максимального приближения экспериментов к реальным условиям эксплуатации изделий из новых полиолефинов широкого назначения в качестве изучаемого фактора используют водные и жировые (обычно масляные) вытяжки, которые включают в питание с учетом физиологической структуры рациона для лабораторных животных (крыс,мышей). В отдельных случаях применяют и другие вытяжки (например, молочные и др.), изучают модельные среды (в том числе воду), сорбировавшие летучие вещества из полиолефиновых изделий (см.выше,3.1.3).

3.2.9. Особенности приготовления вытяжек (по температуре обра-

ботки изделий и настаивания, сроке экспозиции) определяются результатами санитарно-химических исследований (исходя из максимальной интенсивности миграции). Для получения водных вытяжек используют водопроводную воду.

3.2.10. Кратность обработки изделия зависит от условий ожидаемого использования на практике:

а) изделия одноразового применения обрабатывают однократно и каждый раз новые, не бывшие в употреблении;

б) изделия многократного, длительного применения обрабатывают или в течение определенного отрезка времени или на протяжении всего срока токсикологического эксперимента (в зависимости от результатов санитарно-химических исследований). В последнем случае рекомендуется проводить периодическое (не реже 1 раза в месяц) санитарно-химическое исследование вытяжек (для получения водной вытяжки используют дистиллированную воду).

3.2.11. Животные содержатся в обычных условиях вивария. Водные вытяжки животные получают из стеклянных поилок специальной конструкции (исключающей потери летучих компонентов вытяжки, обеспечивающей свободное потребление жидкости, позволяющей вести учет выпиваемой жидкости и устраняющей загрязнение корма и питья). Поилки необходимо систематически мыть. Вытяжки (и соответственно воды в контрольной группе) заливают в поилки ежедневно (остатки жидкости при этом сливают и удаляют). Масляные вытяжки добавляют в корм (в процессе эксперимента, по мере роста животных объем масла может быть дозирован пересчетом на единицу массы тела). Контрольные животные получают воду и масло идентично обработки, хранившиеся в стеклянной таре.

3.2.12. Принудительное введение животным вытяжек должно быть исключено, поскольку не физиологично, связано с необходимостью ежедневного травмирования животных, а в количественном отношении объем жидкости или масла (и, следовательно, изучаемой суммы веществ вытяжки) в несколько раз меньше, чем при свободном потреблении (7.5;7.8;7. 2;7.15). Кроме того, при использовании поилок имеется возможность дополнительного увеличения потребления жидкости применением сухих комбинированных кормов (брикетов).

3.2.13. В условиях хронического токсикологического эксперимента необходимо применение некоторых общепринятых интегральных тестов (наблюдение за общим состоянием, внешним видом и шерстным покровом животных; реакциеи на внешние раздражители; поедаемостью корма; потреблением жидкости и др.), изучать функциональное состояние наиболее показательных органов и систем (печени, желудка, центральной нервной и сердечно-сосудистой системы, иммунологической реактивности, системы крови и др.). Эксперимент заканчивается патоморфологическим исследованием внутренних органиэмов.

3.2.14. Выбор методов токсикологического исследования основывается на сведениях о характере избирательного действия мигрирующих из полиолефинов веществ. Можно рекомендовать использование методов из числа апробированных, особенно функциональные нагрузки и их сочетания с выбранными показателями (см.Приложение 8.10).

3.2.15. В условиях сокращенного срока (см.3.2.3) эксперимент становится более насыщенным за счет широкого применения методов выявления начальных сдвигов в ранимых системах и структурах: биохимических физиологических и патоморфологических показателей из числа наиболее чувствительных (7.23;Приложение 8.10); включая использование функциональных нагрузок уже на ранних этапах эксперимента (практически с первого месяца).

3.2.16. Частота обследования животных 1 раз в 1-1,5 месяца.

3.2.17. При решении вопроса о безвредности новых полиолефинов особое значение имеют данные о специфическом действии (канцерогенном, гонадотоксическом, мутагенном и др.). Необходимость проведения этих исследований может вытекать из результатов анализа технологии получения пластика (степень очистки исходного сырья от полициклических ароматических углеводородов; особенности синтеза полимера, химическая структура технологических веществ, добавок, красителей и др.).

3.2.18.Судя по опыту гигиенических исследований (7.8;7.10; 7.12), оценка гонадотоксического действия и мутагенного эффекта может быть проведена не самостоятельно, а непосредственно в процессе хронического общетоксического эксперимента:по оценке функционального состояния сперматогенного эпителия и цитогенетическому анализу клеток костного мозга, а также репродуктивности культуры клеток (см.Приложение 8.10).

3.2.19. Оценка канцерогенности предусматривает проведение самостоятельного эксперимента. В соответствии с требованиями экспериментальной онкологии (7.6.7.12) наблюдения за появлением и развитием опухолей проводится на протяжении длительности жизни животных (мышей);началу воздействия канцерогеном предшествует фон затравки животных вытяжками (4 месяца). При изучении модифицирующего действия вытяжек на канцерогенез критериями оценки являются: время появления папилом; количественный рост папилом и их площадь; сроки малигнизации, длительность жизни животных от начала затравки вытяжками и появления папилом, а та злокачественного перерождения тканей; сроки выживания животных с малигнизированными папиломами; время гибали 50% животных и другие показатели. Наряду с этим в хроническом общетоксикологическом эксперименте (на крысах) в соответствии с указанными требованиями обязателен учет случаев возникновения опухолей любой локализации (с последующим патоморфологическим изучением).

3.2.20. Определяя объем исследований важно тщательно проанализировать целесообразность использования того или иного из рекомендуемых показателей примерной схемы (Приложение 8.9), ограничив набор методов адекватным минимумом, достаточным для решения поставленных задач. Поиск, отбор и оценка информативности конкретных методов должны носить творческий характер. Поэтому, разумеется, не исключена возможность использования других методов и методических приемов современной токсикологии (см.6.5;7.1;7.12;7.13;7.15; 7.16).

3.2.21. После завершения эксперимента (или его этапов) проводится систематизация и статистическая обработка цифрового материала (7.20;7.21), обобщение и анализ полученных данных с учетом пределов физиологических колебаний показателей лабораторных животных, степени и характера выявленных сдвигов (изменений).

3.3.Обобщение результатов исследований,обоснование гигиенического заключения и регламентов использования полиолефинов по назначению

3.3.1. Обобщение полученных результатов проводится на основании анализа всего комплекса полученных данных в сопоставлении с имеющими-

ся литературными сведениями. По итогам составляется отчет о научно-исследовательской (или научно-практической) работе (см.6.9)

3.3.2. Исследования завершаются разработкой гигиенических регламентов, в которых определяется возможность и условия использования изделий из полиолефинов по назначению, даются предложения по совершенствованию технологии или стандартизации полиолефинов отечественных марок (технологии синтеза и переработки; исходного сырья и промежуточных продуктов, готовых изделий: методов анализа и контроля), издание соответствующей НТД (ГОСТ,ТУ,технологическое описание и др.).

3.3.3. Гигиенические регламенты направляются в Главное санитарно-эпидемиологическое Управление Министерства здравоохранения СССР для рассмотрения и утверждения в установленном порядке (см. 3.8).

3.3.4. Существенным направлением стандартизации готовых изделий из полиолефинов является нормирование показателей технологии и материала, имеющих определенное гигиеническое значение (некоторые параметры синтеза полимера,стабилизация; ограничение индекса текучести расплава;содержание в полимере низкомолекулярных фракций, остатков растворителей и других примесей;применение при переработке оптимальных температурных режимов и минимальных сроков выдержки полимера при повышенных температурах;использование высокочистого сырья, приемов дегазации и др.), внедрение которых позволяет добиться получения изделий, безупречных в гигиеническом отношении.

3.3.5. Регламентация гигиенически значимых показателей материала, технологии производства полиолефинов и готовых изделий должна основываться на оперативном использовании информации, содержащейся в "Перечнях материалов, разрешенных Главным санэпидуправлением Министерства здравоохранения СССР для применения в пищевой промышленности и продовольственном машиностроении", инструктивно-методических материалах и нормативно-технической документации, издаваемых или согласованных Главным санэпидуправлением Министерства здравоохранения СССР (см. 6.1-6.7;Приложения 8.1;8.4;8.11).

3.3.6. Производство новых марок полиолефинов и изделий из них, получивших положительную гигиеническую оценку о возможности использования в пищевой промышленности, разрешается только при обеспечении постоянного производственного контроля на соответствие качества выпускаемой продукции гигиеническим требованиям.

4. ТЕКУЩИЙ САНИТАРНЫЙ НАДЗОР

Текущий санитарный надзор за выпуском и применением полиолефинов разрешенных марок осуществляется санитарно-эпидемиологическими станциями.

Текущий санитарный надзор включает:

4.1. Учет предприятий, выпускающих полиолефины пищевого назначения.

4.2. Контроль за соответствием выпускаемых марок и их рецептуры имеющимся разрешением министерства Здравоохранения СССР (см. Приложение 6.1).

4.3. Анализ нормативно технической документации (ГОСТ, ТУ, МРТУ, технологических регламентов и др.):

а) по требованиям к чистоте исходного сырья;

б) по особенностям технологии получения и переработки полиолефинов;

в) по основным технологическим характеристикам базовых марок полиолефинов и отдельных ингредиентов рецептуры;

г) по гигиеническим требованиям к готовым изделиям выпускаемого ассортимента.

