

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор
НПО "Экран"

Б.И. Леонов
22.10.90г.

"УТВЕРЖДАЮ"

Зам. начальника Главного
технического управления
МЗ СССР

О.Б. Архангельский
18.10.90г.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по санитарно-химическому иссле-
дованию детских латексных сосок
и баллончиков сосок-пустышек



Москва - 1990

КОНТРОЛЬНЫЙ
ЭКЗЕМПЛЯР
ФГУЗ
ФЦГиЭ РОСПОТРЕБНАДЗОРА

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора
Информационный ресурс

568

Методические указания подготовлены Научно-исследовательским институтом резиновых и латексных изделий Минхимнефтехима, под редакцией зам. директора по научной работе Д. Т. Н. Д. П. Трофимович сотрудниками химико-аналитической лаборатории (зав.лаб. Д.Х.Н. Ю.Г. Чикишев, Н.С. Е.А. Кузнецова, к.с. Б.Е. Гадес), технологической лаборатории (к.т.н. Б.А. Майзелис, к.т.н. И.А. Элькиной), токсикологической лаборатории (зав.лаб. Д.М.Н. Н.И. Шумская), а так же сотрудниками Института гигиены и промышленной заболеваний среди детей и подростков ВНИЦДМ Минздрава СССР (зав.лаб., д.м.н. Каисина О.В.)

Методические указания предназначены для осуществления предварительной химической оценки вновь выпускаемых латексных сосок с целью получения разрешения Минздрава СССР и для контроля выпускаемых латексных сосок на заводах отрасли.

ФБУЗ ФЦГИЭ РОСПОТРЕБНАДЗОР Информационный ресурс

В В Е Д Е Н И Е

2

С О Д Е Р Ж А Н И Е

Стр.

В 1974 году впервые были разработаны "Методические указания по санитарно-химическому исследованию детских резиновых и латексных сосок и пустышек", утвержденные МЗ СССР 11.11.1974г.

За период 1974-1990г.г. получены новые данные по обоснованию методических подходов при изучении санитарно-химических и токсикологических испытаний сосок. Химические методы определения отдельных ингредиентов в вытяжке аттестованы метрологической службой. При разработке рецептуры на основе латексов наряду с исходными продуктами необходимо определять в вытяжках продукты их превращения - (нитрозоединения, амины и др.).

В разработанных "Методических указаниях" уточнены некоторые условия проведения санитарно-химических испытаний и характеристика органолептических свойств изделий. Регламентированы нормы миграции отдельных соединений в вытяжках из сосок.

Новый вариант "Методических указаний" позволяет приблизить санитарно-химическую оценку детских молочных сосок и баллончиков сосок-пустышек к реальным условиям эксплуатации.

ФБУЗ
«ОИХИ»

1. Гигиенические требования
 2. Текущий государственныйサンтарный стандарт (ГОСТ)
 3. Порядок прохождения исследования
 4.1. Подготовка образца к испытанию
 4.2. Условия санитарно-химического испытания
 4. Методы санитарно-химических испытаний
 4.1. Органолептические исследования латексных сосок и вспомогательных из них
 4.1.1. Выбор дегустаторов
 4.1.2. Органолептические исследования молочных сосков
 4.1.3. Сосок
 4.1.3. Органолептические исследования баллончиков из сосок
 4.1.4. Чистка соска
 4.1.5. Определение антиоксиданта ацетона
 4.1.6. Изменение величины pH вытяжки
 4.1.7. Определение перманганатной окисляемости водной вытяжки
 4.1.8. Изменение величины pH вытяжки
 4.1.9. Определение цинка с редком
 4.1.10. Определение цинка методом ТСХ
 4.1.11. Определение свинца
 4.1.12. Определение мышьяка методами гуттата
 4.2. Разорхолографическое определение N-нитрозоаминов в латексных сосках и баллончиках сосок-пустышек
 4.3. Форма бланка проведенного химического анализа: 1. Допустимые количества магрицина (ДМ) химических веществ из сосок или пустышек
 2. Форма бланка проведенного химического анализа
 3. Образец дегустационной карты

РОСПОТРЕБНАДЗОР

ФБУНЦИОННЫЙ РЕГУЛЯТОР

1. ГИГИЕНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Детские молочные соски и саллончики с сосок-пустышек должны обладать высокой химической стабильностью и биологической инертностью.

1.2. Рецепт латексной смеси для изготовления детских сосок молочных и саллончиков сосок-пустышек может быть использован после получения токсикологического заключения НИИМТ НИО "Экран" Минздрава СССР.

1.3. При изменении состава латексной смеси требуется заново получение токсикологического заключения НИИМТ НИО "Экран" Минздрава СССР.

1.4. Образцы молочных сосок или баллончиков сосок-пустышек должны иметь однородную гладкую, сухую, неплискую внутреннюю и внешнюю поверхность.

1.5. При одорометрической оценке интенсивности запаха сосок выше двух баллов (таблица 4.1), изделия отбракуются без проведения дальнейших испытаний.

1.6. Образцы изделий не должны вызывать изменения органолептических свойств, соприкасающихся с ними пищевых продуктов или модельных сред. При оценке запаха и привкуса среды выше одного балла (таблица 4.2), изделия отбракуются без проведения дальнейших испытаний.

1.7. Соски или пустышки не должны выделять в контактирующие жидкие среды (модельные среды) химические вещества в количествах, превышающих допустимые уровни миграции (Дк). Список Дк прилагается (приложение 1).

2. ГОСУДАРСТВЕННЫЙ САНИТАРНЫЙ НАДЗОР

2.1. Текущий Государственный санитарный надзор осуществляется с целью контроля за соблюдением предприятиями установленных юридических и технологических режимов при производстве детских сосок.

2.2. При осуществлении текущего санитарного надзора контролируется наличие нормативно-технической документации на сырье и

4

изделия - ГОСТ, ТУ, ОСТ, технологический регламент, рецептурная карта с разрешенной рецептурой на изделие.

2.3. Каждая партия, выпускаемая заводом, должна иметь сопроводительный документ (завод-изготовитель, дату выпуска; номер партии и соответствие упаковки нормативно-технический документ, ГОСТ, ТУ и др.).

