

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР
ГЛАВНОЕ САНИТАРНО-ЭПИДЕМИОЛОГИЧЕСКОЕ УПРАВЛЕНИЕ

ИНСТРУКЦИЯ

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

Москва — 1987 г.

КОНТРОЛЬ И
ЭКСПЕРИМЕНТ
ФГУ
ФЦГиЭ Роспотребнадзора

359

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора
Информационный ресурс

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

Главное санитарно-эпидемиологическое управление

И Н С Т Р У К Ц И Я

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

Москва - 1987 г.

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора
Информационный ресурс

ФБУ ВНИИ
Инструкция
Центральный
Роспотребнадзор

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

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

Разрешается размножить в необходимом количестве экземпляров.

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного государственного санитарного врача СССР

А.И. Заиченко



4259-87

" 5 " марта

1987 год

ИНСТРУКЦИЯ

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

1. ВВЕДЕНИЕ

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

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

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

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

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

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

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

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

- ПМ не должны оказывать влияния на развитие микрофлоры в воде;
- полимерные материалы не должны изменять своих гигиенических характеристик (влияние на качество воды) под действием применяемых в водоснабжении методов обеззараживания воды (хлорирование, озонирование и др.) и не должны снижать эффективность обеззараживания.

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

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

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

территории которых находится организация (учреждение)-разработчик. К представленным на рассмотрение материалам должна быть приложена следующая информация:

- назначение, область и условия применения материала;
- количественное содержание каждого компонента в материалах, отдельных рецептурах;
- наличие четкого указания о маркировке материала и условий хранения.

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

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

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

3. ПОРЯДОК ПРИЕМКИ ОБРАЗЦОВ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ ГИГИЕНИЧЕСКОГО ИССЛЕДОВАНИЯ

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

При исследовании синтетических покрытий (пленки, краски, лаки и пр.) последние должны быть нанесены на внутренние поверхности экспериментальных металлических емкостей или на металлические пластины размерами 5x5, 5x10 см. в соответствии с промышленной технологией.

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

1. Наименование материала, из которого изготовлено изделие (торговое, химическое, марка).
2. Сфера применения изделия (конкретное назначение) и условия его эксплуатации (время контакта с водой, температурные режимы, удельная поверхность).
3. Организация, ответственная за выпуск материала и изделия.
4. На основании каких ГОСТов, ТУ, МРТУ и т.д. выпускается данный материал и изделие.
5. Краткое описание технологического процесса изготовления материала с указанием температурного режима.
6. Физико-химические свойства полимерного материала - стойкость к температурным воздействиям, действие кислот и щелочей, газо-во-

до- и паронепроницаемости.

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

- а) химическое название компонента;
- б) его структура формула, мол. масса;
- в) растворимость в воде;
- г) агрегатное состояние при нормальных условиях;
- д) температура кипения и плавления;
- е) достаточно чувствительный и специфический метод определения микроколичеств каждого компонента в воде.

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

4. ПОДГОТОВКА ОБРАЗЦОВ К ИССЛЕДОВАНИЯМ И УСЛОВИЯ ИХ ПРОВЕДЕНИЯ

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

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

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

ПРИМЕР РАСЧЕТА

Толщина стенки пластмассовой трубы 0,5 см:

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

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

Длина отрезка трубы (l) 10 см.

1. Объем воды (V), заключенной в данном отрезке трубы $V = 3,14 \times 4 \times 10 = 125,6 \text{ см}^3$ воды.

2. Площадь (S) внутренней поверхности трубы на этом отрезке $S = 2\pi r l = 2 \times 3,14 \times 2 \times 10 = 125,6 \text{ см}^2$.

3. Удельная поверхность.

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

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

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

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

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

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

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

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

Например, если исследуемые трубы не оказывали неблагоприятного влияния на качество воды при удельной поверхности 1 см^{-1} (диаметр 4 см), то изученный полимерный материал может использоваться для изготовления труб диаметром 4 см и более, так как с увеличением диаметра труб концентрация мигрирующих из нее вредных веществ в воде снижается за счет опережающего роста объема воды по отношению к площади материала.

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

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

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

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

Например:

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Экспозиция при приготовлении вытяжек не должна значительно отличаться от времени контакта воды с ПМ в производственных условиях. Если известно, что по условиям эксплуатации изделия сопрягается с водой, рН которой выходит за пределы 6,5-8,5, в лабораторных условиях производится исследование с искусственно подкисленной или подщелоченной водой (это имеет значение в бальнеотехнике).

Подкисление воды целесообразно производить CO₂ или углекислотой, подщелачивание - NaOH, Ca(OH)₂ или раствором аммиака.

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

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

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

Условия приготовления вытяжек из материалов, применяемых в водоснабжении, приведены в таблице 1.

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

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

5. ИЗУЧЕНИЕ ВЛИЯНИЯ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ НА КАЧЕСТВО ВОДЫ

Полимерные и синтетические материалы должны подвергаться тщательному гигиеническому изучению с использованием современных методов исследования. Однако не всегда требуется постановка исследований в полном объеме, т.к. в гигиене полимеров должен широко применяться принцип последовательного эксперимента — шаговая стратегия. Смысл шаговой стратегии эксперимента состоит в том, что после каждого "шага" (этапа исследования) производится анализ результатов и на основании этого анализа принимается решение о дальнейшей работе. При этом общая схема (рис. 1) эксперимента может и должна меняться в зависимости от результатов, полученных на отдельных этапах работ.

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

1. ЭТАП. Органолептические исследования

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

2 ЭТАП. Санитарно-химические исследования

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

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

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

Условия приточек вытек при исследовании материалов, применяемых в метризации

Группа материалов	Условия моделирования		Время контакта	Удельная поверхность : температура (см ² -1)
	Изнатки	Изнатки		
А	1: Пленки, облицовка : 3 цикла по 3 суток :	0,01	20 и 37°C	
	2: Термотики : каналь :	0,001	70 ж	
Б	1: Облицовка каналь : 3 цикла по 6 часов :	0,01	70 ж	
	2: Термотики : труба, лотки :	0,001	70 ж	
Вх	Шланги, сифоны, : 3 цикла по 30 минут :	0,0001	70 ж	
	Латексные : латексные и пр. :	0,0001	70 ж	

х - материалы этой группы исследуются только при изначальном и композиционном исследовании веществ, в остальных случаях закрываться на основании литературных данных

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

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

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

6.1 Определение запаха вытек.