4.4. Контроль за работой производственных лабораторий и анализ данных производственного контроля, за качеством выпускаемой продукции на соответствие техническим требованиям. Методическое руководство за работой ведомственной лаборатории.

4.5. Контроль соблюдения требований Нормативно-технической документации в технологическом процессе получения и переработки полиолефинов. Особое внимание уделяется эффективности сушки полимера (удаление из полимер-порошка гранул остатков растворителей) и соблюдению температурных режимов по стадиям переработки материала (грануляции, изготовлению изделий).

4.6. Органолептические исследования изделий и вытяжек.

4.6.1. Органолептические исследования изделий (до обработки модельными растворами)- указывается вид изделия, его форма, объём и область применения. На основании осмотра изделия дается описание его органолептических показателей по схеме: цвет, особенности поверхности (ровная, гладкая, шероховатая и т.д.), наличие запаха (в баллах, см.Приложение 8.2).

4.6.2. Подготовка изделия к исследованиям

Подготовка изделия к исследованиям проводится исходя из условий ожидаемого использования:

1) Изделие моют теплой (40-45°С) водопроводной водой при помощи марли, тщательно ополаскивают дистиллированной водой, затем изделие дают высохнуть;

2) Изделия исследуют сразу после изготовления. Это относится к изделиям, которые будут использоваться (заполняться пищевым продуктом) непосредственно после их формования, например, упаковка пищевых продуктов на современных высокопроизводительных автоматических линиях и др.

4.6.3. Для получения вытяжек в изделия наливают модельные среды (растворы), исходя из ожидаемых условий эксплуатации изделий (в идентичных условиях, в стеклянной таре, готовится и выдерживается контрольный модельный раствор) в соответствии с требованиями "Инструкции..." 880-71 (см.6.1)

4.6.4. Органолептические исследования изделий и вытяжек. Изделия после обработки модельным раствором осматривают и описывают его органолептические показатели в сравнении с исходными (до обработки) по схеме: цвет, особенности поверхности, наличие запаха (в баллах). Органолептическое исследование вытяжек включает описание цвета, осадка, интенсивности запаха и привкуса (см.Приложение 8.2;8.3;8.4).

Органолептический анализ проводится по методике и требованиям:"Инструкции..." №880-71 (см.6.1), ГОСТ 22648-77 "Пластмассы. Методы определения гигиенических показателей" (см.6.3).

4.7.Обязательная информация администрации предприятия о результатах исследования.

5. ПРОИЗВОДСТВЕННЫЙ КОНТРОЛЬ

Производственный контроль осуществляется лабораториями предприятий, выпускающих изделия, предназначенные для контакта с продуктами питания. Производственный контроль включает:

5.1. Органолептические исследования изделий и вытяжек (по п.4.6).

5.2. Определение в изделиях остаточных растворителей, исходя из особенностей технологии получения полиолефина (необходимость проведения анализа на определение растворителей, установление видов анализируемых растворителей проводится по методам Приложения 8.6).

5.3. Определение в вытяжках формальдегида (по методу Приложения 8.7).

5.4. Определение содержания низкомолекулярных фракций (по методу Приложения 8.10).

5.5. Определение общего количества органических веществ в водной вытяжке по их окисляемости (Инструкция №880-71)

5.6. Контроль идентичности выпускаемой продукции (базовых марок полиолефинов, их рецептуры показателей материала и изделий; ассортимента изделий, их маркировки) разрешениям Минздрава СССР согласно "Перечню материалов, разрешенных Главным санэпидуправлением Министерства здравоохранения СССР для применения в пищевой промышленности и продовольственном машиностроении". Приложения 8.1;8.4;8.11.

5.7. Контроль параметров технологического процесса, обеспечивающих получение изделий с удовлетворительными гигиеническими показателями.

5.8. Критерии оценки.

Для обоснования гигиенического заключения о возможности использования контролируемой марки (изделия) из полиолефинов по назначению анализируют все имеющиеся данные (материалы сопроводительной документации, результаты органолептических и химических исследований). Если интенсивность запаха изделия не превышает 1 балла, модельные растворы не приобретают запаха и привкуса интенсивностью более 1 балла, а миграция лимитирующих в гигиеническом отношении ингредиентов рецептуры не превыша-

ет установленных величин -ДКМ (см.Приложение 8.4) изделие признается удовлетворительным и пригодным для применения по назначению.

6. ИНСТРУКТИВНО-МЕТОДИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ И НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ ДОКУМЕНТАЦИЯ ДЛЯ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ПРИ САНИТАРНО-ХИМИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЯХ ПОЛИОЛЕФИНОВ И ПОСТАНОВКЕ ТОКСИКОЛОГИЧЕСКИХ ЭКСПЕРИМЕНТОВ НА ЖИВОТНЫХ

6.1. "Инструкция по санитарно-химическому исследованию материалов, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, предназначенных для контакта с пищевыми продуктами" № 880-71 (М., 1972).

6.2. "Методические указания по гигиенической оценке лакированной консервной тары № 2622-82 (дополнение к инструкции Минздрава СССР №880-71 "По санитарно-химическому исследованию изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, предназначенных для контакта с пищевыми продуктами) Киев, 1982.

6.3. ГОСТ 22648-77. "Пластмассы. Методы определения гигиенических показателей".

6.4."Методические рекомендации по определению формальдегида в водных вытяжках и модельных средах", № 1849-78 (Киев, 1978).

6.5."Инструкция по токсикологической оценке полимерных материалов, применяемых в пищевой промышленности. Исходные и вспомогательные продукты синтеза. Мигрирующие вещества", 2395-81 (М., 1984).

6.6. Нормативно-техническая документация на исследуемые полиолефины (ГОСТ, ТУ, технологические регламенты и др.).

---

* Определение низкомолекулярных фракций и окисляемости проводится при неустойчивых органолептических показателях изделий (и вытяжек) однотипного ассортимента, появления запаха у изделий.

6.7."Перечень материалов, разрешенных Главным санэпидуправлением Минздрава СССР для применения в пищевой промышленности и продовольственном машиностроении " (издаваемые ежегодно).

6.8."Методические указания по представлению материалов в секцию полимеров, применяемых в пищевой промышленности, Междуведомственного Комитета по изучению и гигиенической регламентации полимерных материалов и изделий из них, изготовленных для применения в строительстве, пищевой промышленности, водоснабжении для одежды, обуви и предметов быта", № 1856-78 (Киев,1978).

6.9. ГОСТ 7.32-81 "Отчет о научно-исследовательской работе. Общие требования и правила оформления".

7. СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

7.1. Ковшило В.Е., Станкевич В.В., Генель С.В., Гноевая В.Л., Синчук Л.М. "Токсикология и гигиена применения полимерных материалов в пищевой промышленности", М., "Медицина", 1980.

7.2. Гноевая В.Л., Крылова М.И. "К вопросу о гигиенической оценке изделий из полимерных материалов, предназначенных для применения в пищевой промышленности и быту" // "Гигиена и санитария", 1965, №7, с.76-79.

7.3. Крылова М.И. "К вопросу о санитарно-химическом исследовании изделий из новых пластмассовых материалов, предназначенных для использования в пищевой промышленности и быту". // "Гигиена и санитария", 1965, № 6, с.68-70.

7.4. Петровский К.С., Браун Д.Д. "Итоги санитарно-химических исследований при гигиенической оценке полимерных материалов группы полиолефинов, предназначенных для использования в пищевой промышленности" // Гигиена и санитария", 1973. 9, с.36-41.

7.5. Петровский К.С., Браун Д.Д. "Итоги изучения полимерных материалов группы полиолефинов в токсикологическом эксперименте" // "Гигиена и санитария", 1975, № 12, с. 51-55.

7.6. Браун Д.Д." Гигиеническая оценка полимерных материалов класса полиолефинов для пищевой промышленности". В кн.: "Методические подходы при изучении фактического питания и гигиенической оценки пестицидов, полимеров и других материалов", М.,1982, Медицина. С. 37-44.

7.7. Мошлакова Л.А., Браун Д.Д. Использование газовой хроматографии при гигиенической оценке полиолефинов для пищевой промышленности" // "Гигиена и санитария",1982, № 4, с.68-71.

7.8.Станкевич К.И. "Справочник по гигиене применения полимеров", Киев, "Здоровья", 1984.

7.9."Санитарно-химический анализ пластмасс". Гуричева З.Г., Петрова Л.И., Сухарева Л.В., Максимова Н.С., Бойкова З.К., Круглова Н.В. Л., Химия. 1977.

7.10. "Токсикология и санитарная химия полиолефинов". Калинин Б.Ю., Сухарева Л.В.,Обзорная информация. Серия " Полимеризационные пластмассы". М., НИИТЭХИМ, 1981, 23 с.

7.11. Шицкова А.П." Актуальные научные и практические задачи,стоящие перед гигиенической общественностью"// "Гигиена и санитария", 1979, № 10, с,3-7.

