

1328-46

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

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора
Информационный ресурс

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

емого объекта органическим растворителям, концентрировании экстракта, хроматографировании в тонком слое окиси алюминия и проявлении препарата по реакции N - талогениро - ранин.

Чувствительность метода - 1 - 2 мкг на пластинке.

Реактивы и растворы

1. Окись алюминия для хроматографии II степени активности
2. Типе маркинский
3. Кальций хлористый, 1 % водный раствор
4. Крахмал растворимый, 2 % водный раствор
5. Этиловый спирт
6. Кальций марганцево - кислый
7. Кислота соляная, концентрированная
8. Ацетон
9. Четыреххлористый углерод
10. Диэтиловый эфир
11. Стенциартный раствор капролактама: в мерную колбу на 50 мл внести 10,0 мг капролактама и доводят этанолом до метки. Концентрация раствора составляет 200 мкг/мл.
12. Раствор для проявления - кол - крахмальный реактив. Перед употреблением смешивают 20 мл 1 % водного раствора коллоидного крахмала, 40 мл 2 % водного раствора крахмала и 20 мл этанола. Раствор пригоден к употреблению до выпадения осадка (2 - 3 суток)
13. Камера с хлором - на дно эксикалятора помещают 5 - 6 г марганцевокислого калия, 10-15 мл концентрированной со-

ляной кислоты и закрывают сосуд хорошо при этой крышечкой, через 2 - 3 минуты камера с хлором готова к работе.

Посуда и приборы

1. Стеклоянная камера для хроматографирования с притертой крышечкой
2. Пульверизаторы стеклянные
3. Эксикатор
4. Микрошпатель на 0,2 мл
5. Стеклянные пластины 9 x 12 см или того же размера в работе
6. Колбы мерные на 50 мл.
7. Колбы конические на 250 мл
8. Сушильный шкаф на 150°
9. Аппарат для встряхивания
10. Фарфоровые чашки
11. Подогреватель Зайцева.

Подготовка пластины для хроматографии

Для получения сорбционной смеси смешивают 50 г окиси алюминия, 5 г гипса, 75 мл дистиллированной воды и 2 мл ортофосфорной кислоты. Полученную смесь встряхивают на аппарате Штудера в течение 20 - 30 минут. Однородную смесь выливают в чашку и равномерно слоем наносят на чашку обезжиренные пластинки. Пластины сушат на воздухе в течение суток и в дальнейшем хранят в эксикаторе.

Подвижная фаза — смесь равных объемов ацетона и четыреххлористого углерода.

Определение капиллярности в воздухе

Воздух отбирают в помпозетель Зайцева, зафиксированной (3 мл) переносимой этилалкоголем со скоростью 12 л/час. Для анализа отбирают 60 л воздуха. Во время отбора пробы помпозетель помещают в склянку со льдом и в случае необходимости подливают спирт до метки — 3 мл. После отбора пробы этилалкоголем до объема 0,3—0,5 мл и переносят в одну точку на хроматографическую пластинку. Слева и справа от пробы наносят пятна стандартного вещества в количествах 5 и 10 мкг. Пластинку помещают в хроматографическую камеру с подвижной фазой. После подсушки пластины на высоте 10 см пластинку вынимают из камеры сушат в сушильном шкафу при температуре 150°C в течение 5—10 минут, а затем охлажденную пластинку помещают в камеру с хлором на 5—7 минут. После улетучивания хлора под вытяжной пластиной производят ион-красильным реактивом. Появление темных — синих пятен на белом фоне с $R_f = 0,66$ свидетельствует о наличии капиллярности. Количественную оценку производят путем измерения площадей пятен и сравнения с графиками зависимости площади пятна от концентрации капиллярности, построенным для данной серии пластинок по стандартному раствору препарата.

Определение капиллярности в воде

Для анализа отбирают 100 мл водной вытяжки и экстракт

рулет трижды по 20 мл дистиллированным эфиром. Объемы этилалкоголем и экстракт пропускают через безводный сульфат натрия и улетучивают в концентрированной водной бане до объема 0,2—0,5 мл. Угнетенный экстракт переносят на хроматографическую пластинку. Дальнейшее определение производят так же, как и для определения капиллярности в воздухе.

Определение капиллярности в биологических средах.

В дегазированную воронку помещают 10 мл крошечной или предельно измельченную навеску органа (I—II) прибавляют 10 мл дистиллированного эфира и интенсивно взбалтывают в течение 1—2 минут. Экстрактцию проводят трижды. Объемные экстракты сушат безводным сульфатом натрия и парализуют в концентрированной водной бане до объема 0,2—0,5 мл. Угнетенный экстракт переносят на хроматографическую пластинку и дальнейшее определение производят так же, как при определении капиллярности в воздухе.

Ошибка определения составляет $\pm 10\%$, воспроизводимость метода 80—90%.