2.4. В каждую упаковку должна быть вложена инструкция, по применению в которой дается до сведения потребителя предварительная обработка изделия перед употреблением.

2.5. НИМТ (по договоренности с предприятием-изготовителем) не реже одного раза в полугодие проводить испытания образцов изделий, отобранных на производстве на соответствие их требованиям по санитарно-химическим показателям и содержанию нитрозаминов, изложенным в "Методических указаниях". Результаты испытаний направляются во ВНИИМТ НИО "Экран" в СССР и доводятся до сведения руководителя предприятия не позднее 15 дней с момента проведения испытаний.

2.6. Для исследований отбирают образцы сосок в количестве 0,02% от партии, но не менее 25 шт. Образцы, взятые для испытаний, предварительно не возвращаются.

2.7. К образцам сосок должны быть приложены следующие сведения, выданые службой главного инженера предприятия:

- подробная рецептура в массовых соотношениях ингредиентов с упаковкой для них ГОСТ, ОСТ, ТУ и др.
- способ изготовления, технологические размеры
- дату изготовления
- номер партии

2.8. Санитарно-химические исследования сосок и пустышек проводятся предприятиями-изготовителями ежедневно, но не реже одного раза в месяц. Результаты фиксируются в виде протокола (приложение 2).

3. ПОРЯДОК ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

3.1. Подготовка образца к исследованию

3.1.1. Образцы перед исследованием промывают проточной водой (один раз) в течение 10 минут. Ополаскивают дистиллированной водой.

3.1.2. После пропарки соски кипятят в дистилированной воде в течение 15 минут с момента закипания. Соски должны быть залиты водой полностью, следить за тем, чтобы они не всыпывали на поверхность.

3.1.3. После кипячения образцы извлекают и ополаскивают дистилированной водой.

3.2. Условия санитарно-химических исследований

3.2.1. Модельная среда

3.2.1.1. Оказательной модельной средой при проведении органолептических и санитарно-химических исследований является дистиллированная вода.

3.2.1.2. В дополнение к дистиллированной воде при определении миграции из сосок отдельных химических соединений, в качестве модельных сред используют раствор хлористого натрия 0,85%:

- слабо подщелоченного — на 100 см³ раствора добавляют 4 капли 0,1% раствора едкого натрия;
- слабо подкисленный — на 100 см³ раствора добавляют 1 каплю молочной кислоты (рН = 3,6 ± 4,0).

3.2.2. Температура дистилированной воды и других модельных сред при заливе сосок и в течение всего периода настаивания должна быть равной 35 °С (в термостате).

3.2.3. Бытажка из сосок и пустышек готовят в течение 24 час. при соотношении плоскости изделия (см²) к объему модельной среды (см³) 1:1. Общий объем приготовленной бытажки должен быть не менее 300 см³.

3.2.3.1. Исследуемые образцы, предварительно обработанные (см. п. 3.1) помещают в стеклянный сосуд с притертой пробкой или плотно загибающейся стеклянной пластинкой и заливают модельной средой соответствующей температуры. Поверхность изделия со всех сторон должна соприкасаться с жидкостью.

3.2.4. В течение всего времени настаивания бытажку следует периодически перемешивать.

3.2.5. Параллельно с бытажкой из образцов в аналогичных условиях готовят контрольную пробу (модельная среда без сосок).

4. МЕТОД САНИТАРНО-ХИМИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ

4.1. Органолептические исследования латексных сосок и вытяжек из них.

4.1.1. Выбор дегустаторов

Для проведения органолептических испытаний привлекают лица, которые могут четко различать запах, вкус и привкус образцов. Дегустаторов должно быть не менее 5 человек. Каждый дегустатор записывает результат оценки в индивидуальную карту и подписывает ее (приложение 3).

Отбор дегустаторов проводится на основании их способности определять вкус следующих растворов в концентрации г на 100 см³:

- сладкий — сахароза 0,8
- соленый — хлористый калий 0,25
- кислый — лимонная кислота 0,03
- горький — кодеин или хинин (хлоргидрат) 0,018
- пресный — вода 0,002

и запах:

- уксусная кислота 0,09
- хлороформ 0,05
- волнистый раствор этилцепата 0,007

Для дегустации притертых лиц, четко различающие указанные этапы.

- характер привкуса характеризуется словами, горьковатый; щипящий, нейтродицким, посторонний неопределенный.

4.1.2. Органолептические исследования образцов сосок

При органолептическом исследовании образцов отмечают: характер поверхности (сухая, липкая, гладкая, налиče трещин и т.д.);

характер запаха (например: запах ароматический, (ценопытный и т.д.).

Целью органолептических исследований является обнаружение постороннего запаха, создаваемого химическими веществами, выделяющимися из исследуемого материала.

Оценка интенсивности запаха проводится по 5-ти бальной шкале.

Таблица 4.1

Критерий оценки запаха образцов		Характеристика запаха	оценка запаха (в запахах)
0	не отмечается ни одним из дегустаторов		
1	одва заметный. Обнаруживается наиболее чувствительными лицами		
2	слабый, характерный для пленок из натурального латекса, не превышающий особого внимания, но обнаруживается, если укажете на него		
3	отчетливый, легко обнаруживаемый дегустатором		
4	оформляющий на себя внимание и вызывающий отрицательный отзыв		
5	настолько сильно, что вызывает напряженное ощущение		

Были готовят по п. 3.2 на дистиллированной воде.

При органолептическом исследовании бычки отличают:

- характер привкуса характеризуется словами, сладкий, ясновраженный, сильный;
- интенсивность привкуса выражают словами, сладкая опалесценция, сладкая муть, заметная опалесценция, сильная опалесценция, сладкая муть;
- эсдалок характеризуют по его величине: незначительный, большой;
- кроме того, отмечают его свойства: кристаллический, зморганный и т.п. отмечают цвет осадка: белый, серый, сурик, и т.п..

4.1.3.1. Запах и его интенсивность определяют сразу же после окончания экспозиции во всех вытяжках из исследуемого образца путем закрытой дегустации.