Определение запаха вытек проводят путем закрытой дегазации, исключая обмен мнениями между дегазаторами, бригадным методом, предусматривая отбор испытателей по способности к восприятию запахов и предварительно ознакомив их с характеристиками запаха. Каждый дегазатор результаты исследования заносит в индивидуальную дегазаторную карту. Из полученных от каждого дегазатора результатов определения интенсивности запаха выводят ее среднее арифметическое значение.

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

Для приготовления вытек используют водопроводную дегазаторную воду.

Характер запаха и его интенсивность определяют сразу же после окончания соответствующей экспозиции во всех вытеках из исследуемого образца, при комнатной температуре и в темноте, предусматривая

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

Ход определения.

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

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

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

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

Таблица 3

Интенсивность:	Характер проявления запаха	Оценка интенсивности запаха и вкуса
Нет	Характер проявления запаха и вкуса	0
Очень слабая	Запах, вкус и привкус не ощущаются	I
Слабая	Запах, вкус и привкус замечаются	2
Заметная	Запах, вкус и привкус легко замечаются	3

Продолжение таблицы 3

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

6.2 Определение вкуса вытяжек.

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

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

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

6.3 Определение мутности вытяжек.

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

6.4 Определение осадка.

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

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

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

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

Таблица 4.

Наименование показателей	Разница с контролем	Допустимые величины
1. Запах при 20°C и при подогревании до 60°C, баллы	I	2
2. Привкус при 20°C, баллы	I	2
3. Мутность	на уровне контроля	
4. Осадок	отсутствует	
5. Пенообразование	отсутствие стабильной крупной пенистой массы, а высота мелкопузырчатой у стенок цилиндра не превышает 1 мм	20
6. Цветность по платино-кобальтовой или имитирующей шкале, град.	5	
7. pH	I, 0	6,5-8,5

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

6.5 Определение пенообразовательной способности вытяжек.

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

Для этого в градуированные цилиндры емкостью 1000 мл с пробирками наливает по 500 мл исследуемых вытяжек, а в один из цилиндров - 500 мл контрольной воды. В течение 15 сек. производят 15 умеренно резких опрокидываний цилиндра, сначала контрольного, затем опытных и отмечают интенсивность пенообразования.

За пороговую принимается интенсивность пенообразования, при которой отсутствует стабильная крупнопенистая пена, а высота мелкопузырчатой у стенок цилиндра не превышает 1 мм.

6.6 Определение цветности вытяжек.

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

6.7 Определение активной реакции (pH) вытяжек.

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

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

6.8 Определение окисляемости вытяжек.

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

Перечень основных компонентов, мигрирующих из полимерных материалов в воду

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

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

7. САНИТАРНО-ХИМИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ.

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

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

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

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

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

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

1. Камера для хроматографирования (стеклянный сосуд с прилифованной крышкой),
2. пульверизатор стеклянный,
3. прибор для отгонки растворителей на шлифах, и концентраторы на шлифах, емкость 30-50, 75 мл,
4. микропипетка на 0.1, с ценой деления на 0,001,
5. воронки делительные на 500 и 1000 мл,
6. колбы мерные, емкость 50 и 100 мл,
7. воронки химические,
8. весы аналитические,
9. пипетки на 1 и 5 мл,
10. хроматографические пластины "Silufol" (производство ЧССР) размеры 15 x 15 см² или 20 x 20 см²,
11. колбы конические, емкость 500-1000 мл,
12. колбы круглодонные, емкость 250 мл,
13. воронки делительные, емкость 500-1000 мл,
14. сушильный шкаф,
15. термостат,
16. баня водяная,
17. электрическая плита с закрытой спиралью.

ПРИГОТОВЛЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ РАСТВОРОВ:

1. Твердые порошкообразные или кристаллические вещества должны быть сухими, химически чистыми. При вычислении навески необходимо учитывать кристаллизационную воду.
- Стандартный раствор готовят из точно вычисленной и взвешанной

В том случае, если для анализа отбирает 250-500 мл водной вытяжки (при чувствительности метода не менее чем на 1 порядок ниже ДУ), в качестве стандартов на хроматографическую пластину наносят следующие концентрации: 1/25 ДУ; 1/10 ДУ; 1/5 ДУ; 1/2 ДУ; ДУ.

Если чувствительность метода на несколько порядков ниже ДУ вещества (в случае определения цинка, кадментама) для анализа отбирается 100-250 мл водной вытяжки, а в качестве стандартов на хроматографическую пластину наносят следующие концентрации: 1/100 ДУ; 1/50 ДУ; 1/25 ДУ; 1/10 ДУ.

3. . при количественном определении веществ с применением ХТС учитывается зависимость: концентрации - площадь пика, поэтому обязательно необходимо предварительно построить градуировочную кривую на концентрациях, указанных выше для каждого конкретного случая. Причем, вещество вносят в делительные воронки, предварительно заполненные водопроводной водой, в объеме, равном объему проб (в каждом конкретном случае разном, т.е. от 100 до 750 мл. см. методику) и проводят по всему ходу анализа.

При построении градуировочной кривой проводят не менее 3 параллельных серий.

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

Более достоверные результаты анализа получают при использовании градуировочной кривой.

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

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

Предполагая, что нужно приготовить 100 мл стандартного раствора с содержанием 100 мкг искомого вещества в 1 мл раствора, т.е. в 100 мл содержится 10 мкг мена этого вещества. Если обозначить молекулярную массу соединения, из которого готовят стандартный раствор - "а", содержание в нем мена искомого вещества "а₁", то необходимая навеска "х" составит:

$$x = \frac{a_1 \cdot 10}{a_1} \text{ (мг)}$$

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

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

Стандартные растворы необходимо хранить в непрозрачные емкости (несколько иссяцев) в темном холодном месте в склянках с прилифованными пробками.

