

3315-82

46

Цена 80 коп.

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР  
ГЛАВНОЕ САНИТАРНО-ЭПИДЕМИОЛОГИЧЕСКОЕ УПРАВЛЕНИЕ

МЕТОДЫ САНИТАРНО-ХИМИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ  
ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ, ПРЕДНАЗНАЧЕННЫХ  
ДЛЯ КОНТАКТА С ПИЩЕВЫМИ ПРОДУКТАМИ

СБОРНИК МЕТОДИЧЕСКИХ РЕКОМЕНДАЦИЙ  
ТОМ I

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОНОМЕРОВ И ОТВЕРДИТЕЛЕЙ  
ЭПОКСИДНЫХ СМОЛ

Киев - 1982

К О Н Т Р О Л Ь Н Ы Й  
Э К З Е М П Л Я Р  
Ф Б У З  
Ф Ц Г И Э Р О С П О Т Р Е Б Н А Д З О Р А

ФБУЗ ФЦГИЭ Роспотребнадзора  
Информационный ресурс

МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ

ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ФОРМАЛЬДЕГИДА В ВОЗДУХЕ 1.

Настоящие методические рекомендации предназначены для определения формальдегида, выделенного из полимерных материалов в воздух.

Формальдегид  $H_2C=O$  - бесцветный газ. Тпл. - 92°C, Т. кип. - 21°C. Он хорошо растворим в воде, этиловом спирте, эфире и других растворителях.

Формальдегид обладает мутагенными, канцерогенными и токсичным эффектом на теплокровных животных и человека.

Пределно-допустимая концентрация формальдегида в воздухе составляет 0,012 мг/м³.

ПРИНЦИП МЕТОДА

Метод основан на взаимодействии формальдегида (превращенного в водный раствор) с метиленовым тетрагидроксиформидом, образующимся в результате окисления метанола в присутствии катализатора.

I.

Утверждено заместителем главного государственного санитарного врача СССР В.Е. Ковинко. 20 января 1982 г. N 3315 - 82

Чувствительность метода - 0,03 мг/м³ (при пропускании 30 л воздуха). При необходимости измерения более низких концентраций формальдегида в воздухе, следует использовать дополнительный раствор формальдегида.

Титр, при пропускании через пятилитровый реактор 30 литров воздуха, чувствительность составляет 0,01 мг/м³. Стандартная ошибка: 0,18 · 10⁻² мг/м³. Доверительные интервалы: 3,3 · 10⁻² мг/м³ ± 0,4 · 10⁻² мг/м³. Относительное стандартное отклонение: 5,4%.

Зависимость "окраска и размер пятна" на фильтре в интервале 0,05 - 1 мг формальдегида в пробе, по соответствующим таблицам, позволяет определять концентрацию формальдегида в воздухе.

Реакция проходит по следующей схеме:



ВНЕСЕНО МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ НЕ УСТАНОВЛЕННЫ.

РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

- 1. Хлороформ, х.ч., ГОСТ 20015-74
2. Диметон ГОСТ 6022-73
3. Стандартный раствор метанола в этиловом спирте 200 мг/мл, Титан 2 - 3 месяца



4. Стандартный раствор формальдегона в хлороформе 100 мг/мл. Годен 2 - 3 месяца
5. Дисциплинованная вода
6. Прозрачный раствор: 0,5 %-ный раствор кода в хлороформе. Годен 1 месяц
7. Нагретый сернокислый безводный ГОСТ 4166-76
8. Синтетический этиловый реактив ГОСТ 5362-67
9. Синтезатор марки КСК

ПОЛУЧЕНИЕ ФОРМАЛЬДЕГОНА

К 10 мл 30 %-ного водного раствора формальдегида (0,1 г/мл) при перемешивании прибавляют 100 мл этилового спирта. Полученную смесь нагревают на кипящей водяной бане с обратным холодильником в течение 35 - 40 минут. Нагревание удерживают и оставляют охлаждаться на воздухе до 20 - 25°C. Выпавший осадок формальдегона отфильтровывают на воронке Бюхнера, или на воронке с пористым фильтром, промывают дистиллированной водой (2 раза по 1 мл) и сушат на воздухе в чашке Петри.