7.12. Шицкова А.П.: "Гигиенические аспекты охраны окружающей среды в связи с интенсивным развитием основных отраслей народного хозяйства", М.,1980, 216с; "Методы исследования в гигиене", М.,1983,94 с.; "Физико-химические методы в гигиенических исследованиях", М.,1983, 70с.; "Методы определения вредных веществ в воде водоемов", М., 1981, 376с.;"Актуальные вопросы токсикологии в гигиенических исследованиях", М.,1978, 113 с; "Установление ориентировочных пороговых уровней веществ - неэлектролитов при разных путях поступления в организм" (Методические рекомендации) М.,1988, 23с.;"Морфологические методы в гигиене и токсикологии", М.,1983, 148с.;"Методики санитарно-токсикологического эксперимента",М.,1988, 101 с. МЗ СССР.

7.13. Шицкова А.П., Елизарова О.Н. и др. "Методы гигиенической и токсикологической оценки биологического действия пестицидов", М., "Медицина",1977,199с.

7.14. Шицкова А.П. и др. "О совместной работе Московского НИИ гигиены им.Ф.Ф.Эрисмана с практическими органами здравоохранения"// "Гигиена и санитария", 1983, №4, с.27-30.

7.15. Елизарова О.Н."Определение пороговых доз промышленных ядов при пероральном введении", М.,"Медицина",1971, 278 с.

7.16. Шефтель В.О."Полимерные материалы. Токсикологические свойства": Справочник Л.,"Химия", 1982, с.12, 17-20,21-23,26-30,41.

7.17. Иванова Т.В., Тарасова Н.А., Гуль В.Е. "Миграция низкомолекулярных фракций ПЭВД при его переработке в изделия" //"Пласт. массы", 1982, № 6, с.32-34.

7.18. Тарасова Н.А., Феофанов В.Д., Гуль В.Е. "Содержание бензина в ПЭСД" //"Гигиена и санитария", 1971, № 11, с.114-116.

7.19. Тарасова Н.А.,Федотова О.Б., Огарков В.А., Гуль В.Е. "Определение остаточного содержания растворителей в клеевых комбинированных материалах", "Пластические массы", 1981, № 1, с. 36-37.

7.20. Ноткин Е.Л."Статистика в гигиенических исследованиях", М., "Медицина", 1965, 272 с.

7.21. Бирюкова О.Н. "К вопросу о вычислении среднего квадратического отклонения по размаху (амплитуде)" //"Гигиена и санитария", 1962, № 7, с.43-45.

7.22. "Методические указания по определению перехода органических растворителей из полимерных материалов в контактирующие с ними воздух, модельные растворы, сухие и жидкие пищевые продукты", М.,1972, МЗ СССР, № 942-72.

7.23. Браун Д.Д."Итоги и перспективы токсикологических исследований при гигиенической оценке новых полимеров класса полиолефинов для пищевой промышленности и отраслей агропромышленного комплекса". "Гигиена и санитария", 1987, №2, с.44-47; "Гигиеническая регламентация использования полимерных материалов класса полиолефинов в пищевой промышленности и других отраслях агропромышленного комплекса" // "Гигиена и санитария", 1987, № 3. с.46-49.

8. ПРИЛОЖЕНИЯ

Приложение 8.1

Показатели материала (полимера, сополимера) по сопроводительной документации для гигиенических исследований

МАТЕРИАЛ	Показатели		
	Индекс текучести расплава, г/10 мин не более*	Содержание атактической фракции, % не более *	Массовая доля золы, % не более*
1	2	3	4
Полиэтилен высокого давления (ГОСТ 16337-70)	5,6	-	-
16337-77	9,6	-	-
Полиэтилен низкого давления 16338-85 (ГОСТ 16338-70	0,9	-	0,05
16338-77)	7,5**	-	
Полиэтилен среднего давления (ТУ38-10-248-75 38-10-258-81)	1,0	-	0,05
Полиэтилен высокой плотности газофазный (ТУ6-05-1870-79; 6-05-1870-84)	По группам марок "Э(70-75)" 3,0	-	0,07
	"ЭЛ(76,77,82)" 5,0(20,0)**	-	0,07
	"Л(77-79)" 15,0(40,0)**		0,07

	2	3	4
Пропилен ГОСТ 26996-86 (ТУ 6-05-1105-78; 6-05-1105-78; 6-05-1105-83)	2,0 0,7** 2,8**	2,0	0,07
Полипропилен ГОСТ 26996-86 (ТУ 6-05-1756-78; 6-05-1756-86)	3,0	1,5	0,04
Сополимер этилена с бутиленом (ТУ 6-05-837-76; 6-05-857-83)	1,5	-	0,04
Блоксополимер пропилена с этиленом (ТУ6-05-1756-78; 6-05-1756-83)	4,0	1,0	0,04
Пенополиэтилен (ТУ 6-05-1655-75; 6-05-1655-85) и пленка "Пеноплен" (ТУ6-05-51-15-76; 6-05-51-15-84) на основе полиэтилена высокого давления по ГОСТ 16337-77	2,0	-	-
Полибутен ТУ6-05-108-77; 6-05-108-85	2,0	-	0,03
Темплен (Поли-4-метилпентен (ТУ6-05-041-589-79);	5,0 10(15)	-	0,03 0,03

1	2	3	4
6-05-041-409-73; 6-05-041-589-85)	10(30)	-	

Примечание: Условные обозначения:

* *Показатели нашли отражение в "Перечне материалов*, разрешенных Главным санэпидуправлением Минздрава СССР для применения в пищевой промышленности и продовольственном машиностроении" и НТД на полиолефины.

** Первоначально принятые величины показателя изменены в связи с пересмотром методики его определения.

Приложение 8.2

Характеристика интенсивности запаха и привкуса

Интенсивность запаха и привкуса		Появление запаха и привкуса
в баллах	описательно	
0	никакого	Отсутствие ощутимого запаха и привкуса
1	очень слабый (едва уловимый)	Запах, привкус, обычно не замечаемые, но обнаруживаемые опытным дегустатором
2	слабый	Запах, привкус, обнаруживаемые, замечаемые неопытным дегустатором, если обратить на них его внимание /указать на них/
3	заметный	Запах, привкус легко обнаруживаемые /замечаемые/ и могущие вызвать неодобрительные ощущения /неодобрительный отзыв/
4	отчетливый	Запах, привкус, обращающие на себя внимание и вызывающие отрицательные ощущения /отрицательный отзыв/
5	очень сильный /резкий/	Запах, привкус настолько сильный, что вызывает неприятные ощущения.

Приложение 8.3

К А Р Т А

органолептического анализа образцов
изделий и вытяжек

Фамилия, И.О. _____ Дата проведения анализа_____

№ анализа_____ Общее число и №№ образцов_____

№№ образцов, неимеющих запаха _____

№№ вытяжек, не отличающихся от контрольной модельной среды /раствора/

по запаху _____по привкусу _____

I.Характер запаха (ароматический, парафиновый, растворителей, горелый, посторонний, неопределенный и т.д.)

Образца (ов) _____ Вытяжки (ек) _____

2.Характер привкуса вытяжки (ек): нефтепродуктов, посторонний, неопределенный и т.д.

3.Интенсивность органолептических показателей (в баллах):

Образцы изделий		Вытяжки		
№№	Запах	№№	Запах	Привкус
I		I		
2		2		
3		3		
4		4		
5		5		

Приложение 8.4

Показатели изделий

I.Органолептические показатели:

I.I. Запах изделий - не более I балла

I.2. Запах, привкус вытяжек - не более I балла

2. ДКМ:

2.I. Величины ДКМ растворителей, мг/л (мг/дм3)

- пропиловый, изопропиловый спирты 0,I

- бутиловый, изобутиловый спирты 0,5

- метиловый спирт 0,25

- бензин, гептан, гексан ацетон 0,I

2.2. Величина ДКМ продуктов деструкции, мг/л /кг/дм3 /

- формальдегид 0,I

2.3. Содержание низкомолекулярных фракций - сухой остаток гексанового экстракта до 2,0 г на I00 г полимера (изделия)

- полиэтилен низкой плотности 2,0 масс. % (г/I00 г)

2.4. Окисляемость, мг кислорода на литр (от 3 до 5,0)

(в зависимости от вида полиолефина и изделий):

- полиэтилен высокой плотности газофазный, полиметилпентен, блоксополимер пропилена с этиленом

- жесткие емкостные изделия 3,0

- пленка, пленочные изделия 3,0

- Полиэтилен высокого давления, полиэтилен среднего давления, полибутен	
- жесткие емкостные изделия	4,0
- пленка, пленочные изделия	3,0
- Полипропилен, пенополиэтилен сополимер этилена с бутиленом	
- жесткие емкостные изделия	5,0
- пленка, пленочные изделия	4,0

Примечание: 1. Результаты органолептического анализа изделий подкрепляются данными санитарно-химического исследования вытяжек

2. Четыреххлористый углерод, метиленхлорид не должны обнаруживаться (при определении газохроматографическими методами анализа)

При наличии в рецептуре ингредиентов практически не токсичных, но способных к окислению (глицерин, вазелиновое масло, лигнин и др.) данный показатель может превышать приведенные величины.