4.1.3.2. Привкус вытяжки из исследуемого образца определяют при комнатной температуре и при температуре около 40°C по сравнению с контролем методом закрытой дегустации, аналогичным при определении запаха.

4.1.3.3. Для исследования запаха и привкуса в тарик в четыре колбы с притертыми пробками вместимостью до 100 см³ вносят: в три колбы по 50 см³ исследуемой пробе. Преваритетные к каждой легусаторы предлагают открыто знакомиться с запахом контрольного раствора. Для этого одну из 3-х колбочек с контролем раствором приятельно взбалтывают, открывают пробку и предлагают легусатору в нос воздух из колбы у самого горлышка. После этого проводят закрытую дегустацию растворов в оставшихся трех колбочках, чтобы выявить наличие запаха исследуемой пробы.

4.1.3.4. Для определения привкуса набирают в рот 5-10 см³ зайдено известной контрольной пробы, держат во рту несколько секунд, а затем сплевывают. Точно также поступают с остальными растворами.

4.1.3.5. в соответствии с табл. 4.2 оценивают интенсивность запаха и привкуса вытяжек из сосок или пустышек. 1.3 всех полученных результатов определены интенсивности запаха и привкуса выглядят среднее арифметическое значение, выраженное целым числом и его десятичными долями. Образец считается удовлетворительным, если интенсивность запаха образца (табл. 4.1) не превышает двух баллов, а интенсивность запаха и привкуса вытяжек (табл. 4.2) — не более одного балла.

4.2.2

Критерии: оценки органолептических свойств вытяжек из сосок и пустышек

Интенсивность: Степень органолептических изменений: Бытовые органиолептических измерений: (в запахах): (запах, привкус)

0 Запах и привкус отсутствует

1 Слабый запах специфичный для лягушки. Различия между лягушками различны между опытными засадительными

2 Заметный запах или привкус

3 Сильный запах или привкус

5. МАЛЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СОСКОВ

3.2.4.

проводят согласно п.п... 3.2.4.

4.1.3.5. в соответствии с табл. 4.2 оценивают интенсивность запаха и привкуса вытяжек из сосок или пустышек. 1.3 всех полученных результатов определены интенсивности запаха и привкуса выглядят среднее арифметическое значение, выраженное целым числом и его десятичными долями. Образец считается удовлетворительным, если интенсивность запаха образца (табл. 4.1) не превышает двух баллов, а интенсивность запаха и привкуса вытяжек (табл. 4.2) — не более одного балла.

Приборы и посуда

1. Потенциометр pH-340 и др. марка со стеклянными электродами, с погрешностью измерения не более 0,1 рН.
2. Сушильный шкаф лабораторный по ГОСТ 7365-65.
3. Весы аналитические типа ВЛА-200 по ГОСТ 24104-80Е и др.
4. Гарелки газовые, лабораторные или электронные
5. Стаканы стеклянные по ГОСТ 10394-72, вместимостью 100-350 см³
6. Холодильник Либиха по ГОСТ 25356-82Е
7. Бюretteki по ГОСТ 20292-74, вместимостью 25 см³ с притертым краном
8. Кюветы измерительные по ГОСТ 1770-74, вместимостью 25-1000 см³
9. Стекло часовье
10. Шинельные мерные по ГОСТ 1770-74 вместимостью 5-100 см³

Различия не обнаружено
ни одних летучих горючих
различных обоняний
50% летучих горючих

5.1.1. Определение перманентной окисляемости водной вытяжки

1. Колпачок марганцевоедкий по ГОСТ 4527-71, 0,1Н раствор;
0,01Н раствор — реагент "а" (готвят в день проведения анализа из 0,1Н раствора).

Для анализа используются реагенты квалифики "0ч", "ч.д.с", "х.ч". Подготовка образцов к исследованию и приготовление вытяжек

5.1.1. Метод измерения

2. Щавелевая кислота^{х)} по ГОСТ 5873-68, перекристаллизованная, 0,1Н раствор; 0,01Н раствор-реактив "б" (готовят в день проведения анализа из 0,1Н раствора).

3. Кислота серная по ГОСТ 4204-77, в разведении 1:3 по объему (реактив "в").

Проверка серной кислоты для проведения анализа

Исходную химически чистую серную кислоту предварительно проверяют на наличие восстановляющих веществ. С этой целью проводят следующую пробу: в химической стакан или колбу из бесцветного стекла вместимостью 150 см³ наливают 60 см³ дистиллированной воды, 20 см³ испытуемой концентрированной серной кислоты и 5 см³ 0,01Н раствора перманганата калия.

Параллельно ставят контрольную пробу - 60 см³ дистиллированной воды, 20 см³ испытуемой концентрированной серной кислоты. Затем в течение 5 минут ведут наблюдение за окраской жидкости в первой пробе при сравнении ее с контрольной пробой. Розовая окраска в первой колбе должна сохраняться не менее 5 минут. Исследуемая серная кислота непротдна для определения окисляемости, если окраска исчезает раньше.

4. Вода дистиллированная, по ГОСТ 6709-72.

Для определения окисляемости всегда берут 100 см³ жидкости. Вначале проводят определение окисляемости в "холостой" пробе на проверку титра 0,01Н раствора перманганата калия. Затем определяют окисляемость испытуемой вытяжки.

В колбу при помощи пипетки наливают 100 см³ "холостой" пробы и 5 см³ серной кислоты (реактив "в"), опускают капилляры для равномерного кипения, колбу закрывают часовым стеклом, ставят на сетку и содержимое ее нагревают с таким расчетом, чтобы до момента закипания прошло около 7 минут. Отмечают момент закипания. Колбу снимают с огня и в кипящую жидкость из скрепки быстро приливают 15 см³ 0,01Н раствора перманганата калия (реактив "а"). Затем колбу вновь ставят на сетку, соединяют с хладильником и кипятят ровно 15 минут, считая с отмеченного момента первоначального закипания. При этом нужно следить, чтобы кипение было равномерным, спокойным. По истечении 15 минут колбу снимают с огня, в нее из скрепки при помешивании быстро приливают 15 см³ 0,01Н раствора щавелевой кислоты (реактив "б"), избыток которой тот час же оттираливают перманганатом (реактив "а"). Необходимо подчеркнуть, что титровать перманганатом можно только обесцвечивающееся жидкость. При титровании избытка щавелевой кислоты в "холостой" пробе должно затрачиваться не более 1 см³ 0,01Н раствора перманганата калия. Большое количество перманганата указывает на недостаточную чистоту дистиллированной воды. В этом случае определение следует прекратить и приступить к промывке и контролю на свежей порции дистилированной воды.