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

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

фотоэлектроколориметра.

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

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

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

Обнаженные зоны локализуют стандарт и вещества в алиquotных частях проб позволяют увидеть вдали от наличия или отсутствия определенного компонента. Затем срезают крайнюю полосу со стандартом и вкладывают в основную часть пластины и в помощь карандаша проводят переперечные линии, отмечая приблизительные зоны локализации вещества в виде квадратов. Отмеченные карандашом квадраты вырезают, осторожно отбавляя в виде трубочек так, чтобы на внешней стороне находилась сорбенция вещества, и помещают в пробирки на шпатель. В пробирки заливают по 5 мл растворителя элюента и энергично встряхивают в течение 1-2 минут вручную (или помещают на центрифугу).

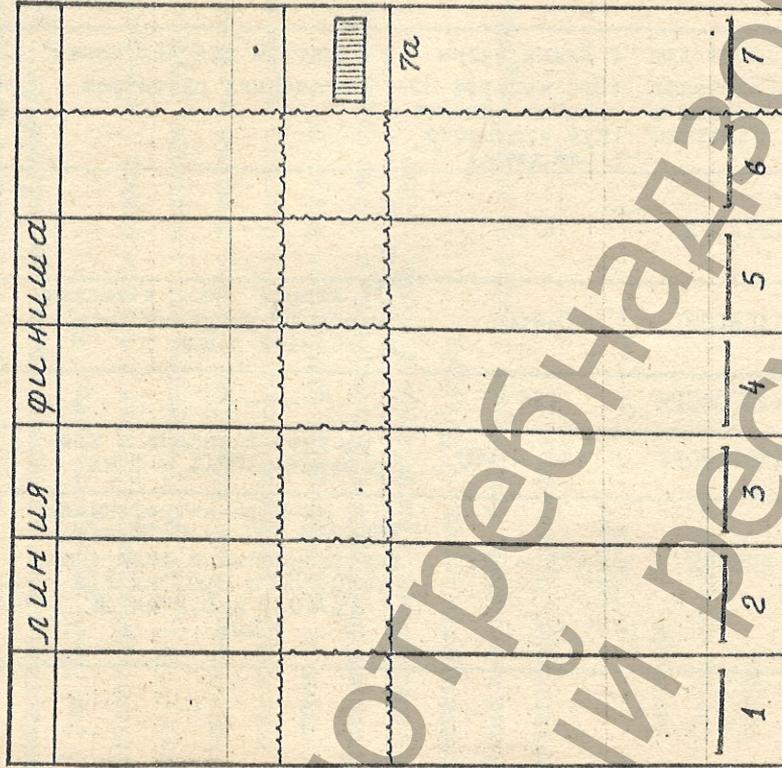
Через 5-10 минут отселяют квадраты пластины от растворителя

ля и измеряют оптическую плотность бесцветных или (после добавления соответствующих реактивов) окрашенных растворов (таблица 3).

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

Прямолнейная зависимость между значениями оптической плотности и концентрации вещества сохраняется, включая процесс экстракции из воды, хроматографирование и элюирование вещества с пластины, в интервале от $1/2 - 1/3$ до $1,5-2 \text{ мкг}$.

Рис. 2



МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ.

7.1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТИРОЛА.

Принцип метода.

Метод основан на извлечении стирола из воды экстрактивной дистилляцией с этанолом, перенесении его в нелетучее ртутьорганическое соединение и последующем хроматографировании в тонком слое сорбента / стандартные хроматографические пластинки "Вулвар", размером 15х15 или 20х20 см. Производство ЧССР /.

Хроматографирование проводят в системе бензол (или толуол) : этилацетат (30:1.5). Для обнаружения зон локализации ртутьорганического комплекса стирола используют раствор дитизона в хлороформе.

Зоны локализации комплекса проявляются на пластине в виде желто-оранжевых пятен на светло-голубом фоне с $R_f = 0,70-0,05$.

Диапазон определяемых концентраций (в 250 мл воды) 1-10 мкг.

Предел обнаружения в анализируемой пробе - 1 мкг.

Чувствительность метода - 0,005 мкг/л.

Метод селективен. Определение стирола не мешает акрилонитрил, метилметакрилат, винилацетат.

Реактивы.

1. Хлороформ.
2. Стирол перегнанный.
3. Бензол.
4. Этилацетат (этиловый эфир уксусной кислоты).
5. Натрий серноокислы безводный.
6. Спирт этиловый 96°, ректификат.
7. Ледяная уксусная кислота.
8. Ртуть уксуснокислая окисная.

Вещество	Экстракт для : Длина волны	Реактивы для получения : минимальные определяемые концентрации	Вещество с мерной этикеткой : минимальная концентрация			
Диэтилфталат	: 275	: ---	: ---	: ---	: ---	: ---
Линк	: 440-460	: 1% хлорид меди в водном : растворе уксусной к-ты : (1:4)-1-2 капли	: ---	: ---	: ---	: ---
Фермалдегид	: ХЛОРОФОРМ : 260	: ---	: ---	: ---	: ---	: ---
Стирол	: ХЛОРОФОРМ : 440 - 460	: раствор дитизона в хлороформе - 0,001% - 5 мл	: 0,01	: 0,01	: 0,01	: 0,01
Фенол	: АЦЕТОН : 475 - 500	: 0,1 мл-пара-нитрофенилдиазония (50 мл 0,5% пара-нитроанилина в воде + 3 мл конц. HNO3 и 0,05 мл 2% NaNO2)	: 0,005	: 0,005	: 0,01	: 0,01
Диэтилэтер	: ---	: ---	: ---	: ---	: ---	: ---

Условная количественная оценка определена методом ТСХ

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

9. 0,25% раствор дигизона в хлороформе.

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

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

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

Ход определения.