Приложение 8.5

Характеристика органических растворителей, используемых при производстве полимерных материалов

Исследуемый образец	Тип растворителя	Назначение растворителя	ДКМ и ПДК, мг/л	Температура кипения, оС	Плотность, г/см3
I	2	3	4	5	6
I. Емкостные изделия и пленки:					
полиэтилен низкого давления	изопропиловый спирт	отмывочный агент	0,I	82,2	0,789
	бензин	полимеризационная среда	0,I	40-II0	0,69-0,73
полиэтилен среднего давления	бензин или гексан	-"-	0,I	40-II0	0,69-0,73
		-"-	0,I	68,7	0,660

I	2	3	4	5	6
Полипропилен	изопропиловый спирт	отмывочный агент	0,I	88,4	0,789
	гептан	полимеризационная среда	0,I	98,4	0,684
Полибутен-I поли-4-метилпентен-I	изопропиловый спирт	отмывочный агент	0,I	82,2	0,789
Сополимер этилена и пропилена Сополимер этилена и бутилена	бензин	полимеризационная среда	0,I	40-II0	0,69-0,73

I	2	3	4	5	6
Блоксополимер этилена и пропилена /Гурьевский хим.завод	гептан	полимеризационная среда	0,I	98,4	0,684
	бутиловый спирт	отмывочный агент	0,5	II4-II8	0,8I0
2.Комбинированные полимерные материалы: *					
Комбинированный клеевой материал на основе бумаги-фольги-полиэтилена	ацетон	растворитель клея, используемого для склеивания слоев материала	I,0 39,3 по запаху I2,0 по вкусу	56,5	0,79
			ПДК$_в$		
			0,I	77,0	0,9
Стерилизуемый комбинированный материал СП-2	этилацетат	-"-	I0,0 по запаху		
	I,2 дихлорэтан	-"-	5,0 по вкусу 2,0 по запаху	83,7	I,25

I	2	3	4	5	6
Комбинированный клеевой материал на основе целлофана-фольги - полиэтилена	метилен хлорид или четыреххло-ристый углерод	-"-	5,0 по запаху	40,0	I,88
			ПДК $_в$ 0,3	76,8	I,6
Комбинированный клеевой материал на основе фольги-полипропилена "Ламистер"	этилацетат	-"-	0,1 ПДК$_в$	77,0	0,9
			I0,0 по запаху		
			5,0 по привкусу		

*Ниже перечислены растворители, которые могут обнаруживаться в материале помимо приведенных в п.I.

Приложение 8.6

Методы определения органических растворителей в вытяжках

Изопропиловый спирт - бесцветная жидкость, плотность 0,789 г/см3, $T_{кип}$ = 82,2°С, ДКМ - 0,1 мг/л.

Метод основан на извлечении растворителя из исследуемого раствора при его нагревании в герметично закрытом сосуде, отборе пробы паровоздушной смеси над раствором и хроматографировании ее на газовом хроматографе с плазменно-ионизационным детектором.

Предел обнаружения составляет 0,002 мкг в 1 см3 пробы, вводимой в хроматограф или 0,01 мг/л. Ошибка метода 10 %

1.1. Аппаратура и реактивы

1. Газовый хроматограф, оснащенный плазменно-ионизационным детектором;

2. Компрессор для подачи воздуха (или воздух сжатый в баллоне);

3. Генератор водорода СГС-2 (или водород сжатый марки А, ГОСТ 3022-61);

4. Азот газообразный особой чистоты, ГОСТ 9292-74;

5. Термошкаф, оснащенный терморегулятором, точность регулировки ± 2°С;

6. Колонка из нержавеющей стали или стекла;

7. Силиконовая резина для прокладок толщиной не менее 2 мм;

8. Секундомер;

9. Металлическая линейка с ценой делений 0,1 мм;

10. Микрометрическая лупа;

11. Шприц медицинский типа "Рекорд" емкостью 1 и 10 мл, ТУ 64-1-528-74;

I2. Микрошприц типа МШ-I и МШ-I0 на I и I0 мкл;

I3. Стеклянные сосуды емкостью 50 мл с навинчивающейся пластмассовой крышкой и отверстием в крышке;

I4. Твердый носитель - хромосорб W (или хроматон N - AW);

I5. Неподвижная жидкость фаза - апиезон L I5 %

I6. Спирт изопропиловый чистый, ГОСТ 9805-76.

I.2. Условия анализа

Длина колонки - 3 м, диаметр колонки - 3 - 4 мм

Температура колонки - I00°С, испарителя - I50°С, детектора I50 °С

Скорость потока газа - носителя - азота - 55 мл/мин.

Скорость потока водорода - 30 мл /мин

Скорость потока воздуха - 300 мл/мин

Скорость бумажной ленты - 90 нм/час

Объём анализируемой пробы - I мл (см3)

Время удерживания изопропанола I60 с.

Время удерживания колеблется при небольших изменениях параметров газохроматографического анализа. В связи с этим идентификация анализируемого вещества должна проводиться путем сравнения времени его удерживания с временем удерживания стандартного раствора изопропилового спирта, используемого при калибровке.

Ввод пробы производится через самоуплотняющуюся мембрану испарителя хроматографа. Предварительно проводят калибровку прибора по анализируемому растворителю. Всю серию анализов проводят с одним и тем же шприцем. Перед анализом шприц продувают инертным газом или прогревают в термошкафу для очистки. Силиконовую резину проверяют на отсутствие пиков, мешающих определению анализируемого растворителя. Для получения воспроизводимых результатов необходимо точно соблюдать условия анализа.

Содержание изопропанола в вытяжке определяют по калибровочному графику

I.3. Ход анализа

I0 мл исследуемого раствора помещают в стеклянный сосуд

емкостью 50 мл, плотно закрывают навинчивающейся пластмассовой крышкой с отверстием, снабженной прокладкой из силиконовой резины, помещают в термошкаф и выдерживают при температуре 100°С, в течение 30 мин. Через 30 мин. вынимают сосуд из термошкафа, оборачивают теплоизоляционным материалом (полотенцем). Прокладывают иглой шприца прокладку, промывают шприц анализируемой смесью (5 - 7 раз набирают в шприц паровоздушную смесь, выпуская ее каждый раз обратно в емкость). отбирают пробу (I $см^3$) и хроматографируют.

I.4. Проведение калибровки

Подготавливают пять сосудов емкостью 50 мл (объём сосудов должен быть точно измерен), закрывают навинчивающимися пластмассовыми крышками, снабженными прокладками из силиконовой резины. Через отверстие в крышке с помощью шприца вводят в сосуды по I0 мл водного раствора изопропилового спирта расчетной концентрации. Минимальная концентрация должна соответствовать пределу обнаружения изопропанола (0,0I мг/л). После этого производят нагрев, отбор пробы и хроматографирование в условиях, описанных в разделе 2.3. Величина отбираемой пробы должна быть одинаковой при всех заданных концентрациях изопропанола и составлять I мл ($см^3$).

По данным хроматографирования строят график зависимости площади или высоты пика от количества вещества в газовой пробе.

Площадь пика определяют как произведение высоты пика на ширину, измеренную на середине высоты. Количество растворителя, выделяющегося из исследуемого материала в модельную среду, вычисляют по формуле:

$$C_I = \frac{C_2 \cdot V_2}{V_I \cdot V_3},$$

где

C_I - количество растворителя в вытяжке, мг/л;

C_2 количество растворителя в газовой пробе, найденное по калибровочному графику, мкг;

V_1 - объем газовой пробы, вводимой в хроматограф, мл;

V_2 - объем воздушного пространства под образцом в сосуде, мл;

V_3 - объем исследуемого раствора, мл.

2. Определение бензина в вытяжках

Бензин-смесь предельных, циклических и ароматических углеводородов, бесцветная жидкость, кипящая в интервале температур от 40 до 110° С, плотность 0,69 - 0,73 г/см3, ДКМ 0,1 мг/л.

Метод основан на извлечении растворителя из исследуемого раствора при его нагревании в герметично закрытом сосуде, отборе пробы паровоздушной смеси над раствором и хроматографировании ее на газовом хроматографе с плазменно-ионизационным детектором.

Предел обнаружения составляет 0,01 мг/л. Ошибка метода 10%.

2.1. Аппаратура и реактивы

1.Газовый хроматограф, оснащенный плазменно-ионизационным детектором;

2.Компрессор для подачи воздуха (или воздух,сжатый в баллоне);

3.Генератор водорода СГС-2 (или водород,сжатый марки А, ГОСТ 3022-61);

4.Азот газообразный особой чистоты, ГОСТ 9292-74;

5.Термошкаф, оснащенный терморегулятором, точность регулировки $\pm 2^{\circ}$С;

6.Колонка из нержавеющей стали или стекла;

7. Силиконовая резина для прокладок толщиной не менее 2 мм;

8. Секундомер, ГОСТ 5672-72;
9. Металлическая линейка с ценой деления 0,1 мм;
10. Микрометрическая лупа;
11. Шприц медицинский типа "Рекорд" емкостью 1 и 10 мл;
12. Микрошприц типа МШ-1 и МШ-10 на 1 и 10 мкл;

13. Стеклянные сосуды емкостью 50 мл с навинчивающейся пластмассовой крышкой с отверстием,

14. Твердый носитель - хромосорб W (или хроматрон N - AW);

15. Неподвижная жидкая фаза
а) 15 % апиезона L или полиэтиленгликоля 1500;
б) 20% сквалана + 3 % полиэтиленгликоля 300
или 30% полиэтиленгликоля 300 + 2 % апиезона L ;

16. Бензин марки "Экстра".