Определение окисляемости испытуемой вытяжки проводят так же, как и "холостой" пробы. В случае необходимости вытяжку берут в раздедении: определенное количество вытяжки (10, 20, 50 см³ и т.д.) доводят до 100 см³ при помощи "холостой" пробы. Рекомендуется начинать определение с 50 см³ вытяжки + 50 см³ "холостой" пробы. Если при кипении в течение 8-10 минут (считая с момента первоначального закипания) цвет жидкости не изменяется и она остается прозрачной, следует поставить определение с большим количеством вытяжки. В случае же сильного помутнения и побурения или обесцвечивания раствора щавелевой кислоты.

х) Для более длительной сохранности 0,1Н раствора щавелевой кислоты рекомендуется при приготовлении его (перед доведением раствора в мерной колбе до метки) досадить 0,1Н раствора серной кислоты из расчета 20 см³ 0,1Н раствора серной кислоты на 1 дм³ кислоты.

ФБУЗ
Национальный центр по профилактике и контролю за инфекциями и чрезвычайными ситуациями

ЧИСЛЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТАВИТ С МЕНЬШИМ КОЛИЧЕСТВОМ ЖИДКОСТИ Х.

Количество вытяжки, взятое для определения должно в конечном счете быть таково, чтобы на титрование избытка щавелевой кислоты в испытуемой пробе пошло перманганата в 3-3,5 раза больше, чем в "холостой" пробе.

Определение следует проводить не менее, чем в двух параллельных пробах (из одной и той же вытяжки или "холостой" пробе). Расхождение между параллельными пробами не должно превышать 0,1 см³ 0,01Н раствора перманганата калия.

Пример: на титрование избытка щавелевой кислоты в испытуемой пробе (50 см³ вытяжки + 50 см³ "холостой" пробы) пошло 4 см³ раствора перманганата калия, на титрование "холостой" пробы - 0,8 см³ перманганата калия.

Нужно взять такое количество вытяжки, чтобы на титрование избытка щавелевой кислоты в нем пошло 2,4-2,8 см³ 0,01Н раствора перманганата калия. Составляем пропорцию:

$$\begin{array}{l} 50 \text{ см}^3 - 4,0 \text{ см}^3 \\ X \text{ см}^3 - 2,4 \text{ см}^3 \\ X = 30 \text{ см}^3 \end{array}$$

Значит для определения нужно взять около 30 см³ испытуемой вытяжки (соответственно доведя объем жидкости до 100 см³) при помощи "холостой" пробы.

5.1.1.2. Обработка результатов измерения
окисленности (Х) выражают в миллиграммах кислорода, затрачен-

х)^{*)} рекомендуется во всех случаях проводить определение в 50 см³ вытяжки до конца для того, чтобы огнестрельно рассчитать количество вытяжки, которое нужно взять для определения.

ного на окисление, в пересчете на 100 см² общей поверхности решетки, контактирующей с раствором и вычисляют по следующей формуле:

$$X = \frac{(a - b) \cdot K \cdot V \cdot 100 \cdot 0,08}{G \cdot D}, \quad \text{где}$$

- а - количество 0,01Н раствора перманганата калия, пошедшего на титрование избытка щавелевой кислоты в испытуемой пробе, см³;
- б - количество 0,01Н раствора перманганата калия, пошедшего на титрование избытка щавелевой кислоты в "холостой" пробе, см³;
- К - коэффициент поправки для 0,01Н раствора перманганата калия;
- В - общий объем испытуемой вытяжки, см³;
- Г - объем взятой для определения пробы испытуемой жидкости, см³;
- Д - общая поверхность определяемого образца, взятого для приготовления вытяжки, см²;
- 0,08 - количество миллиграмм кислорода соответствующего 1 см³ 0,01Н раствора перманганата калия.

5.1.1.3. Результаты метрологической аттестации методики:

1. Два результата определения считаются приемлемыми: (с доверительной вероятностью 0,95), если расхождение между значениями "а" в этих определениях не превышает 0,1 см³, и расхождение между значениями "б" также не превышает 0,1 см³.
2. За результат испытаний принимают среднее арифметическое значение двух приемлемых результатов определения и округляют до единицы второго десятичного разряда после запятой.
3. Два результата испытаний, полученные на пробах, состоящих из партии в разных лабораториях, считаются приемлемыми (с доверительной вероятностью 0,95), если расхождение между ними не превышает 0,5 мг О₂/100 см².

5.1.2. Изменение величины pH вытяжки Белтчина pH хгактеризует кислотность или основность вытяжки

ФБУЗ ФИФОРМДЗ

из резины или из изделий. Величину pH измеряют потенциометрически.

Допускается изменение pH вытяжки не более $\pm 1,0$ по отношению к pH "холостой" пробы.

необходимые реактивы

1. Вода дистилированная, не содержащая углекислоты, по ГОСТ 4517-76. Воду следует предохранять от щелочных и кислых паров.

2. Кислота соляная по ГОСТ ЗП8-77, 3%-ный раствор.

5.1.2.1. Метод измерения

1. Новую стеклянную посуду для хранения воды предварительно подогревают, наполняют ее порциями с свежей водой через каждые 10 дней в течение 1,5-2 месяцев.

2. Стакан и колбу, используемые для испытания, обрабатывают горячим раствором соляной кислоты, а затем тщательно промывают водой.

3. Приготовленную вытяжку переливают в стакан вместимостью 50 см³ и определяют значение pH.