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

Рядом с пятнами пробы наносят стандартные растворы стирола с ацетатом ртути (комплекса). Диаметр всех пятен нанесенных на пластину не должен превышать 0,5 см. Хроматографирование проводят в хроматографической камере запаянной смесью бензола (или толуола) и этилацетата (30:1,5). После поднятия подвижной системы на высоту 13 см / или при использовании пластин размером 20x20 см - на высоту 18 см / пластину вынимают из хроматографической камеры и высушивают на воздухе от растворителей. Зоны локализации комплекса стирола с ацетатом ртути с $R_f = 0,75-0,05$ определяют после опрыскивания пластины 0,25% раствором дигизона в хлороформе в виде желто-оранжевых пятен на голубом фоне.

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

II. Проявляющий реактив - смесь двух растворов:

- а) 0,1 г п-нитроанилина растворяется в 0,5 мл 2% соляной кислоты и доводит до 100 мл дистиллированной водой.
 - б) 5% водный раствор нитрита натрия.
- Перед проявлением оба раствора смешивают в соотношении 10:1. Для анализа используют перекристаллизованный дифенилпропан и перегнанный фенол.

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

Фенол для приготовления стандартного раствора перегоняют как указано ниже.

Перегонка фенола. 5-7 г фенола помещают в колбу Вюрца емкостью 50 мл, снабженную термометром и прямым воздушным холодильником, осторожно нагревают на асбестовой сетке и собирают в приемник фракция фенола, кипит при 180°C, предварительно отбросив первые 8-10 капель отгона. Свежеотгонянный фенол следует сохранять в плотно закупоренной посуде, в защищенном от света месте.

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

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

где а - количество стирола в анализируемом объеме раствора, мг;
 В - объем вытяжки, взятый для анализа, мл.

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

У.2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФЕНОЛА И ДИФЕНИЛПРОПАНА.

ПРИНЦИП МЕТОДА

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

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

РЕАКТИВЫ.

1. Ацетон
2. Бензол ч.д.а.
3. Этилацетат (этиловый эфир уксусной кислоты) х.ч.,
4. Натрий сернокислый безводный ч.д.а.,
5. Натрий азотистокислый х.ч.,
6. Соляная кислота х.ч.,
7. Хлороформ СНСІ₃ , ч.д.а.,
8. п- Нитроанилин. ч.д.а.,
9. Фенол ч.д.а., стандартный раствор в этаноле и хлороформе, концентрации 100 мкг / мл.
10. Дифенилпропан, стандартный раствор в этаноле и хлороформе, концентрации 100 мкг / мл.

Ход определения.

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

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

Зона локализации веществ проявляется на пластине в виде желтых пятен с величиной для дифенилпропана - 0,33 - 0,056 фената - 0,7 - 0,05.

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

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

Расчет количественного содержания веществ производят по

формуле:

$$C = \frac{2 \times 1000}{K \times V} \text{ М Г / Л ; где}$$

C - определенное содержание вещества, в мг/л

V - количество мл вытяжки, взятой для исследования;

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

K - коэффициент поправки для фената 0,3, для дифенилпропана 0,4.

7.3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИОКСИФТАЛАТАПринцип метода.

Метод основан на экстракции диоксифталата из воды хлороформом и последующим хроматографированием на пластинках "Silufos".

Чувствительность метода - 0,05 мкг/л.

Метод селективен. Определением диоксифталата не мешает дифульфат и другие фталаты.

Реактивы.

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

Ход определения.

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

Нанесение проб на пластину см. на стр. 23, п. 2.

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

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

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

Расчет концентрации дибутилфталата (С) в пробе проводят по формуле

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

а -- концентрация дибутилфталата в анализируемом объеме, мг;

в -- объем пробы, взятой для анализа, мл

к -- коэффициент поправки равный 0,7

7.4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИБУТИЛФТАЛАТА

Принцип метода.

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

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

Чувствительность метода 0,01мг/л.

Определение дибутилфталата не мешают другие эфиры фталевой кислоты. Реактивы.

1. Серная кислота, 4н. водный раствор.
2. Хлороформ, х.ч.
3. Бензол, х.ч.
4. Аммиак, (газообразный) (на дно эксикатора наливают водный раствор аммиака).
5. Стандартный раствор дибутилфталата в этаноле и хлороформе концентрации 100 мкг/мл.

б. Проявляющий реактив: 20% ный раствор резорцина в этаноле (с небольшой добавкой хлорида цинка) и 4н H_2SO_4 смешивают в соотношении 1:1 по объему. Реактив применяют свежеприготовленный

Ход определения.

Для анализа в делительные воронки на 1000 мл отбирают 500 мл исследуемой водной вытяжки из полимерного материала и трижды экстрагируют хлороформом (по 25-30 мл в течение 3-5 минут). Весь собранный экстракт протрускивают через безводный сернокислый натрий и отгоняют растворитель на водяной бане на приборе для отгонки растворителей до объема 0,2-0,3 мл. Нанесение проб на пластину см. на стр. 23 п. 2. Хроматографирование проводят в системе-бензол.

После поднятия элвента на высоту 13 см, пластинку вынимают из камеры, сушат на воздухе и опрыскивают проявляющим реактивом. Затем пластину помещают в сушильный шкаф на 10 мин при 100-120° С. После чего пластину вынимают из шкафа; охлаждают на воздухе и помещают в эксикатор с газообразным аммиаком. Зона локализации дибутилфталата проявится на пластине в виде желто-розовых пятен с $R_f = 0,60-0,05$.

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

Расчет результатов анализа проводят по следующей формуле:

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

а -- содержание дибутилфталата, в мкг/л;

в -- количество дибутилфталата в анализируемом объеме, в мл.

к -- коэффициент экстракции дибутилфталата для водопроводной

воды, равен 0,5.

7.5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СВИНЦА.

Принцип метода.