С целью получения дополнительного количества формальдегона следует усадить спиртовой фильтр до начала выпадения кристаллического осадка, охладить до комнатной температуры и отфильтровать выпавшие кристаллы формальдегона.

Полученный осадок формальдегона перекристаллизовывают для этого в количестве колду помещая 10 - 15 мл диметила-

формальдегона, нагревают до 100°C и постепенно охлаждают осадок формальдегона. Полученную смесь нагревают до кипения. При наличии нерастворившейся осадка прибавляют несколько миллилитров диметилаформамида до полного растворения осадка. Полученный раствор охлаждают на воздухе до 0 - 2°C.

Выпавший осадок формальдегона отсаживают на воронке Бюхнера и промывают этиловым спиртом 2 раза по 5 мл. Осадок сушат на воздухе до постоянного веса. Тпл. т.д. - 136°C.

При отсутствии диметилаформамида осадок формальдегона можно перекристаллизовать из этилового спирта.

ОБОРУДОВАНИЕ И ПОСУДА

1. Пластинки для хроматографии :
  - 2.а) "СИНТОЛ" и "СИНТОЛ ИУ" - 254"
  - б) Флинкагель-краккал (40 г. твёрдого и просеянного (100-120 меш) силиката) и 1 г краккал для смешивают с 125 мл дистиллированной воды. Смесь разтирают до получения сметанообразной массы и равномерно но наносят на сушку поверхность пластинок для хрома-тографии. На указанной выше сорбционной смеси может быть приготовлено 10-15 пластинок размером 9 x 12 см
  2. Весы аналитические РЛН - 100-И
  3. Колбы мерные ёмкостью 25 мл ГОСТ 171-74
  4. Воронки хлещеские 50 мл ГОСТ 8613-75
  5. Делительные воронки ГОСТ 8613-75
  6. Трафаретные листочки с пеной деления 11 мл и ёмко-

ФГУЗ

для 0,1 мл ГОСТ 1774-74

7. Камера для хроматографирования (пятипробочный сосуд с 15 см высотой 20 см с пригнанным крышкой ГОСТ 10365-75)
8. Пылесборники стеклянные (см. "Аналитический анализ микро-количества микроорганизмов" М.А. Клисанко, Т.А. Лесобера, В.Д. Зюкова стр. 231, рис. 24, экз. Мединца, М., 1972)
9. Камера для оприσκания пластинок (соединенный колпак с 20 см) ТУ 26-11-1022-75
10. Ребра воллине ТУ 64-1-2850-76
11. Холодильник Динжа ГОСТ 9499-70
12. Мерные цилиндры на 10 и 25 мл ГОСТ 1770-74
13. Круглодонные или конические колбы емкостью 50 мл на штативах ГОСТ 10394-72
14. Колбы конические грушевидные для уваривания растворов телн на 25 мл ГОСТ 10394-72
15. Подогреватель Зайцева с пористой пластинкой ТУ 25-11-1031-75
16. Аспиратор для отбора проб воздуха ТУ 64-1-862-77
17. Сито капроновое 100 меш (1600 отверстий на 1 см<sup>2</sup>)

#### ОТБОР ПРОБ

Воздух ооокростью 1 л/мин пропускают через 2 последовательно соединенные нормальное в течение 30 минут. Предварительно в подготовители наливают по 5 мл диэтилдиэри-ранной воды. Необходимо проверить дисциплярвану воздуха на содержание формальдегида. При большом количестве формальдегида воздух следует перенести с перманганатом калия в отдельной посуде. Всего отбирают 30 литров воздуха.

#### ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Дисциплярвану воздух подготовителей соединяют, переносят в колбаску, прибавляют 1 мл спиртового раствора калия (концентрация 200 мг/мл) нагревают 10 минут на кипящей водяной бане с обильным холодным паром. Дистиллят и экстракцию хлороформом. Для экстракции проводят реакцию (формальдегида) берут 3 мл хлороформа встряхивают в делительной воронке в течение 5 минут. Экстракт полностью еще раз. Хлороформенные экстракты объединяют, добавляют через фильтр с безводным сульфатом натрия и парят на водяной бане до объема 0,1 - 0,2 мл. Содержимое колбы переносят на хроматографическую пластинку. Пробу наносят в одну точку на середину пластинки на расстоянии 1,5 см от ее нижнего края. Нанесение проводится таким образом, чтобы диаметр полученного пятна не превышал 1 см. Проба и следы от пробы на расстоянии не менее 1 см наносят раствором "этиленгекса" - стандартные растворы формальдегида. При отсуствии формальдегида к 100 мл дистиллированной воды (подготовительного раствора) прибавляют 1 мл водного раствора формальдегида с содержанием 0,5 мг/мл и пробуют все операции, как при пробоваении стандартной - формальдегида в водных вытяжках. Аналогичным образом получают "дегель" с содержанием 1 мг формальдегида в 100 мл воды. Пластинку с нанесенными пробами помещают в камеру для хроматографирования, в которую наливают растворитель - хлороформ. Высота слоя растворителя на дне камеры не должна превышать 0,5 см.

После подъема растворителя пластинку вынимают из камеры, отмечают длину, до которой поднялся растворитель и сушат на воздухе до полного исчезновения запаха растворителя.

Для обнаружения препарата пластинку опрыскивают 0,5% или раствором мола в хлороформе. Формальдегид обнаруживается на пластинке в виде желто-коричневых пятен на белом фоне. Результаты анализа оценивают путем визуального сравнения размера и интенсивности пятен пробы с свидетелем или по калибровочному графику.

ИСТОТОНИТЕ КАЛИБРОВОЧНОГО ГРАФИКА

На одной пластинке с пробой исследуемого раствора хроматографируют пробы эталонных образцов, содержащих известное количество формальдегида (0,1; 0,2; 0,3; 1,0 мкг стандартного раствора формальдегида). Измеряют площадь пятен эталонных растворов и строят калибровочный график в системе координат  $V_f, V_m$ , где:

$V_f$  - количество стандартного раствора на пластинке в мкг  
 $V_m$  - площадь пятна, соответствующая нанесенному количеству вещества в  $mm^2$ .

Идентификация препарата осуществляется по величине пятна, равное  $0,48 \pm 0,02$  (пластинки "СИЛФОЛД" или  $0,7 \pm 0,03$  (пластинки оликагель - кремний). Параллельно ставят контрольный опыт. Для контроля выполняют те же операции.

СОДЕРЖАНИЕ ПРЕПАРАТА ВЫЧИСЛЯЮТ ПО ФОРМУЛЕ:

$$I = \frac{C_1 - C_2 \cdot 1000}{9,7 \cdot V_0 \cdot 1000} \text{ мкг/м}^3$$

$C_1$  - количество мкг формальдегида, найденное в анализируемой пробе, мкг

$C_2$  - количество ф формальдегида в кон. лной пробе, мкг

$V_0$  - объем воздуха в приведенный к норм. условиям; л

$9,7$  - фактор пересчета от формальдегида к формальдегиду

$I$  - содержание формальдегида, мкг/м<sup>3</sup>

Если определение велось в стандартных условиях в качестве свидетеля, то в формулу для учета не следует вводить коэффициент 9,7

$C_2$  - количество ф формальдегида в кон. лной пробе, мкг

$V_0$  - объем воздуха в приведенный к норм. условиям; л

$9,7$  - фактор пересчета от формальдегида к формальдегиду

$I$  - содержание формальдегида, мкг/м<sup>3</sup>

$$V_0 = \frac{273 \cdot P \cdot V_1}{(273 + t) 760}$$

$V_1$  - объем воздуха, взятого на анализ в л

$P$  - барометрическое давление, мм. рт. ст.

$t$  - температура воздуха в месте отбора проб.

Если определение велось в стандартных условиях в качестве свидетеля, то в формулу для учета не следует вводить коэффициент 9,7