5.1.2.2. Обработка результатов измерения

Результат измерений вычисляют по формуле

$$\Delta \text{pH} = (\text{pH})_1 - (\text{pH})_2, \text{ где}$$

ΔpH – изменение величины pH
 $(\text{pH})_1$ – величина pH вытяжки
 $(\text{pH})_2$ – величина pH "холостой" пробы

5.1.2.3. Результаты метрологической аттестации методики

1. Величину (pH)₁ рассчитывают как среднее арифметическое из трех результатов параллельных определений, которые считаются приемлемыми (с достоверной вероятностью 0,95); если расхождение между наибольшим и наименьшим результатами определений не превышает 0,05 ед. pH.

2. Величину (pH)₂ рассчитывают как среднее арифметическое из двух результатов параллельных определений, которые считаются приемлемыми (с достоверной вероятностью 0,95), если расхождение между ними не превышает 0,02 ед. pH.

3. Два результата измерений величины pH, полученные на пробах соков одной партии в разных лабораториях считаются приемлемыми (с доверительной вероятностью 0,95), если расхождение между ними не превышает 0,33 ед. pH.

6. Методы определения ионизированной воды

6.1. Определение антиоксиданта агидола-2 (2,2-метилленбис-

6-трет-бутил-4-метилленол) хроматографией в тонком слое сорбента,

необходимые реактивы и аппаратура

1. Стандартный раствор агидола-2 в хлороброме с содержанием 100 мкг/см².

2. Хлоробром по ГОСТ 20015-74

3. Гексан по ТУ 6-09-3375-78

4. Этиловый эфир уксусной кислоты по ГОСТ 22390-74

5. Кислота фосфоромolibденовая по ТУ 46-09-2540-74

6. Спирт этиловый по ГОСТ 18300-81

7. Подвижная фаза (Ф): смесь лексана с этиловым эфиром уксусной кислоты 9:1.

8. Проявляющий реагент: 10% спиртовой раствор фосфорномолиодено-вой кислоты

9. Аммиак водный по ГОСТ 3760-79, 25% раствор.

10. Пластиинки для тонкослойной хроматографии "Sorbifil" ТУ 26-11-17-89.

11. Камера для хроматографирования (сосуд с притертой крышкой).

12. Пульверизатор стеклянный.

13. Фарфоровые чашки, вместимостью 50-100 см³.

14. Микрошлипци вместимостью 0,1 см³, стеклянные капилляры.

15. Делительная воронка по ГОСТ 25336-82Е, вместимостью 200 см³.

окраски пятна, определяемого в пробе с размером и интенсивностью окраски пятен "свидетелей" и выражаются в мг/дм³.

Содержание вещества определяется по формуле:

$$A = \frac{a}{V} \cdot 1000,$$

где: A - искомое количество вещества в пробе, мг/дм³;
a - количество препарата в исследуемом объеме, вычисленное как среднее по результатам не менее 2 определений;

мкг;

V - объем втяжки, взятой для экстракции, см³.

2) по графику зависимости между логарифмом количества вещества и корнем квадратным из площади пятна

$\lg A = \sqrt{S}$

Для построения градиуровочного графика готовят серию растворов с точно известной концентрацией. Растворы наносят на пластиинку, хроматографируют и проявляют. На проявленную пластиинку помещают прозрачную бумагу (кальку) и обрисовывают контуры пятен. Затем с помощью миллиметровой бумаги подсчитывают площадь пятен и строят калибровочный график. По построенному графику рассчитывают содержание вещества в исследуемой пробе.

6.1.3. Результаты метрологической аттестации методики

1. Результат испытаний вычисляют как среднее арифметическое значение двух результатов определений.

2. Два результата определений считаются приемлемыми (с достоверной вероятностью 0,95), если расхождение между содержанием вещества в исследуемых пробах не превышает 0,2 мкг.

3. Два результата испытаний вытяжек, приготовленных из сосок одной партии в разных лабораториях считаются приемлемыми

6.1.2. Обработка результатов измерения и оценка точности

Количественное определение производится:

1) путем визуального сравнения размера и интенсивности

ФБУН
«Институт химии и физики гравитации и магнитного поля РАН»
с доверительной вероятностью 0,95), если расхождение между ними не превышает 0,015 мг/л.

3) по измерению интенсивности отраженного света с помощью денситометрии по калибровочному графику или калибровочному коэффициенту.

Для этой цели используют приборы - денситометры любого типа отечественного и зарубежного производства. Запись и обсчет спектrogramм ведут согласно инструкции, прилагаемой к прибору.

6.2. Фотометрическое определение цинка с родамином X)

Метод основан на фотометрировании окрашенного комплекса родаминцинката, образующегося при взаимодействии ионов цинка с родамином С или Е.

Необходимые растворы и реактивы

1. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72
2. Уротропин по ГОСТ 1381-73 - 5% водный раствор
3. Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199-68
4. Родамин С (или Е) - 0,02% раствор
5. Кислота уксусная ледянная по ГОСТ 61-75
6. Цинк металлический по ГОСТ 3640-65
7. Аммоний роданистый по ГОСТ ИС582-74 - 20% раствор
8. Желатин по ГОСТ П233-78 - 0,5% раствор

Способ приготовления: навеску желатина переносят в холодную

дистиллированную воду, в течение 1-1,5 часов желатин набухает, затем раствор нагревают, чтобы растворился желатин (но не выше 80°С), доводят до кипения.

9. Кислота соляная по ГОСТ 3118-77

10. Ацетатный буферный раствор.

Способ приготовления: в мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 3 см³ концентрированной уксусной кислоты и 15 г уксусно-кислого цинка, доводят до метки дистиллированной водой.

II. Стандартный раствор цинка.

Способ приготовления: растворяют 0,1 г металлического цинка в 2 см³ концентрированной соляной кислоты. Раствор осто рожно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят до метки дистиллированной водой. Затем 25 см³ полученного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки дистиллированной водой. В 1 см³ приготовленного раствора содержится 25 мкг цинка.