Метод основан на образовании комплекса ионов свинца с дитизон-тиокарбаминатом натрия в щелочной среде (pH 8,5-9), экстракции образовавшегося комплекса из водных сред хлороформом и последующим хроматографическом определении на стандартных пластинках "Silvol" "NW-254", или "Silvol-L" чувствительность метода 0,01 мкг/л.

Реактивы.

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

Ход определения.

Для проведения анализа в делительные воронки отбирают по 500 мл водной вытяжки из полимерных материалов. Для создания pH 8,5-9 к пробам добавляют 1 мл буферного раствора и 0,5 мл 1% водного раствора дитизонтиокарбамината натрия. Экстракцию проводят хлороформом три раза по 20-25 мл. в течение 3-5 мин. Объединенные экстракты пропускают через безводный сульфат натрия и упаривают на водяной бане до объема 0,2 мл. Нанесение проб на хроматографическую пластинку см. на стр. 20 п. 2.

Хроматографирование проводят в стеклянной камере, заполненной смесью растворителей: Бензол или толуол; хлороформ (1:1). После поднятия подвижной системы на высоту 10-12 или 18 см пластинку вынимают из камеры и помещают в сушильный шкаф на 5-7 минут при температуре 100-120° С. Дегидрирование веществ на пластине проводят раствором дитизона в хлороформе. После опускания пластины раствором дитизона пластину помещают в камеру с аммиаком на 10-15 мин.

Зона локализации свинца с дитизонном проявится в виде розово-малиновых пятен на светлом фоне $s_{\lambda} = 0,45 \pm 0,05$. Количественное определение свинца проводят так, как рекомендовано на стр. 20 п. 3. Количество свинца определяют по формуле:

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

- A - количество свинца, обнаруженное в анализируемой пробе мкг.
 B - объем пробы, взятый для анализа, мг.
 K - коэффициент поправки - 0,75.

7.6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАДИЯ

Принцип метода:

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

Чувствительность метода - 0,01 мкг/л.

Реактивы:

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

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

Удл определения:

2 л вытяжки упаривают до 500 мл. Для создания РН 9-10 к пробе добавляют 1-2 мл буферного раствора, 0,5 мл 1% водного раствора диглицилтиокарбамината натрия и проводят экстракцию хлороформом по 20-25 мл в течение 3-5 минут. Экстракцию хлороформом проводят трижды (каждый раз по 20-25 мл).

Объединенные экстракты пропускают через безводный сульфат натрия и упаривают на водяной бане до объема 0,1 мл. Нанесение проб на хроматографическую пластину см. на стр. 43 л. 2. Хроматографирование проводят в стеклянной камере, заполненной смесью растворителей: гексан; хлороформ; диэтиламин (20:2:1). После поднятия подвижной системы на высоту 13-18 см пластинку вынимают из камеры, высушивают в сушильном шкафу при температуре 86-100° С до удаления паров растворителей, а затем проявляют 0,05-0,1% раствором диглицилтиокарбамината. После чего пластинку помещают в камеру с газособразным аммиаком. Зоны локализации кадмия с диглицилоном проявляются в виде оранжево-красных пятен на белом фоне с $R_f = 0,65-0,05$.

Количественное определение кадмия см. на стр. 43 л. 3.

Количественное содержание кадмия в воде рассчитывают по формуле:

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

- A - Количество кадмия, найденного в анализируемой пробе; мг;
- B - Объем пробы, взятый для анализа; мл;
- K - Коэффициент поправки при определении кадмия - 0,65.

Принцип метода

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

Метод селективен. Определение цинка не мешают медь, селен, никель, кобальт.

Чувствительность метода - 0,01 мг/л

Реактивы

1. Бензол, хч.,
2. Хлороформ, хч.
3. Диэтилдитиокарбонат натрия, 1% водный раствор.
4. Сульфат натрия, безводный.
5. Проявляющий реактив: йодизон, 0,05-0,1% раствор в хлороформе.
6. Стандартный раствор цинка с диэтилдитиокарбонатом натрия.

В делительную воронку помещают 500 мл водопроводной воды, добавляют 20 мл водного раствора соли цинка с содержанием кальция на цинка 1 мг/мл, 5 мл 1% водного раствора диэтилдитиокарбоната натрия, перемешивают содержимое и проводят экстракцию образовавшегося комплекса хлороформом (трижды по 25 мл).

Объединенные экстракты хлороформа пропускают через безводный сульфат натрия и переносят в мерную колбу на 100 мл. Для получения концентрации раствора 200 мкг/мл объем раствора в мерной колбе доводят до метки хлороформом. Раствор устойчив в течение 3 месяцев при хранении в склянке с притертой пробкой в холодильнике.

7. Газообразный аммиак (эквивалент на тно которого налит водный раствор (2,5% аммиак).

Ход определения.

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

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

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

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

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

Расчет концентрации цинка в анализируемой пробе проводят по формуле:

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

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

a - содержание цинка в анализируемом объеме пробы мг.

b - объем пробы, взятый для анализа, мл

K - коэффициент поправки для определения цинка - 0,75

Ход определения.

Для анализа отбирают 250 мл водной вытяжки и экстрагируют трижды по 20 мл хлороформом. Объединенный экстракт пропускают через безводный сульфат натрия и упаривают в концентраторе на водяной бане до объема 0,1 мл. Нанесение проб на хроматографическую пластину проводят так, как рекомендовано на стр. 23 п. 2. Пластину помещают в хроматографическую камеру, заполненную смесью: ацетон-четырёххлористый углерод (1:1). После подъема жидкости на высоту 14-18 см пластину вынимают из камеры, сушат в вытяжном шкафу в течение 5-10 минут, а затем пластинку помещают в камеру с хлором на 5-7 минут. После удаления хлора под вытяжкой пластинку проявляют под-к-красмальным реактивом. Проявление темно-синих пятен на белом фоне с $\lambda_f = 0,45 - 0,08$ свидетельствует о наличии капролактама в пробах. Количеством для оценки проводят так, как рекомендовано на стр. 43 п. 3.

