

1870-78

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 НЕКВАНТИМЕТРИЧЕСКОМУ ОПРЕДЕЛЕНИЮ МАЛЫХ
КОЛИЧЕСТВ ВИННАЛЕГАТА В РОДЬ, ВОДНО-СПИР-
ТОВЫХ РАСТВОРАХ И ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ.

ОПИСАНИЕ ЧАСТИ

Винналегат ($CH_2 = CHOC_2H_5$) представляет собой бесцвет-
ную, летучую, легкоиспаряющуюся жидкость с эфирным за-
пахом. Плотность при 20°C - 0,932. Температура кипения -
73,4°C. Растворим в эфире и спиртах; растворимость в воде
составляет 2%.

ИДК винналегата в воде пополам хлористо-водно-нитратно-
вого водородзонанга составляет 0,2 мг/л. ДУ мипрации в
воду и ДДТ в модельные среды и пищевые продукты не име-
ются.

В литературе практически отсутствуют сведения о мето-
дах определения винналегата в воде и других средах. Нами
разработан высокочувствительный метод, позволяющий определять
винналегат в различных по составу модельных средах и пи-

- 1. Утверждено заместителем Главного Государственного
санитарного врача СССР А.И. Загченко.
30 июня 1978 г. № 1370 - 78

щевых продуктах (вода, 40 и 96 % этанол, молоко, йогурт, соевое
и сливочное масло, мясо, рыба).

Метод включен в ГОСТ 22248-77 "Пластмасса
Метод определения, просея в исполнении и не
ной аппаратуры. Выл применен при санитарно-химическом ис-
следованиях солондированного этилена с винналегатом. Метод
составля, основанный на дисперсионном анализе водного
раствора и аналитической химии в др.

Принцип метода.

Метод основан на реакции меркурирования с омером с
образованном катионных соединений и дальнейшее колориметри-
ческое определение азотистых соединений с помощью
карбазидом. Количество уксусно-нитратной смеси с дисперсион-
ном образен в флюидный цвет.



Для изолирования винналегата на водных средах
используются модифицированные оксиды алюминия для анализа
сего с этиловым спиртом.

Чувствительность метода 0,05 мг/л мг/кг. Относительная
погрешность определения не превышает 20%.

Реактивы и растворы

1. Винилцетат, мономер по ИРТУ 6-09-5542-68, свежепере-
тнанный.
2. Основной стандартный раствор винилцетата в этиловом
спирте. Для его приготовления мерную колбу емкостью
25 мл с небольшим количеством перегнанного этанола
взвешивают на аналитических весах с точностью 0,0002 г. За-
тем пипеткой вносят 5 - 6 капель свежеперегнанного винила -
цетата и взвешивают раствор. Находят разницу между вторым и
первым весом мерной колбы и поделив ее на 25, находят
концентрацию винилцетата в растворе. Раствор токен в тече-
ние одной недели.
3. Рабочие стандартные растворы винилцетата концентра-
цией 0,1 и 0,01 мг/мл, свежеприготовленные. Готовят разбавле-
нием основного раствора этиловым спиртом.
4. Спирт этиловый, ректификат по ТУ 59-47-72, перегнанный
5. Ртуть окись желтая по ГОСТ 5230-74.
6. Ледяная уксусная кислота по ГОСТ 61-75.
7. Ацетат ртути, 0,1 % раствор в спирте:
0,15 г Hg_2O растворяют в фарфоровой чашке в 10 мл ледяной
уксусной кислоты при слабом нагревании на водяной бане.
Затем количественно переносят раствор в мерную колбу на
100 мл и доливают спиртом до метки. Реактив токен в тече-
ние месяца.
8. Ацетат ртути, 0,01 % раствор в спирте, свежеприготов-
ленный. Готовят разведением 0,1 % раствора.
9. Дифенилкарбазид по ГОСТ 5859-70, 0,1 % раствор свеже-
приготовленный.

Приборы и посуда

1. Перегонная установка на шпильках
2. Цилиндры мерные по ГОСТ 1770-74 емкостью 100 мл.
3. Колориметрические пробирки с прилифованными пробками
4. Пипетки по ГОСТ 20292-74, вместительностью 10, 5, 2 и
1 мл
5. Колон мерные по ГОСТ 1770-74 вместительность 25 и 100 мл

Пробирки

1. Фотоэлектрocolориметр.

Уол определении

100 мл вытески или 100 г пищевого продукта помещают в
круглодонную колбу вместительностью 500 мл, приливают 5 мл спир-
та х) и, закрыв колбу пробкой, тщательно перемешивают содержимое
опускают в колбу капилляр (только в случае пищевого продукта),
соединяют ее с прямым холодильником с помощью стекляной на-
садки бюрда и оптомют 10 мл дистиллиата над закрытым электром
нагревательным прибором х). Одновременно на другой колонке
продолят контрольный опыт.

х) Ацетат спиртовых вытесек производят без добавления
этанола.

кх) Промывание водяной бани осуществляется, так как вследствие
попадания водяных паров в пипетку с дистиллятом может
помешать определению винилцетата.

Взвешивают у проб, отогнанных из модельных сред, отбирают в колориметрические пробирки по 3 мл дистиллиата (в случае пищевых продуктов отбирают по 5 мл дистиллиата), добавляют в случае модельных сред 0,5 мл 0,01 % раствора ацетата ртути (в случае пищевых продуктов - 1,0 мл), перемешивают и оставляют на 1 час для меркурирования. При этом раствор ацетата ртути вносят в каждую последующую пробу через 3 минуты после предыдущей. По истечении одного часа в каждую пробирку вносят в случае модельных сред 0,1 мл раствора дифенилкарбазидна (в случае пищевых продуктов 0,3 мл), перемешивают и через 5 мин измеряют оптическую плотность окрашенного в фиолетовый цвет раствора по отношению к чистой эталонной спирту на фотоколориметре в кварцевых кюветках с рабочей длиной 5 мм и зеленым светофильтром ($\lambda = 536\text{nm}$). Во вторую, третью и т.д. пробирки раствор дифенилкарбазидна вносят ровно через 3 мин после предыдущей и также через 5 мин фотометрируют окрашенные растворы.

Вычисляв разницу между оптическими плотностями контрольной и проб (ΔD), концентратом винилпегата в пробе (C , мг/л) находят по градуировочному графику $\Delta D = f(C)$

Построение градуировочного графика

Градуировочный график строят отдельно для каждой среды и пищевого продукта. Для этого в круглодонную колбу на 500мл, содержат 100 мл (100 г.) воды (40 или 96 % спирта, молока, подсолнечного или сливочного масла, мяса, рыбы) вносят соответствующий объем стандартных растворов винилпегата в спирте (концентрации 0,01 или 0,1 мг/мл) таким обра-

зом, чтобы содержание мономера в последующих пробах составляло : 0; 0,005; 0,01; 0,02 мг, что соответствует 0; 0,05; 0,1; 0,3 мг/л (мг/кг). Закрывают колбу пробой, перемешивают содержимое и, добавив капилляр, соединяют колбу с помощью насадки Борда с прямым холодильником. В дальнейшем анализ продолжают так же, как при определении винилпегата в выжимках и пищевых продуктах (см. выше). Для каждого пищевого продукта и модельной среды строят градуировочный график зависимости. $\Delta D = f(C)$.