6.2.1. Метод измерения

Построение калибровочного графика

В мерную колбу вместимостью 25 см³ постепенно доводят до метки 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 см³ и т.д. стандартного раствора цинка, доводяя их постепенно до рН 4,5-5,0. З 3 см³ ацетатного раствора, 1 см³ 0,5% раствора желатина и 1,2 см³ 20% раствора роданистого аммония. Раствор хорошо перемешивают, доводят 2,5 см³ 0,02% раствора родамина и доводят дистиллированной водой до метки (глазально перемешивают). Через 25 минут раствор (гомогенизируют в кювете с толщиной слоя 50 мкм и светофильтром К 9 ($\lambda = 630\text{nm}$) относительно холостой пробы (смесь реагентов). Калибровочный график строят в пределах концентраций от 0,5 до 2 мкг/см³ в координатах оптической плотности - содержание цинка в растворе мкг или мг/дм³.

^x) Определяется только в вытяжках, приготовленных на дистиллированной воде

Определение цинка в водной вытяжке

В мерную колбу вместимостью 25 см³ переносят 2-10 см³ вытяжки и последовательно прибавляют 0,1-0,2 см³ уротропина, 3 см³ ацетатного бария раствора, 1 см³ 0,5% раствора желатина и 1,3 см³ 20% раствора роданистого аммония. Раствор осторожно, хорошо перемешивают, досыпают 2,5 см³ 0,02% раствора родамина и доводят до метки водой. Тщательно перемешивают. Через 25 минут отбирают три пробы раствора и последовательно изотометрируют на кюветометре ЦЭК-56М в кювете с толщиной слоя 50 мм с красным светофильтром ($\lambda = 630$ нм) относительно раствора холостой пробы.

6.2.2. Результаты метрологической аттестации методики

а. Группу из трех результатов параллельных определений, (с доверительной вероятностью 0,95) для расчетов результата испытания, если расхождение между наибольшими и наименьшими результатами определений не превышает 0,12 мг/л.

б. Два результата испытания, полученные на разных пробах сок одной партии в разных лабораториях, считаются приемлемыми (с доверительной вероятностью 0,95), если расхождение между ними не превышает 0,16 мг/дм³.

6.2.3. Обработка результатов измерения

Содержание цинка в растворе определяют по калибровочному графику и пересчитывают на весь объем полученной вытяжки. Предел обнаружения – 0,25 мг/дм³.

б.3. Определение цинка методом тонкослойной хроматографии
стол основной изображения компонентов СС-жидкости цинка

с диэтилдитиокарбаматом натрия с последующей экстракцией этого комплекса из ацетизированных растворов хлористого цинка и хроматографированием их в тонком слое сорбента.

Предел обнаружения – 0,01 мг/дм³

Реактивы и аппаратура

1. Вода: бидистилированная
2. Хлоридом по ГОСТ 20015-74
3. Аммиак водный по ГОСТ 3760-79, 25% раствор
4. Аммиак азотнокислый по ГОСТ 3761-72
5. Цинк хлористый по ГОСТ 4529-78, водные растворы с содержанием ионов цинка 0,04; 0,10; 0,20; 0,40 и 0,60 мг/дм³.

Способ приготовления: 0,208 г хлористого цинка растворяют в сдистиллированной воде и доводят объем до метки в мерной колбе до 1 дм³. В 1 см³ приготовленного раствора содержится 100 мкг цинка.

В мерные колбы вместимостью 250 см³ последовательно пускают: 0; 1; 0,25; 0,5; 1,0 и 1,5 см³ приготовленного раствора и доводят объем до метки сдистиллированной водой. В приготовленных растворах в 1 см³ соответственно содержится 0,04; 0,10; 0,20; 0,40 и 0,60 мкг цинка.

6. Диэтилдитиокарбамат натрия по ГОСТ 8864-71, 0,1% водный раствор.

Способ приготовления: 0,17 г диэтилдитиокарбамата натрия растворяют в 0,1 дистиллированной воде в мерной колбе вместе со щелочью в количестве 100 см³ и доводят объем до метки.

7. Аммиачный сульфурный раствор (р-р 8-9)

Способ приготовления: раствор юль в фид. стиллизованной

- воде ГОСТ азотнокислого аммония и досыпывают 16 см³ водного раствора аммиака. Доводят объем до 500 см³.
8. Натрий сернокислый, безводный по ГОСТ 4166-76, 5% раствор.
9. Медь сернокислая по ГОСТ 4165-78.
10. Проницаемый раствор:
- 5% раствор сернокислой меди
- II. Бензой по ГОСТ 3955-75
12. Гексан по ТУ 6-09-367-78
13. Подъемная фаза для хроматографирования:
- смесь сензона и гексана в соотношении 5:1
14. Хроматографические пластиинки "Sorbfil".
15. Пульверизатор стеклянный с тонким распылителем раствора
16. Делительная юронка по ГОСТ 25336-82E вместимостью 200-500 см³.
17. Камера для хроматографирования - прямоугольный или цилиндрический сосуд с притертой крышкой, размеры камеры должны обеспечивать размещения в ней необходимых для проведения испытаний хроматографических пластин.
18. Чашки царговые для сушки экстрактов.
19. Мерные колбы по ГОСТ 1770-74, вместимостью 100, 250, 500, 1000 см³
20. Шпрички градуированные по ГОСТ 20292-74, вместимостью 1, 2, 5 см³
21. Боронки с пористым фльтрующим дном

6.3.1. Метод измерения

В делительную боронку перенесают 50 см³ исследуемой вытяжки, досыпают последовательно 5 см³ аммиачного буферного раствора, 5 см³ водного раствора дигтилтиокарбамината натрия и тщательно перемешивают. Осразу же в компакт экстракторе дигтилтиокарбаминатина карбамината 10, 10 и 5 см³, соответственно. После каждого экстракции экстракт фильтруют через стеклянную боронку с пористым фильтрующим дном, заполненным бесподным супьетом натрия. Экстракти собирают в фарфоровую чашку. После последней экстракции воронку промывают 3-5 см³ хлороформа.

6.3.2. Обработка результатов измерения

Количественное определение производится путем визуального сравнения юронки с интенсивности окраски пятна, определяемого в пробе с реагентом и интенсивности окраски пятна "свидетеля" и выражают в мг/дм³.