Расчет результатов анализа проводят по формуле:

$$C = \frac{a \times 1000}{b \times k} \text{ мг/л; где}$$

C - содержание капролактама в воде, мг/л.

a - количество капролактама, определенное в анализируемом объеме проб, мг.

b - объем проб, взятый для анализа, мл.

k - коэффициент поправки равен 0,6

7.8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАПРОЛАКТАМА.

Принцип метода.

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

Чувствительность метода - 0,02 мг/л.

Реактивы.

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

Принцип метода.

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

Чувствительность метода — 0,01 мг/л

Реактивы.

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

К концентрированному водному раствору 1 г-моль формальдегида прибавляют 2,2 г-моль спиртового раствора димедона (5,5 — диметилгидрорезорцин) и полученную смесь нагревают на водяной бане в течение 30-5 минут. Смесь охлаждают и продукт конденсации — формальдимедон, отделяют, промывают водой и перекристаллизуют из диметилформамида, т. пл. 164-166° С.

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

К 100 мл водной вытяжки прибавляют 1 мл спиртового раствора димедона (концентрации 200 мкг/мл), нагревают 10 минут на кипящей водяной бане с обратной холодильником. Охлаждают и экстрагируют хлороформом два раза по 15 мл в течение 3-5 минут. Хлороформенные экстракты объединяют, пропускают через фильтр с безводным сульфатом натрия и упаривают на водяной бане до объема 0,1-0,2 мл. Нанесение проб на хроматографическую пластину проводят так, как рекомендовано на стр. 43 п. 2. Пластину с нанесенными пробами помещают в камеру для хроматографирования, предварительно заполненную хлороформом. После подъема растворителя на высоту 13-18 см пластину вынимают из камеры и сушат на воздухе в вытяжном шкафу до полного исчезновения запаха растворителя.

Для обнаружения препарата пластинку опрыскивают 0,5% раствором иода в хлороформе. Формальдимедон обнаруживается на пластинках в виде желтых пятен на белом фоне с $R_f = 0,48-0,02$. Количественное определение вещества проводят так, как рекомендовано на стр. 43 п. 3.

Расчет содержания формальдегида в воде проводят по формуле:

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

- a — количество формальдегида в анализируемом объеме пробы, мг;
 b — объем пробы, взятый для анализа, мл;
 k — коэффициент поправки — 0,7.

7.10. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭПИХЛОРИДРИНА

Принцип метода.

Метод основан на реакционно-хроматографическом определении эпихлоридрина (ЭХГ). Это достигается путем раскрытия эпоксидажного кольца ЭХГ соляной кислотой в присутствии хлористого натрия, дальнейшим извлечением продукта реакции (1,2 — дихлоридрина глицириза) из водной вытяжки дистилловым эфиром, концентрированием полученных

экстрактов и определением I,3-дихлоргидрина глицерина на газо-жидкостном хроматографе с пламенно-ионизационным детектором.
Чувствительность метода 0,010 мг/л, или 1,10 % ЭПХГ. Минимально детектируемое количество I,3 - дихлоргидрина глицерина (ДХГ) 1-10 мг.

РЕАКТИВЫ.

1. Диэтиловый эфир для наркоза.
2. Гексан очищенный, х.ч.
3. Соляная кислота, ч.
4. Натрий хлоридный, х.ч.
5. Стандартный раствор ЭПХГ в гексане (100мкг/мл, годен 1 месяц)
6. Стандартный раствор ДХГ в эфире (100мкг/мл, годен 1 месяц)
7. Натрий серноокислый безводный, чда.

ОЧИСТКА ГЕКСАНА

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

ПРИБОРЫ И УСЛОВИЯ ХРОМАТОГРАФИРОВАНИЯ ВЕЩЕСТВА

1. Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором
2. Микропипиц ME-10
3. Азот особой чистоты, расход газа-носителя 40 мл/мин.
4. Водород технической, марки А.
5. Воздух сжатый или подаваемый компрессором с устройством для его обезвоживания.

6. Колонка длиной 120 см, внутренним диаметром 0,3 см.
7. Неподвижная фаза-15% карбовакс 20 М
8. Твердый носитель (0,147-0,175мм)
9. Температура колонки - 150°
10. Температура испарителя - 160°

В этих условиях время удерживания I,3 - дихлоргидрина глицерина - 6'04". Чувствительность усилителя 2-10 а

ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

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

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

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

7.11. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОБАЛЬТА И НИКЕЛЯ.

Принцип метода.

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

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

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

Реактивы.

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

7. Стандартный раствор дитиодитиокарбамината никеля в хлороформе концентрации 250 мкг/мл. В делительную воронку помещают 475 мл водопроводной воды и 25 мл водного стандартного раствора никеля, добавляют 2,5 мл 1% водного раствора 1% водного раствора дитиодитиокарбамината натрия, перемешивают и проводят экстракцию хлороформом в течение 5 минут три раза по 30 мл.

8. Стандартные растворы кобальта и никеля в воде концентрации 1000 мкг/мл.

9. Газообразный аммиак (на дно эксикатора заливает водный раствор 25% аммиака).

Ход определения.

Для проведения анализа в делительную воронку помещают 500 мл водной вытяжки, добавляют 1 мл 1% водного раствора дитиодитиокарбамината, перемешивают и проводят экстракцию хлороформом трижды по 20-25 мл в течение 3-5 минут. Полученные объемленные экстракты пропускают через безводный сульфат натрия и упаривают на водяной бане в приборе для отгонки растворителя до объема 0,1-0,2 мл.

Нанесение проб на хроматографическую пластину проводят так, как рекомендована на стр. 3 и 2.

Хроматографирование проводят в системе бензол (или толуол) : хлороформ в соотношении 1:1 по объему. После поднятия подвижной системы на высоту 13-18 см пластину вынимают из камеры, высушивают от растворителей в вытяжном или сушильном шкафу при 100°C и обрабатывают 0,05 раствором дитиона в хлороформе. Зоны локализации кобальта проявляются в виде зеленых пятен на белом фоне даже без обработки пластины раствором дитиона с $R_f = 0,35-0,08$. После обработки пластины дитионом и газообразным аммиаком зоны локализации кобальта проявляются в виде темнозеленых пятен на светлом фоне.