2.2. Условия анализа

Длина колонки - 3 м, диаметр колонки - 4 мм
Температура колонки - 100°С, испарителя - 150°С
детектора - 150°С
Скорость потока водорода - 30 мл/мин
Скорость потока газа-носителя - азота - 50 мл/мин
Скорость потока воздуха - 300 мл/мин
Скорость бумажной ленты - 10 мм/мин
Объём удерживания компонентов бензина - от 147 до 564 с.

Бензин характеризуется 9^{10} пиками различной интенсивности. Время удерживания колеблется при небольших изменениях параметров газохроматографического анализа. В связи с этим идентификация анализируемого вещества должна проводиться только путем сравнения времени его удерживания с временем удерживания стандартного раствора бензина, используемого при калибровке.

Ввод пробы производится через самоуплотняющуюся мембрану испарителя хроматографа. Предварительно проводят калибровку

прибора по анализируемому растворителю. Всю серию анализов проводят одним и тем же шприцем. Перед анализом шприц продувают инертным газом или прогревают в термошкафу для очистки. Силиконовую резину проверяют на отсутствие пиков, мешающих определению анализируемого растворителя. Для получения воспроизводимых результатов необходимо точно соблюдать условия анализа.

Содержание бензина в вытяжке определяют по калибровочному графику.

2.3. Ход анализа

10 мл исследуемого раствора помещают в стеклянный сосуд емкостью 50 мл, плотно закрывают навинчивающейся пластмассовой крышкой с отверстием, снабженной прокладкой из силиконовой резины, помещают в термошкаф и выдерживают при температуре 100°С в течение 30 мин. Через 30 мин сосуд вынимают из термошкафа, обертывают теплоизоляционным материалом (полотенцем), прокалывают иглой шприца прокладку , промывают шприц анализируемой смесью (5 - 7 раз набирают в шприц паровоздушную смесь, выпуская ее каждый раз обратно в емкость), отбирают пробу (1 $см^3$) и хроматографируют.

2.4. Проведение калибровки

Подготавливают 5 сосудов емкостью 50 мл (объём сосудов должен быть точно измерен), закрывают навинчивающимися пластмассовыми крышками, снабженными прокладкой из силиконовой резины. Через отверстие в крышке с помощью шприца вводят в сосуды по 10 мл водного раствора бензина расчетной концентрации. Минимальная концентрация должна соответствовать пределу обнаружения бензина - 0,01 мг/л.

После этого производят нагрев, отбор пробы и хроматографирование в условиях, описанных в разделе 3.3. Величина отбираемой пробы должна быть одинаковой при всех заданных концентрациях бензина и составлять 1 мл (1 $см^3$). По данным хроматографирования строят график, по оси ординат которого откладывают сумму площади всех пиков, соответствующих компонентам бензина, разделяемых при данных условиях анализа,

а по оси абсцисс - количество вещества в газообразной пробе

Площадь пика определяют как произведение высоты пика на ширину, измеренную на середине высоты.

Количество растворителя, выделяющегося из исследуемого материала в модельную среду, вычисляют по формуле:

$$C_I = \frac{C_2 \cdot V_2}{V_I \cdot V_3},$$

где

C_I - количество растворителя в вытяжке, мг/л;

C_2 - количество растворителя в газовой пробе, найденное по калибровочному графику, мкг;

V_I - объём газовой пробы, вводимой в хроматограф, мл;

V_2 - объем воздушного пространства над образцом в сосуде, мл;

V_3 -объем исследуемого раствора, мл.

3. Определение бутилового спирта и гептана в вытяжках

Бутиловый спирт - бесцветная жидкость с $T^{o}_{кип.}$=II4-II8° С, ДКМ - 0,5 мг/л

Гептан– бесцветная жидкость с $T^{o}_{кип}$= 98,4°С ДКМ=0,I мг/л,

Метод основан на извлечении растворителя из исследуемого раствора при его нагревании в герметично закрытом сосуде, отборе пробы паровоздушной смеси над раствором и хроматографировании ее на газовом хроматографе с плазменно-ионизационным детектором.

Предел обнаружения составляет 0,03 мкг в газовой пробе, вводимой в хроматограф. Ошибка метода 9 %.

3.I. Аппаратура и реактивы

I.Газовый хроматограф, оснащенный плазменно-ионизационным детектором;

2. Компрессор для подачи воздуха (или воздух сжатый в баллоне);

3. Генератор водорода СГС - 2 (или водород сжатый марки А, ГОСТ 3022-6I);

4. Азот газообразный особой чистоты, ГОСТ 9292-74;

5.Термошкаф, оснащенный терморегулятором, точность регулировки ±2°С,

6. Колонка из нержавеющей стали или стекла;

7. Силиконовая резина для прокладок толщиной не менее 2 мм;

8.Секундомер;

9.Металлическая линейка с ценой деления 0,I мм;

10. Микрометрическая лупа;
11. Шприц медицинский типа "Рекорд" емкостью 1 10 мл;
12. Микрошприц типа МШ-1 и МШ-10 на 1 и 10 мкл;
13. Стеклянные сосуды емкостью 50мл с навинчивающейся пластмассовой крышкой и отверстием в крышке;

14. Твердый носитель - хроматон N - AW;
15. Неподвижная жидкая фаза - силикон ДС-550 (15%);

16. Спирт н-бутиловый, ч. ГОСТ 5208-76;
17. н-Гептан чистый, ГОСТ 4166-76;
18. Стеклянный сосуд емкостью 1000 мл с навинчивающейся крышкой.

3.2. Условия анализа

Длина колонки - 3 м, диаметр колонки - 3 мм
Температура колонки - 137°С, испарителя - 150°С, детектора - 130°С.

Скорость потока газа - носителя азота - 30 мл/мин
Скорость потока водорода - 40 мл/мин
Скорость потока воздуха - 30 мл/мин
Скорость бумажной ленты - 60 мм/час

Продолжительность анализа - 5 минут, время удерживания бутилового спирта - 3 мин 45с, гептана - 2 мин 30 с.
Объём анализируемой пробы - 5 мл.

Ввод пробы через самоуплотняющуюся мембрану. Предварительно проводят калибровку прибора. Всю серию анализов делают с одним и тем же шприцем. Для получения воспроизводимости результатов необходимо точно соблюдать условия испытания.

3.3. Ход анализа

10 мл исследуемого раствора помещают в сосуд емкостью

50 мл, закрывают плотно навинчивающейся крышкой с отверстием, снабженной прокладкой из силиконовой резины, помещают в термошкаф и выдерживают при температуре 100°С в течение 20 минут. Не вынимая сосуд из термошкафа, прокалывают иглой прокладку, 2-3 раза набирают в шприц паровоздушную смесь, выпуская ее каждый раз обратно в сосуд, отбирают пробу 5 мл и хроматографируют. Продолжительность операции отбора пробы и ввода ее в колонку - 15-20 с.

Содержание н-бутанола и н-гептана в пробе определяют по калибровочному графику.

3.4. Построение калибровочного графика

В герметично закрытую емкость объёмом 1000 мл помещают 0,5 г сульфата натрия, закрывают навинчивающейся пластмассовой крышкой с отверстием, снабженной прокладкой из силиконовой резины. Через отверстие в крышке с помощью шприца вводят по 10 мл стандартных растворов гептана и н-бутанола расчетной концентрации для получения в емкости паровоздушной смеси с содержанием примерно 0,005 мкг/мл каждого из ингредиентов.

Нагрев, отбор и хроматографирование стандартных проб проводят аналогично определению исследуемых проб, описанному в разделе 4.3. Величина отбираемой газовой пробы должны быть одинаковой при всех заданных концентрациях бутанола и гептана. По данным хроматографирования строят график зависимости площади пика от количества вещества в газовой пробе. Площадь пика определяют как произведение высоты пика на ширину, измеренную на середине высоты. Колич ество растворителя, выделяющегося материала в модельную среду, вычисляют по формуле:

$$C_T = \frac{C_2 \cdot V_2}{V_1 \cdot V_3},$$

C_1 - количество растворителя в вытяжке, мг/л;

C_2 - количество растворителя в газовой пробе, найденное по калибровочному графику, мкг;

V_1 - объем газовой пробы, вводимой в хроматограф, мл;

V_2 - объем воздушного пространства над образцом в сосуде, мл;

V_3 - объём исследуемого раствора, мл

4. Определение органических растворителей в вытяжках из комбинированных полимерных материалов

Метод основан на извлечении растворителя из исследуемого раствора при его нагревании и герметично закрытом сосуде, отборе пробы паровоздушной смеси над раствором и хромаграфировании ее на газовом хроматографе с плазменно-ионизационным детектором.

При указанных условиях газохроматографирования можно определять следующие органические растворители:

ацетон, этилацетат, метиленхлорид, четыреххлористый углерод, дихлорэтан, гексан, гептан, бензин, этиловый спирт, бутиловый и изопропиловый спирты.

Физико-химические показатели растворителей приведены в таблице. Предел обнаружения не менее 0,01 мг/л. Ошибка метода 10%.

4.1. Аппаратура и реактивы

1. Газовый хроматограф, оснащенный плазменно-ионизационным детектором.