В случае использования хроматографической пластиинки веществом, необходимо взвесить анализируемую вытяжку в Π раз (например, 2 раза) и повторить анализ. Тогда концентрация ионов цинка в пробе с реагентом и интенсивность окраски пятна "свидетеля" и выражают в мг/дм³.

$$C_B = C_p \cdot \Pi \quad \text{мг/дм}^3$$

где: C_B - концентрация ионов цинка в вытяжке, мг/дм³;
 C_p - концентрация ионов цинка в разъясненной вытяжке, мг/дм³.

Π - степень разъяснения (например в два раза, тогда $\Pi = 2$).

Операцию по п. 6.3.1 проводят дважды. За результат измерения принимают среднее значение из двух параллельных определений, окруженное до первой цифры десятичного разряда после запятой.

6.3.3. Результаты метрологической аттестации методики

Диапазон измеряемых содержаний ионов цинка в водной вытяжке от 0,1 мг/дм³ до 1,2 мг/дм³.

Погрешность измерения содержания ионов цинка в водной вытяжке из сосок с вероятностью 0,95 не превышает $\pm 30\%$.

Два результата параллельных определений пригодны для расчета результата измерений, если расхождение между ними не превышает 0,05 мг/дм³.

6.4. Определение свинца

Реакция основана на образовании окрашенного комплекса ионов свинца с сульфатом свинца.

Необходимые реагенты и растворы

- Кэллий железистоцисперидистый по ГОСТ 4207-75, 1% раствор.
- Натрий тетраборнокислый (бура) по ГОСТ 4199-76, 0,05M раствор.
- Сульфат свинца, по ВТУ № 17 546-50, 0,05% раствор в 0,05M растворе буры.
- Дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72.

6.4.1. Метод измерения

100 см³ вытяжки упаривают до 1 см³, затем присыпают

0,1-0,2 см³ 1% раствора железистоцианоцисперидистого калия (для связывания цинка). 2-3 см³ раствора сульфата свинца в буре и 2-3 см³ раствора буры. В присутствии ионов свинца образуется оранжево-красное окрашивание.

Предел обнаружения - 0,15 мг/дм³.

6.5. Определение мышьяка методом Гутта-Пика

Определение мышьяка основано на способности соединений мышьяка под действием азотарного водорода восстанавливаться в мышьяк(II) водород, который, спиркаясь с бумагой, пропитанной в твердой соляной щелочи и желтым цветом.

Необходимые реактивы

- Калий иодистый по ГОСТ 5232-74, 10% раствор.
- Олово хлористое по ГОСТ 4780-68, 10% раствор в разбавленной (1:9) соляной кислоте.

Способ приготовления:

- Алорид олова растворяют при нагревании в концентрированной соляной кислоте, а затем разбавляют дистиллированной водой.
 - Ртуть бромом по ГОСТ 5508-50, 5% спиртовой раствор.
 - Индикаторная бумага
- Способ приготовления:
- В свежеприготовленный 5% спиртовой раствор бромата ртути погружают на 30 минут кусочки чистовой, бумаги, тонкой и плотной, диаметром 20 мм. Затем их вынимают из раствора и помешают на часовую стекло и высушивают на воздухе. Индикаторную бумагу хранят в банке из темного стекла. Срок годности 1 неделя.

5. Свинец уксусноуксусный по ГОСТ 1027-67, 10% раствор.

6. Вата или бумага, пропитанная раствором ацетата свинца

Способ приготовления:

Кусочки фильтровальной бумаги (2,5x4 см) или ваты выдерживают в течение 30 минут в 10% растворе ацетата свинца, затем вынимают и высушивают при температуре 105°С.

7. Цинк металлический (не содержащий мышьяка) по ГОСТ 389-75.

8. Стандартный раствор мышьяка, 1 мг/дм³ А⁺³

Способ приготовления:

1. Задорг трехჯиси мышьяка растворяют в 20 см³ 2Н раствора щелочного натра, раствор разбавляют 20 см³ воды и подкисляют 30 см³ 2Н раствором соляной кислоты и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят дистиллированной водой до метки.

9. Кислота серная, концентрированная по ГОСТ 4204-77

10. Прибор Гуттигта (см. рис.)

Прибор для определения мышьяка состоит из трех разъемных частей, соединенных между собой штифтами. Нижняя часть прибора колба I, в которую помешают исследуемый раствор, кислоту и цинк. Высота колбы 90 мм, диаметр - 60 мм. Колба закрывается стеклянной приставкой - 2 (куда помещают вату -5, пропитанную раствором ацетата свинца), которая переходит в трубку 5 с внутренним диаметром 15 мм и высотой 60 мм. Трубка посередине разрезана, края ее в этом месте разбортованы и притерты. Между этими штифтами зажимается индикаторная бумага -4. Верхний конец трубки по притертой пробке 7 укрепляется в стеклянном кожухе -6.

6.5.1. Метод измерения

Построение стандартной шкалы и ее настройка
Приготовление серии стандартных растворов, которые в

25 см³ дистиллированной воды содержат от 0,5-5 мкг мышьяка. В склянку прибора переносят 25 см³ раствора известной концентрации мышьяка, присовлывают 5-6 капель хлорида олова. 3-3,2 см³ концентрированной серной кислоты, 5 см³ раствора иодида калия, 1-2 граммы цинка и тотчас же закрывают склянку насадкой, в которой закреплен кружок фольги,альной бумаги, пропитанной раствором бромной ртути, а в шийке приборки 2 помешают кусочки ваты 5, пропитанной ацетатом свинца. По окончании выделения водорода (45 мин) извлекают кружок бумаги с образовавшимся окрашенным пятном. Серия стандартных растворов должна включать 5 известных концентраций. Кулевой стандарт представляет холостой опыт. Кружочки бумаги с образовавшимися окрашенными пятнами целесообразно запечатывать для дальнейшего сравнения с исследуемыми растворами или количественного определения мышьяка. Срок хранения стандартов 1 месяц.

