

МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ

ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ГЕКСАМЕТИЛЕНДИАМИНА В ВОДЕ ПРИ
САНИТАРНО-ХИМИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЯХ ПОЛИМЕРНЫХ
МАТЕРИАЛОВ, ПРИМЕНЯЕМЫХ В ПИЩЕВОЙ И ТЕКСТИ-
ЛЬНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ. I

ОБЩАЯ ЧАСТЬ

В настоящее время широкое применение нашли полиамид-
ные пластмассы, которые получают конденсацией гексаметил-
ендиамина и адипиновой кислоты. Многие из них используются
для изготовления изделий, предназначенных для применения в
быту. При этом не исключено, что в окружающую среду будут
мигрировать исходные вещества, применяемых при производстве
полиамидов, в том числе и гексаметилендиамина.

Гексаметилендиамин является высокотоксичным веществом,
содержание его в водных вытяжках не должно превышать
0,01 мг/л. Поэтому для его определения при санитарно-хими-
ческих исследований полимеров необходимо применение вы-
сококвалифицированных и специфичных методов.

I.

Утверждено Заместителем Главного Государственного
санитарного врача СССР А.И. Заиченко.

23 сентября 1976 г. № 1503 - 76

Предлагаемый метод определения гексаметилендиамина с
помощью хроматографии в тонком слое сорбента является до-
статочно специфичным и позволяет определять гексаметиленди-
амин в количестве 0,01 мг/л, т.е. на уровне допустимых ко-
личеств миграции.

I,6 - гексаметилендиамин, мол. вес 116,20

представляет собой бесцветные блестящие кристаллы в виде
крупных пластинок или игол, т.пл. 42°C, т. кип. 204-205°C
(100°/20 мм рт. ст.). Легко растворим в воде, спирте, хлорофор-
ме, эфире, бензоле и других органических растворителях. Пере-
гоняется с водным паром.

Принцип метода

Метод основан на улавливании подкисленных водяных вы-
тяжек до объема 0,1 - 0,3 мл с последующим хроматографирова-
нием в тонком слое сорбента. В качестве системы подвиж-
ных растворителей используется смесь метанол - ацетон - 25%
-й аммиак 5:1:1. Реагентом для обнаружения служит нингидрин.

Метод позволяет обнаружить 0,01 - 0,02 мг гексамети-
лендиамина в литре водной вытяжки.

Процент определения составляет 85 - 90 %.

Реагенты и растворы

1. Серная кислота, ГОСТ 4204-66, 0,1н раствор,
2. Метиловый спирт, чда.
3. Ацетон, ГОСТ 2603-63.
4. Аммиак водный, 25%-й раствор, ГОСТ 3760-64.
5. Уксусная кислота ледяная, ГОСТ 61-69.

и сушат в вертикальном положении.

В ступке смешивают 6,9 г силикагеля и 1 г гипса, предварительно просеянных через сито 100 меш. Полученную смесь растирают с 12 мл дистиллированной воды до образования сметанообразной массы, затем добавляют еще 6 мл воды, перемешивают и наносят равномерным слоем на 3 - 4 пластинки.

Ход определения

К 100 мл водной вытяжки добавляют 0,1 мл 0,1 н раствора серной кислоты, перемешивают и воду отгоняют в вакууме водоструйного насоса до объема 0,1 - 0,3 мл. Остаток после упаривания наносят на пластинку силикагель - гипс, на расстоянии 1,5 - 2 см от нижнего края, пипеткой для нанесения проб. Слева и справа от проб наносят на ту же пластинку и для каждой пробы в отдельности наносят раствор свидетели - стандартный раствор гексаметилендиамина в хлороформе, концентрации 100 мкг/мл, в количестве 0,01; 0,05; 0,1 и 0,2 мл, что соответствует 1, 5, 10 и 20 мкг. При содержании гексаметилендиамина в пробе в количестве, превышающем 20 мкг, пробы нужно соответственно разбавлять.

Пластинку с нанесенными растворами помещают в камеру для хроматографирования, в которую налита смесь подвижных растворителей метанол-ацетон-25 %-й аммиак 5:1:1. Камера используется без предварительного насыщения. После подъема растворителя на высоту 10 см пластинку вынимают из камеры, отмечают линию фронта и сушат на воздухе до полного исчезновения запаха аммиака. Затем пластинку опрыскивают раствором нитритрида и нагревают в течение 10 - 15 минут в су-

6. Бутиловый спирт нормальный, ГОСТ 3769-64.

7. Реагент для обнаруживания: Раствор 9,3 г нитритрида в 3 мл ледяной уксусной кислоты и 100 мл н-бутанола

8. Силикагель марки КСК, ГОСТ 3956-64, очищенный от примесей способом, рекомендованным М.А. Клисенко, и М.В. Писменной

9. Гипс мелкий, Ст. ГОУП 27-1888

10. Стандартный раствор гексаметилендиамина в хлороформе концентрации 100 мкг/мл.

Приборы и посуда

1. Прибор для отгонки воды в вакууме (эвандерманово колесо, емкость 150-200 мл, ГОСТ 10394-63; насосная Вярпа, ГОСТ 9426-60; кондензатор Лисиха, ГОСТ 9499-60; аналитический вакуумный, ГОСТ 9425-60; приемник - эвандерманово колесо, емкость 100 мл, капилляр - все на шпильках.

2. Насос водоструйный, ГОСТ 10636-63

3. Градуированные пипетки с ценой деления 0,01 мл, емкостью 1 мл, для нанесения проб, ГОСТ 1770-61.

4. Камера для хроматографирования (примыкающий сосуд 150 мм, ГОСТ 1065-63, с притертой крышкой).

5. Камера для опрыскивания пластинок (стеклянный колпак 250 мм, СТУ 30-6192-62).

6. Пульверизатор стеклянный.

7. Бани водяная

8. Термометр технический на 100°C.

9. Шкаф сушильный

Приготовление пластинок с тонким слоем сорбента

Стеклянные пластинки размером 9 x 12 см тщательно промывают водой, содой, хромовой смесью, дистиллированной водой

шильном шкафу при температуре 100 - 110°C.

Гексаметилендиамин при этом дает пятна розово-лилового цвета на белом или бело-розовом фоне.

Идентификацию и количественное определение гексаметилендиамина в пробе производят путем визуального сравнения размера и интенсивности окраски пятен пробы и стандартного раствора гексаметилендиамина и при сравнении значений R_F .

Расчет содержания гексаметилендиамина в пробе производится по формуле:

$$A = \frac{a}{V} \cdot 100$$

где A - исковое количество гексаметилендиамина в мг/л;

a - найденное количество гексаметилендиамина в анализируемом объеме пробы, в мг;

V - объем анализируемой пробы в литрах.