2. Компрессор для подачи воздуха (или воздух сжатый в баллоне);

3.Генератор водорода СГС - 2 (или водород сжатый марки А, гост 3022-61);

4. Азот газообразный особой чистоты, ГОСТ 5292-74;

5. Термошкаф, оснащенный терморегулятором, точность регулировки $\pm 2^{\circ}C$;

6. Колонка из нержавеющей стали или стекла;

7. Силиконовая резина для прокладов толщиной не менее 2 мм;

8. Секундомер;

9.Металлическая линейка с ценой деления 0,1 мм;

10. Микрометрическая лупа;

11. Шприц медицинский типа "Рекорд" емкостью 1 и 10 мл;

12. Микрошприц типа МШ-1 и МШ-10 на 1 и 10 мкл;

13.Стеклянные сосуды емкостью 50 мл с навинчивающейся пластмассовой крышкой и отверстием в крышке;

14.Твердый - носитель - хромосорб W (или хроматон N-AW);

15. Неподвижная жидкая фаза - 15% апиезона L или полиэтиленгликоля 1500;

16. Ацетон ГОСТ 2603-63чда;

17. Этилацетат ТУ 22П-6-68 хромат, чистый;

18. Метиленхлорид ТУ 6П-13-70 хромат.чистый;

19. Четыреххлористый углерод ТУ П-8-68 хромат.чистый;

20. 1,2 Дихлорэтан ГОСТ 5840-51 чда;

21. Гексан ТУ 6-09-3375-78 ч;

22. Гептан ГОСТ 5395-70 ч, МРТУ 6-09-6519-70 чда для хромат ;

23. Спирт н-бутиловый ГОСТ 5203-76;

24. Спирт изопропиловый ГОСТ 9805-76 ч;

25. Спирт этиловый;
26. Бензин марки "Экстра".

4.2. Условия анализа

Длина колонки - 3 м, диаметр колонки - 4 мм
Температура колонки - 100 оС, испарителя - 150 оС детектора - 150 оС.

Скорость потока газа - носителя азота - 50 мл/мин;
Скорость потока воздуха - 30 мл/мин;
Скорость потока водорода - 30 мил/мин;
Скорость бумажной ленты - 10 мл/мин;
Объём анализируемой пробы - 1 мл,

Времена удерживания анализируемых растворителей при использовании в качестве неподвижной фазы апиезона L :

ацетона - 145 с
этилацетата - 208 с
метиленхлорида - 170 с
четыреххлористого углерода - 392 с,
дихлорэтана - 290 с
гексана - 245 с
гептана - 433 с
бутилового спирта - 794 с
изопропилового спирта - 160 с
этилового спирта - 157 с
бензина - от 147 до 582 с

Бензин характеризуется 9 пиками различной интенсивности.

Времена удерживания могут меняться при небольших изменениях параметров газохроматографического анализа. В связи с этим идентификация анализируемого вещества должна производиться только путем сравнения времени удерживания его с временем удерживания стандартного раствора определяемого растворителя, используемого при калибровке.

Ввод пробы производится через самоуплотняющуюся мембрану

испарителя хроматографа. Предварительно проводят калибровку прибора по анализируемому растворителю. Всю серию анализов проводят с одним и тем же шприцем. Перед анализом шприц продувают инертным газом или прогревают в термошкаф для очистки. Силиконовую резину проверяют на отсутствие пиков, мешающих определению анализируемого растворителя Для получения воспроизводимых результатов необходимо точно соблюдать условия анализа.

Содержание растворителей в вытяжке определяют по калибровочному графику.

4.3. Ход анализа

10 мл исследуемого раствора помещают в стеклянный сосуд емкостью 50 мл, плотно закрывают навинчивающейся пластмассовой крышкой с отверстием, снабженной прокладкой из силиконовой резины, помещают в термошкаф и выдерживают при температуре 100^{0}С в течение 30 мин. Через 30 мин сосуд вынимают из термошкафа, оборачивают теплоизоляционным материалом (полотенцем), прокалывают иглой шприца прокладку, промывают шприц анализируемой смесью (5 - 7 раз выбирают в шприц паровоздушную смесь, выпуская ее каждый раз обратно в емкость), отбирают пробу (1 $см^3$) и хроматографируют.

4.4. Проведение калибровки

Подготавливают пять сосудов емкостью 50 мл (объём сосудов должен быть точно измерен), закрывают навинчивающимися пластмассовыми крышками, снабженными прокладками из силиконовой резины. Через отверстие в крышке с помощью шприца вводят в сосуды по 10 мл водного раствора растворителя расчетной концентрации. Минимальная концентрация должна соответствовать пределу обнаружения анализируемого растворителя. После этого производят нагрев, отбор пробы и хроматографирование в условиях, описанных в разделе 5.3 Величина отбираемой пробы должна быть одинаковой при всех заданных концентрациях растворителя и составлять 1 мл $см^3$.

По данным хроматографирования строят график зависимости площади или высоты пика от количества вещества в газовой пробе. Площадь пика определяют как произведение высоты пика на ширину, измеренную на середине высоты.

Количество растворителя, выделяющегося из исследуемого материала в модельную среду, вычисляют по формуле:

$$C_I = \frac{C_2 \cdot V_2}{V_I \cdot V_3}$$

где

C_I - количество растворителя в вытяжке, мг/л

C_2 - количество растворителя в газовой пробе, найденное по калибровочному графику, мкг;

V_I - объем газовой пробы, вводимой в хроматограф, мл;

V_2 - объем воздушного пространства над образцом в сосуде мл;

V_3 - объём исследуемого раствора, мл.

Определение продукта термоокислительной деструкции — формальдегида в вытяжках

Формальдегид - бесцветный газ, $T_{кип}$ = 21°С, хорошо растворим в воде, этиловом спирте, эфире и других растворителях ДКМ - 0,1 мг/л.

Метод основан на извлечении формальдегида из исследуемого раствора при его нагревании в герметично закрытом сосуде, отборе пробы паровоздушной смеси над раствором и хроматографировании ее на газовом хроматографе с плазменно-ионизационным детектором.

Предел обнаружения составляет 0,1 мг/л. Ошибка метода - ± 13 %.

1. Аппаратура и реактивы

1. Газовый хроматограф, оснащенный плазменно-ионизационным детектором;

2. Колонка из нержавеющей стали или стекла;

3. Компрессор медицинский для подачи воздуха (или воздух сжатый в баллоне);

4. Генератор водорода СГС-2 (или водород сжатый марки А, ГОСТ 3022-61);

5. Азот газообразный ГОСТ 9293-74;

6. Термошкаф с термометром и терморегулятором;

7. Секундомер;

8. Металлическая линейка с ценой деления 0,1 мм;

9. Микрометрическая лупа;

10. Стеклянные сосуды емкостью 50 мл с навинчивающейся крышкой и отверстием в крышке;

11. Шприц медицинский типа "Рекорд" емкостью 5 мл;

12. Силиконовая резина для прокладок толщиной не менее 2мм;
13. Твердый носитель полисорб -I, фракция 0,25 - 0,50 м ТУ 6209-3602-74;

14. Формалин, 40%-ный раствор;
15. Натрий сернокислый, безводный, ГОСТ 4166-76;
16. Йод кристаллический ГОСТ 4159-79;
17. Гипосульфит натрия, ГОСТ 10575-76;
18. Крахмал, ГОСТ 10163-76.

2. Подготовка к анализу

а) Заполнение колонки сорбентом - механическое. Прибор для анализа готовят согласно инструкции, предусмотренной его эксплуатацией.

б) Приготовление стандартного раствора формальдегида см. "Инструкцию по санитарно-химическому исследованию изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, предназначенных для контакта с пищевыми продуктами"; 880-71, 1972, с.93.

в) Йод, 0,1 %-ный раствор
г) Гипосульфит натрия, 0,1 % - ный раствор.

3. Условия анализа

Длина колонки - 2 м, диаметр колонки - 3 мм
Температура колонки - 110°С, испарителя - 200°С
Скорость потока газа - носителя азота - 55 мл/мин
Скорость потока водорода - 50 мл/мин
Скорость потока воздуха - 250 мл/мин
Скорость бумажной ленты - 180 мм/час
Продолжительность анализа 10 мин. Время удерживания формальдегида - 7 мин.
Ввод пробы через самоуплотняющуюся мембрану испарителя.

Предварительно проводят калибровку прибора, аналогично описанной в разделе 4 (минимальное содержание формальдегида составляет 0,05 мкг). Всю серию анализов проводят с одним и тем же шприцем. Для получения воспроизводимости результатов необходимо точно соблюдать условия испытания. Определение формальдегида в исследуемом растворе проводят в условиях аналогичных описанным в разделе 3.

Приложение 8.8

Определение летучих веществ, обусловливающих запах полимерных изделий (остаточное содержание растворителей в полимерном изделии)

Принцип, положенный в основу приведенных методик, может быть использован для идентификации веществ, обусловливающих запах полимерных изделий. Метод основан на концентрировании летучих веществ в паровоздушной фазе над образцом полимерного изделия, помещенных в герметично закрытую емкость, отборе пробы паровоздушной смеси и хроматографированный ее на газовом хроматографе с плазменно-ионизационным детектором. Для ускорения установления равновесия между содержанием летучих веществ в паро-воздушной фазе и в образце, а также увеличении чувствительности метода сосуд с образцом полимерного изделия прогревается при определенных условиях.

Предел обнаружения органических растворителей, перечисленных в таблице, составляет 0,001 мг/кг полимерного изделия, Ошибка метода 3 - 5 %.