Зоны локализации никеля после обработки пластины дитизоном и та-
зобразными аммиаком проявляются в виде ярко-синих пятен на светлом
фоне, с $A = 0,55 - 0,08$

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

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

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

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

В - объем пробы, взятый для исследования, мл

K - коэффициент поправки для никели - 0,8 и для кобальта - 0,65,
используемые в формуле в том случае, когда определение
веществ проводится без построения градуировочной кривой.

Приложение I

Гигиенические нормативы для контроля миграции вредных
химических веществ из полимерных материалов, применяе-
мых в практике хозяйственно-питьевого водоснабжения I

№	Вещества	Лимитиру- щий при- знак вред- ности	Характер влияния на организм человека	Единица измерения
1.	Азодикарбонамид	с.-т.	0,2	0,5
2.	Алюминий	с.-т.	2,0	0,1
3.	Ацетон	с.-т.	н/к	0,01
4.	Барий (Ba^{2+})	с.-т.	н/к	0,3
5.	Бензол $0A$	орг.	н/к	0,1
6.	Бутилакрилат	орг.	привкус	0,01
7.	Бутилацетат	орг.	привкус	0,3
8.	Бутилстеарат	с.-т.	н/к	0,2
9.	Винилацетат	с.-т.	0,01	0,01
10.	Гексаметилендиамин	с.-т.	0,5	0,2
11.	Гидроперекись изопропил- бензола	с.-т.	0,2	0,01
12.	Гидрохинон	орг.	цветность	0,2
13.	Диалкилтиодивалериат	н/к	н/к	н/к
14.	Диалкил-3,3'-тиодипропионат	н/к	н/к	н/к
15.	Дибутилmaleйнал	с.-т.	н/к	н/к
16.	Дибутилсебацат	орг.	привкус	0,01
17.	Дибутилфталат	орг.	привкус	0,4
18.	Дивинилбензол	орг.	неосбред- зование	н/к
19.	Динафтилметилсульфонат натрия	орг.	н/к	н/к
20.	Диоктилдицианат	н/к	н/к	н/к
21.	Диоктилсебацат	н/к	н/к	н/к

I	2	3	4	5	6
50. Титан (Ti^{4+})	орг.	привкус	4,0		
51. Толуол	орг.	запах			0,5
52. Триэтиламин	орг.	привкус			1,4
53. Фенол	орг.	хлорфенольный запах			0,001 ³
54. μ -фенолсульфокислота	орг.	пенообра- зование	0,1		
55. Формальдегид	с.-т.				0,05
56. Фурфурол	орг.	запах			1,0
57. Хром (Cr^{3+})	с.-т.				0,5
58. Хром (Cr^{6+})	с.-т.				0,05
59. Цинк (Zn^{2+})	с.-т.		5,0		
60. Эпихлоргидрин	с.-т.				0,01
61. Этилендиамин	орг.	запах			0,2

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

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

3. В нехлорированной воде допускается содержание суммы летучих фенолов в концентрации 0,1 мг/л.

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

I	2	3	4	5	6
22. Диоктилфталат	с.-т.		0,1		
23. Дифенилпропан	орг.	хлорфенольный запах			0,01
24. Дипиклопентадиен	орг.	запах	0,002		
25. Диэтилентриамин	орг.	запах ($60^\circ C$)	0,2		
26. Изопрен	орг.	запах	0,005		
27. Изопропиловый спирт	орг.		0,25		
28. Кадмий (Cd^{2+})	с.-т.		0,001		
29. Кальция стеарат	орг.	н/к			
30. Каптакс	орг.	привкус, запах	5,0		
31. Капролактан	с.-т.		0,3		
32. Кобальт (Co^{2+})	с.-т.		0,1		
33. Медь (Cu^{2+})	орг.	мутность	1,0		
34. Меламин	с.-т.				н/к
35. Метанол	с.-т.		3,0		
36. Метилакрилат	орг.	запах	0,02		
37. Метилметакрилат	с.-т.		0,01		
38. β -нафталинсульфонат натрия	орг.	пенообра- зование	0,5		
39. Нафтаеновые кислоты	орг.		0,3		
40. Октилэноксистеарат	орг.	привкус, запах	1,0		
41. ОП-10	орг.	пенообра- зование	0,1		
42. Полиэтиленполиамин	с.-т.		0,005		
43. Свиная (Pb^{2+})	с.-т.		0,03		
44. Стеариновая кислота	с.-т.				н/к
45. Стирол	орг.	привкус, запах	0,1		
46. Сульфенамид БГ	орг.	привкус	0,05		
47. Тетрагидробензальдегид	орг.	привкус, запах	0,25		
48. Тетрагидробензилловый эфир	орг.	привкус, запах	0,25		
49. Тетрагидрофуриловый спирт	орг.	запах	3,0		