1. Аппаратура и реактивы

1. Газовый хроматограф, оснащенный плазменно-ионизационным детектором.

2. Компрессор для подачи воздуха (или воздух сжатый в баллоне)

3. Генератор водорода ГГС -2 (или водород сжатый марки А, ГОСТ 3027-80);

4. Азот газообразный особой чистоты. ГОСТ 9292-74;

5. Термошкаф, оснащенный терморегулятором с точностью регулировки $\pm$ 2°С.

6. Силиконовая резина для прокладок, толщиной не менее 2 мм;

7. Секундомер

8. Металлическая линейка с ценой деления 0,1 мм;

9. Микрометрическая лупа;

10. Шприц медицинский типа "Рекорд" емкостью 1 и 10 мл;

11. Микрошприц типа МШ 1 и МШ-10 на 1 и 10 мл;

12. Стеклянные сосуды емкостью 50 мл с навинчивающейся пластмассовой крышкой и отверстием в крышке;

13. Твердые носитель - хромосорб W (для хроматон N-AW);

14. Неподвижная жидкая фаза - апиезон L, 15 %

2. Условия анализа

Для колонки - 3 м , диаметр колонки - 4 мм

Температура колонки - 100°С, испарителя - 150°С детектора - 150°С.

Скорость потока газа - носителя азота - 50 мл/мин

Скорость потока водорода - 30 мл/мин

Скорость потока воздуха - 300 мл/мин.

Объём анализируемой пробы - 1 мл

Идентификация веществ, зафиксированных на хроматограмме, должна проводиться только путем сравнения времени их удержи - вания с временными удерживаниями легколетучих веществ, способных выделяться из анализируемого полимерного изделия, исходя из его рецептурного состава и технологии изготовления. Ввод проб производится через самоуплотняющуюся мембрану испарителя хроматографа. Всю серию анализов проводят с одним и тем же шприцем. Перед анализом шприц продувают инертным газом или прогревают в термошкафу для очистки. Силиконовую резину проверяют на отсутствие пиков, мешающих определению анализируемого вещества. Для получения воспроизводимых результатов необходимо точно соблюдать условия анализа.

Содержание летучих веществ в полимерном изделии или в воздушном пространстве над образцом определяют по калибровочному графику.

3. Ход анализа

Взвешивают I г полимерного изделия (с точностью до 0,002г). Образец разрезают на небольшие кусочки и помещают в сосуд емкостью 50 мл. Сосуд плотно закрывают навинчивающейся пластмассовой крышкой с отверстием, снабженной прокладкой из силиконовой резины, помещают в термошкаф и выдерживают при температуре I20°С в течение 60 мин. Через 60 минут сосуд вынимают из термошкафа, оборачивают теплоизоляционным материалом, прокалывают иглой шприца прокладку, промывают шприц анализируемой смесью (5 - 7 раз набирают в шприц паро-воздушную смесь, выпуская ее каждый раз обратно в емкость), отбирают пробу (I $см^3$) и хроматографируют.

4. Проведение калибровка

Подготавливают пять сосудов емкостью 50 мл (объём сосудов должен быть точно измерен), закрывают навинчивающимися пластмассовыми крышками, снабженными прокладками из силиконовой резины. Через отверстие в крышке с помощью микрошприца вводят в сосуды определенные количества анализируемого вещества (растворителя) (от 0,I до I,0 мкл). При необходимости определения более низких концентраций калибровку рекомендуется проводить в сосудах объемом 500 мл, введя в них от 2,0 до I0,0 мкл растворителей. После этого производят нагрев, отбор пробы и хроматографируют в условиях, описанных в Приложении 8.6.

Величина отбираемой пробы должна быть одинаковой при всех заданных концентрациях анализируемого вещества, и составлять I мл ($см^3$). По данным хроматографирования строят график, по оси ординат которого откладывают высоту или площадь пика, соответствующего анализируемого вещества, а по оси абсцисс - концентрацию вещества в газовой пробе. Площадь пика определяют как произведение высоты пика на ширину, измеренную на середине высоты.

Концентрация летучих веществ, выделившихся из полимерного материала, рассчитывают по формуле:

$$C_I = \frac{C_2 \cdot V_2}{V_I \cdot M}$$

где

C_I - концентрация летучих веществ, мкг/г (кг/мг) полимерного изделия;

C_2 - концентрация летучих веществ в газовой пробе, найденная по калибровочному графику, мкг

V_2 - объем газовой пробы, мл;

V_I - объем воздушного пространства над образцом в сосуде, мл

M - масса анализируемого образца, г.

Приложение 8.9

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ НИЗКОМОЛЕКУЛЯРНЫХ ВЕЩЕСТВ ПОЛИОЛЕФИНОВ, ЭКСТРАГИРУЕМЫХ НОРМАЛЬНЫМ ГЕКСАНОМ

Экстрагируемые вещества представляют собой в случае экстракции нестабилизированного и неокрашенного полиэтилена низкомолекулярные фракции со среднечисленной молекулярной массой 300 - 600, в случае экстракции полипропилена, полибутена, поли-4-метилпентена и других видов полиолефинов - смесь олигомеров полимера со стабилизаторами, смазочными веществами и другими добавками, способными экстрагироваться н-гексаном.

I. Принцип метода

Метод заключается в экстрагировании низкомолекулярных веществ полиолефинов н-гексаном при 60°С в течение 3,0 ч и последующем выпаривании экстрагента до получения сухого остатка. Расшифровка химического состава экстрагируемых веществ осуществляется при помощи метода ИК-спектроскопии. Полоса поглощения при 1720 $см^{-1}$ соответствует альдегидным группам, а 1740 $см^{-1}$ эфирным группировкам мигрирующих веществ. Расчет интенсивности поглощения позволяет оценить степень окисления экстрагируемых фракций полиэтилена. В случае миграции стабилизатора возможно наложение полос поглощения кислородсодержащих групп полиолефинов и функциональных групп стабилизаторов.

2. Приборы, посуда, реактивы

I. ИК - спектрометр двухлучевой, работающий в области длин волн 700 - 2000 $см^{-1}$;

2. Аналитические весы, обеспечивающие точность взвешивания до 0,0002 г;

3. Круглодонная колба со шлифом на 500 мл;

4.Обратный холодильник, ГОСТ 9499-70,
5.Термошкаф на 200° С с терморегулятором ±0,5 °С,
6.Водяная баня,
7.Фарфоровая выпарительная чашка на 250 мл,
8. Термометр контрольный на 200°С,
9. Мерный цилиндр объемом 250 мл,
I0.Стеклянный стакан на 50 мл,
II. Эксикатор объемом I л,
I2. Н-гексан ч., ТУ 6-09-3375-78.

3.Определение количества экстрагируемых НМФ

Навеску полимерной пленки или изделия (5-I5 г в зависимости от толщины) разрезают на небольшие кусочки размером 2 х 2 $см^2$ и помещают в круглодонную колбу со шлифом и обратным холодильником. В случае испытания тары или других изделий размеры отдельных кусочков должны позволять перенести их через горло колбы. В колбу заливают 200 мл н-гексана, при этом соотношение площади поверхности пленки и объёма экстрагента должно составлять I0 :I см2/см3. Выбор указанного соотношения для пленочных материалов обусловлен необходимостью получения определенной величины сухого остатка (не менее 0,0Iг). После окончания экстракции горячий экстракт переносят в фарфоровую выпарительную чашку и упаривают на водяной бане до объема I0-20 мл. Полученный концентрированный экстракт количественно переносят в предварительно доведенный до постоянного веса стеклянный стаканчик. Дальнейшее выпаривание проводят в термошкафу при температуре I05 ± 0,5 °С до испарения последней капли жидкости Охлаждение проводят в эксикаторе, заполненном обезвоженным хлористым кальцием. После выдержки в эксикаторе в течение I ч

стаканчик с сухим остатком взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,0002 г. Затем повторяют термостатирование при I05 + 0,5 °С в течение 30 мин до получения результатов взвешивания, не отличающегося от предыдущего на 2-4 единицы в четвертом знаке после запятой.

Величину сухого остатка рассчитывают по формуле:

$$O = \frac{P_2 \cdot P_1}{P_3} \cdot 100\ \%,$$

где

O - величина сухого остатка, масс. %;

P_1 - масса стаканчика без остатка, г;

P_2 - масса стаканчика с остатком, г;

P_3 - масса пленки (навеска), г

Величину сухого остатка рассчитывают как среднее из трех параллельных определений, ошибка определения составляет $\pm$10 %.

4. Идентификация экстрагируемых веществ

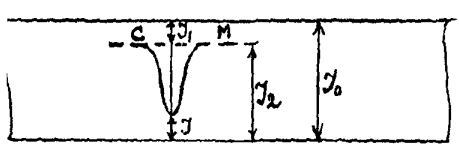
Для снятия ИК-спектров анализируемого вещества в данном случае используется способ нанесения образца между двумя кристаллами из KBr , которые закрепляются в стандартном приспособлении для фиксации образцов при установке их в спектрометр. Приготовление образца для снятия спектра осуществляется следующим образом: на одну из двух разъемных частей приспособления накладывают картонный диск с прорезью посередине, затем стекло из KBr (поверхность стекла должна быть чистой и не содержать царапин) . Небольшое количество сухого остатка, представляющего собой воскообразное вещество, извлекают скальпелем из стаканчика и наносят на стекло KBr по осевой линии прибора. Сверху накладывают прокладку из фольги (толщина 0,01 - 0,02 мм), задающей толщину слоя образца, затем второе стекло KBr , которое прижимают сверху второй частью держателя образцов и зажимают по диагонали двумя винтами: последнее обеспечивает равномерное распределение слоя по толщине. Приспособление ставят в прибор. Условия спектрометрирования при снятии ИК спектра следующие:

а) диафрагма прибора полностью открыта,
б) щелевая программа - 4 мм/100 $см^{-1}$,
в) масштаб записи - I : I2,
г) скорость регистрации спектра - I50 $см^{-1}$/мин,
д) корректирующая бленда - 5 или I5.

Диапазон частот 700 - 2000 $см^{-1}$ (призма $NaCl$).

4.I. Расчет степени окисления НМФ полиэтилена

Количественный анализ ИК-спектров проводится методом базисных линий, что позволяет исключить ошибки, связанные с рассеянием и отражением образца. Степень окисления НМФ характеризуют концентрацией кислородсодержащих групп, измеряя интенсивность полос поглощения при I720 и I740 $см^{-1}$. Интенсивность поглощения определяют по спектрограмме следующим образом:



Линия А на спектрограмме соответствует I00%-ному пропусканию;

Линия В - 100% - ному поглощению; линия СМ - базисная линия.

J - интенсивность излучения, прошедшего через образец,
J_0 - интенсивность излучения, падающего на образец,
J_1 - интенсивность рассеянного, отраженного и т.д.света.

Оптическая плотность, обусловленная непосредственным поглощением вещества, равна

$$Д = \lg \frac{J_0}{J}$$

Концентрацию кислородсодержащих группы выражают в отн

сительных единицах:

$$C = \frac{Д_{1740}}{\delta}$$

$Д_{1740}$ - оптическая плотность полосы поглощения при 1740 $см^{-1}$;

C -концентрация эфирных групп, $см^{-1}$;

δ - толщина образца, см.

Приложение 8,10

ТОКСИКОЛОГИЧЕСКИЙ ЭКСПЕРИМЕНТ

(методы исследования для использования в динамике эксперимента и в процессе поэтапного забоя животных)

№№ пп	Методы исследования	Наиболее чувствительные показатели влияния вытяжек
I	2	3
I	Масса тела	
2	Морфологический состав крови (гемоглобин, эритроциты, лейкоциты, лейкоцитарная формула)	
3	Активность ферментов	
	3.I. Крови	
	трансаминазы	
	медьсодержашей оксидазы	
	холинэстеразы	
	3.2. Внутренних органов (гомогенатов)I/	
	трансаминазы	
	цитохромоксидазы	
	холинэстеразы	
4	Содержание (в крови, внутренних органах)	
	Нуклеиновых кислот	
	Сульфгидрильных группы	
	Гистамина	
	Общего белка	
	Электролитный порог сывороточных белков (проба Вельмана)	

5. ЦЕНТРАЛЬНАЯ НЕРВНАЯ СИСТЕМА

Способность животных к суммации подпороговых импульсов (С П И)	+
Порог нервно-мышечной возбудимости на электрораздражение	

6. ИММУНОЛОГИЧЕСКАЯ РЕАКТИВНОСТЬ

Активность лизоцима	+
Состояние лифоидной ткани	+
Активность фагоцитоза лейкоцитов	
Иммунологическое состояние (по методу Уанье)	

7. СЕРДЕЧНО-СОСУДИСТАЯ СИСТЕМА

по биохимическим показателям атерогенного действия (холестерин, фосфолициды, липиды, липопротеиды, триглицериды, мукополисахариды, сыворотки крови, коллаген по оксипролину, муконолисахариды по гексуроновой кислоте, гексозамину и гексозам в аорте)	

8. ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ НАГРУЗКИ

8.1. Длительность наркотического сна после введения животным барбитуратов (гексенала, тиопентала)	+
8.2. Сорбционные свойства тканей (витальное окрашивание) внутренних органов (печени, семенников, надпочечников, гипофиза, почек и др.)	+
8.3. Проницаемость гисто-гематических барьеров методом радиоиндикации (на фоне нагрузки длительным плаванием)	+

8.4. Голодание в условиях получения животными вытяжек (различные варианты: 3,5,7 - суточное и длительное с изучением динамики массы тела и др.). +

8.5. Введение алкоголя (с определением активности ферментов и лизоцима, С П П и других показателей) +

8.6. Бромсульфалеиновая проба

8.7. Работоспособность (статическая мышечная нагрузка, плавание и др.)

9. МЕМБРАННЫЕ ВНУТРИКЛЕТОЧНЫЕ СТРУКТУРЫ

по биохимическим показателям (Гистидазе, АТКазам, ДНКазам, РНКазам и др.) +

10. МИКРОЭЛЕМЕНТНЫЙ СОСТАВ ВНУТРЕННИХ ОРГАНОВ[2)]

(печени, семенников, почек и др.)

11. ПАТОМОРФОЛОГИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ

(с морфометрией и оценкой внутренних структур клеток печени, семенников, желудка, сосудов, изучением показателей белкового и нуклеиновых обменов, неспецифической иммунологической реактивности по анализу клеточности селезенки, тимуса и др.) +

12. ОТДАЛЕННЫЕ ПОСЛЕДСТВИЯ [2)]

Гонадотоксический эффект по функциональному состоянию сперматогенного эпителия (сперматогонии, сперматоциты, сперматиды, сперматозоиды, клетки Сертоли, клетки

Лейдига и др.)

Канцерогенность по индукции опухолей безусловным канцерогеном на фоне затравки животных вытяжками /бенз/а/пиреном и др.)

Мутагенная активность по репродуктивности культуры клеток методом Пака и Маркуса (в модификации Л.Р. Ананьевой), цитогенетическому анализу клеток костного мозга мышей.

13. МАССОВЫЕ (ВЕСОВЫЕ) КОЭФФИЦИЕНТЫ

ВНУТРЕННИХ ОРГАНОВ
(печени, семенников, сердца, почек, надпочечников, гипофиза и др.)

1) печени, семенников и др. (через 3, 6 и т.д. мес.)
2) проведение исследований при наличии дополнительных оснований: особенности рецептуры, миграция компонентов, данные литературы и др.

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ		2
I.	ГИГИЕНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К ПОЛИОЛЕФИНАМ, ИСПОЛЬЗУЕМЫМ В ПИЩЕВОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ	5
2.	ПОРЯДОК ПРЕДСТАВЛЕНИЯ ОБРАЗЦОВ И ПРОВЕДЕНИЯ ГИГИЕНИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ, ОБЪЁМ СОПРОВОДИТЕЛЬНОЙ ДОКУМЕНТАЦИИ	7
3	ПРЕДУПРЕДИТЕЛЬНЫЙ САНИТАРНЫЙ НАДЗОР. ПРОВЕДЕНИЕ ИССЛЕДОВАНИЙ ПО ГИГИЕНИЧЕСКОЙ ОЦЕНКЕ И РЕГЛАМЕНТАЦИИ ПРИМЕНЕНИЯ В ОТРАСЛЯХ ПИЩЕВОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ НОВЫХ ПОЛИОЛЕФИНОВ	11
	3.1. Санитарно-химические исследования	12
	3.2. Токсикологические эксперименты на животных	15
	3.3. Обобщение результатов исследований, обоснование гигиенического заключения и регламентов использования полиолефинов по назначению	19
4	ТЕКУЩИЙ САНИТАРНЫЙ НАДЗОР	21
5	ПРОИЗВОДСТВЕННЫЙ КОНТРОЛЬ	23
6.	ИНСТРУКТИВНО-МЕТОДИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ И НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ ДОКУМЕНТАЦИЯ ДЛЯ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ПРИ САНИТАРНО-ХИМИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЯХ ПОЛИОЛЕФИНОВ И ПОСТАНОВКЕ ТОКСИКОЛОГИЧЕСКИХ ЭКСПЕРИМЕНТОВ НА ЖИВОТНЫХ	24

7. СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ 26

8. ПРИЛОЖЕНИЯ 27

8.I Показатели материала (полимера, сополимера) по сопроводительной документации для гигиенических исследований 29

8.2 Характеристика интенсивности запаха и привкуса 32

8.3 Карта органолептического анализа образцов изделий и вытяжек 33

8.4 Показатели изделий (органолептические ДКМ) 34

8.5 Характеристика органических растворителей используемых при производстве полимерных материалов 36

8.6 Методы определения органических растворителей в вытяжках 40

8.7 Определение продукта термоокислительной деструкции-формальдегида-в вытяжках 55

8.8 Определение летучих веществ, обусловливающих запах полимерных изделий (остаточное содержание растворителей в полимерном изделии) 58

8.9 Определение содержания низкомолекуляр ных веществ, экстраги емых гексаном 62

8.I0 Токсикологический эксперимент (методы исследования для испольвования в динамике эксперимента и в процессе поэтапного забоя животных) 67

М-33872. 19.09.89. Тип. ОНПО "Пластполимер". 3. Тир. 250 экз.
Бесплатно

19.10.89 г. тип. ОНПО «Пластполимер, з. 754Р т. 250

gost.e-ecolog.ru