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

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

ЛИТЕРАТУРА

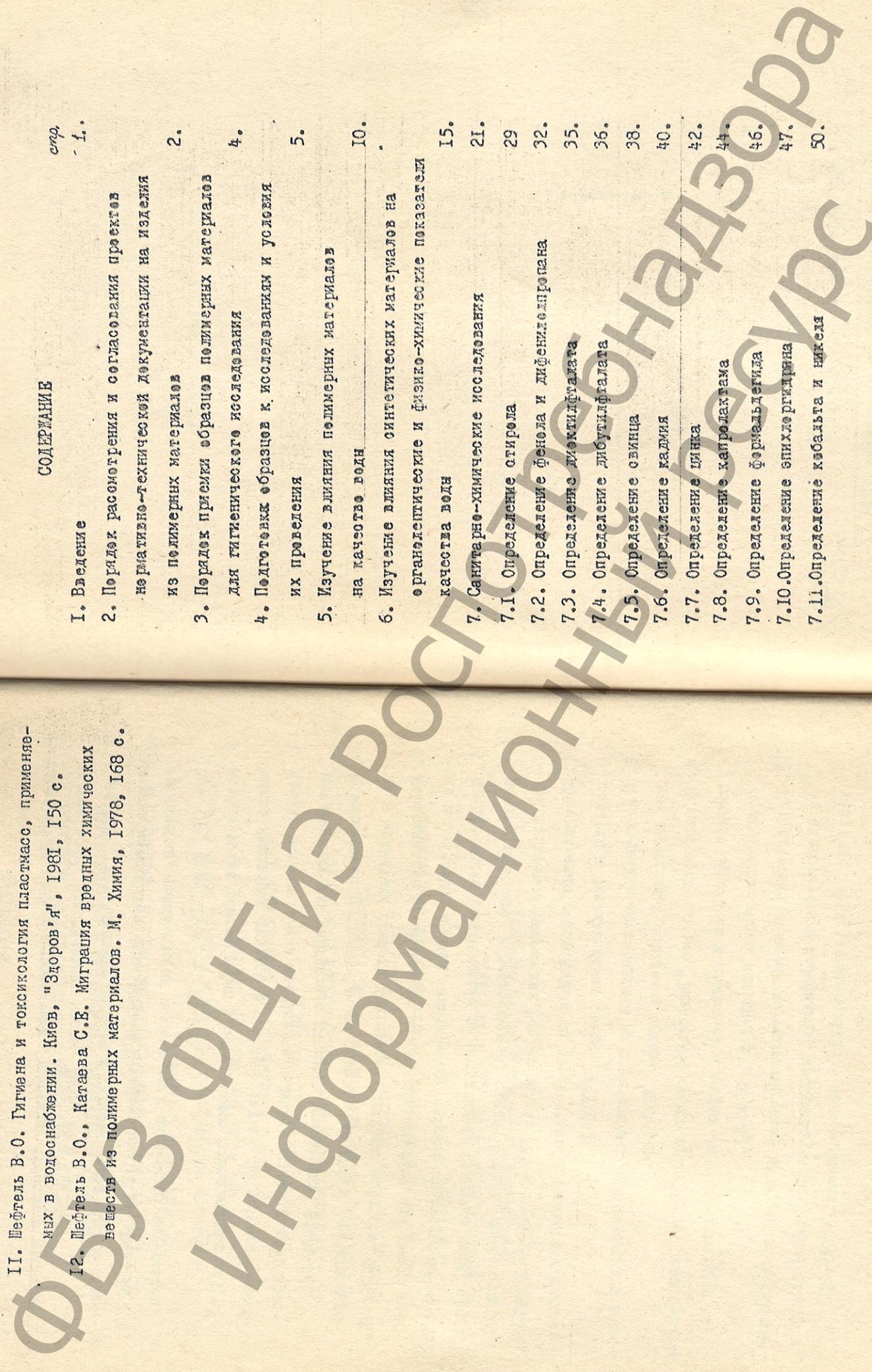
1. Катаева С.Е. Метод определения содержания стирола в водопроводной воде. Пластические масс. 1985, №4 с. 44-45.
2. Краг А.В. Методические подходы к гигиенической оценке полимерных материалов, применяемых в меллиорации. В сб. Гигиена применения, токсикология пестицидов и полимерных материалов. Вып. 14. Киев, 1984, с. 97-100.
3. Методические рекомендации к определению дифенилпропана, а также некоторых фенолов в его присутствии при санитарно-химических исследованиях изделий из полимерных материалов, предназначенных для контакта с пищевыми продуктами. №1436-76.
4. Методические рекомендации по определению дибутилфталата в воде и модельных средах, имитирующих пищевые продукты. №1864-78.
5. Методические рекомендации по определению катионов свинца в воде и модельных средах, имитирующих пищевые продукты. №2441-81.
6. Методические рекомендации по определению кадмия в воде, среде, имитирующей пот, и биологических средах (кровь, моча, органы) при санитарно-химических исследованиях ПВХ-материалов. №1510-76.
7. Методические рекомендации по определению капролактама в воде, воздухе и биологических средах. №1328-75.
8. Методические рекомендации по определению формальдегида в водных вытяжках и модельных средах. №1849-78.
9. Методическое письмо "Раздельное определение эфиров дикарбоновых кислот (фталатов и адипатов) в водных вытяжках и воздухе из поливинилхлоридных материалов". №956-72.
10. Методические указания по гигиеническому контролю за изделиями из синтетических материалов, предлагаемых для использования в практике хозяйственно-питьевого водоснабжения. №2349-81.

- 11. Шейтель В.О. Гигиена и токсикология пластмасс, применяемых в водоснабжении. Киев, "Здоров'я", 1981, 150 с.
- 12. Шейтель В.О., Катаева С.Б. Миграция вредных химических веществ из полимерных материалов. М. Химия, 1978, 168 с.

СОДЕРЖАНИЕ

стр.

- 1. Введение 1.
- 2. Порядок рассмотрения и согласования проектов нормативно-технической документации на изделия из полимерных материалов 2.
- 3. Порядок приемы образцов полимерных материалов для гигиенического исследования 4.
- 4. Подготовка образцов к исследованию и условия их проведения 5.
- 5. Изучение влияния полимерных материалов на качество воды 10.
- 6. Изучение влияния синтетических материалов на органолептические и физико-химические показатели качества воды 15.
- 7. Санитарно-химические исследования 21.
- 7.1. Определение остирола 29
- 7.2. Определение фенола и дифенилпропана 32.
- 7.3. Определение диэтилфталата 35.
- 7.4. Определение дибутилфталата 36.
- 7.5. Определение свинца 38.
- 7.6. Определение кадмия 40.
- 7.7. Определение цинка 42.
- 7.8. Определение хлороацетама 44.
- 7.9. Определение формальдегида 46.
- 7.10. Определение эпихлоргидрина 47.
- 7.11. Определение кабальта и никеля 50.



ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора
Информационный ресурс

Подл. в печ. 05.03.87г. Зак. 839

Тир. 5000

Типография Министерства здравоохранения СССР