6.5.2. Метод измерения вытяжки

25 см³ исследуемой пробы переносят в склянку прибора и проводят определение как описано при построении стандартной шкалы. Содержание мышьяка находят путем сравнения интенсивности окраски пятна исследуемого раствора с пятнами стандартной шкалы и пересчитывают на весь объем вытяжки.

Предел обнаружения мышьяка - 0,008 мг/дм³.

6.6. УФ-спектрофотометрическое определение N-нитрозоэминов в латексных соках и салючиках с ёжиком-пусташек X

N-нитрозоэмины (НН) экстрагируют из соков латексометром Х. Методика разработана совместно с сотрудниками института канцерогенеза имени А.Н. Т.Хесиной, А.Н. К.Б.Н. Т.Крикошаевым, Л.Р. и института прослеции онкологии им. Р.Л. Кавецкого АН СССР г. Тихий Л.А..

или искусственной слюной. Экстракт подвергают вакуумной перегонке, а затем анализируют на наличие летучих на посредством разделения при помощи газовой хроматографии с использованием термоэнергетического анализатора.

Приборы необходимые растворы и аппаратура

1.1. Газовый хроматограф (любой марки)

В качестве детектора - анализатор термоэнергетической энергии ТЭА-502 или ТЭА-502Д фирмы "Thermo Electron Corporation" (США) и интегратора для газовой хроматографии типа И-02 или любой другой марки.

6.1. Колонка газохроматографическая стеклянная длиной 2,5 м, внутренний диаметром 4 мм.

1.2. Твердый носитель - Chromosorb Nhr, 100-200 м

противный кислотой.

1.3. Жидкая фаза - 10% Carbonax ZOM + 2% KOH относительного веса носителя.

1.4. Условия хроматографирования:

температура испарителя	- 225°C
температура колонки	- 150°C
газ носитель: аргон, со скоростью 40 мл/мин,	
детектор - термоэнергетический анализатор с пиролизной печью с температурой парогенератора - 470°C, расход кислорода 17 мл/л.	

1.5. Стандартный прибор типа КСИ и др.
2. вакуумный насос
3. Аппаратура для вакуумной перегонки

4. Газовая горелка
5. Дно для жидкого зерна вместимостью 1-1,5 л
6. Ультразвуковая ванна
7. Шкаф сушильный лабораторный по ГОСТ 7365-65

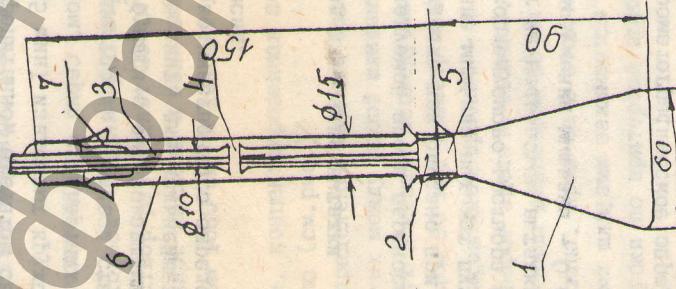


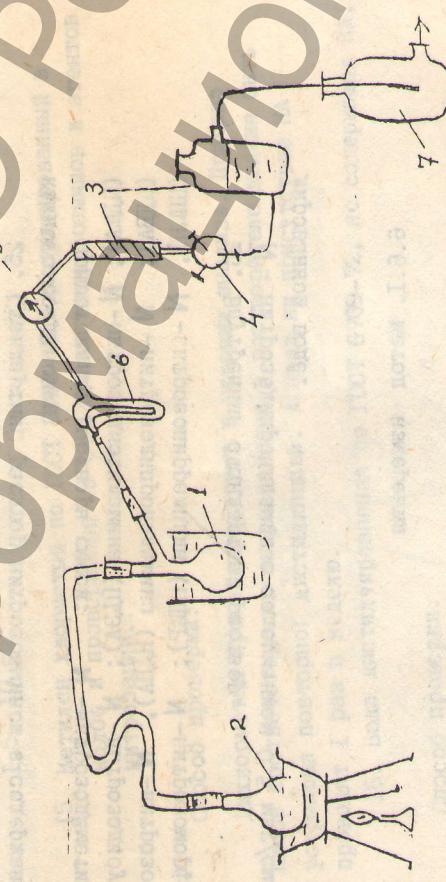
Рис.

8. Весы аналитические ГОСТ 24104-80Е и др. типа ВЛА-200
9. Цилиндры измерительные по ГОСТ 1770-74Е, вместимостью 25, 50, 100, 200 см³
10. Микрошлифы вместимостью 1, 10 мкл
11. Делительные воронки по ГОСТ 25336-82Е, вместимостью 50, 100, 200 см³.
12. Штифетки измерительные по ГОСТ 1770-74, вместимостью 1-10 см³.
13. Колбы измерительные по ГОСТ 1770-74, вместимостью 50, 100 см³.
14. Шаблонки градуированные по ГОСТ 1770-74, вместимостью 1,5, 10 см³.
15. Метилен хлористый по ГОСТ 9968-73, дистиллированный в колбе и прокрученный на отсутствие нитрозоаминов и агентов нитрозации.
16. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72, не содержащая на проволоки I раз в неделю.
- Способ проверки:
- Экстрагируют 50 см³ воды и ума порциями дихлорметана по 50 см³ и выпаривают до 1 см³. Концентрированный дихлорметан хроматографируют в условиях анализа.
17. Сульфат натрия, бархатный по ГОСТ 4166-66
18. Натрий бикарбонат по ГОСТ 4201-66
19. Натрия хлорид по ГОСТ 4233-77
20. Калия карбонат по ГОСТ 4332-65
21. Натрий нитрит по ГОСТ 4197-74
22. Искусственная слизь.

4. Техника способа приготовления
- 4.2Г - бикарбоната натрия,
- 0,5Г - хлорида натрия,
- 0,2Г - карбоната калия
- 0,0 мг - нитрит натрия
- Указанное содержание растворяют в 1 л дистиллированной воды (рН = 9,0).
23. Жидкий азот
24. Баллон со сжатым азотом по ГОСТ 9253-74
25. Стандартный раствор нитрозоаминов с содержанием 1 мкг/см³ каждого соединения:
- Приготовляют растворы смеси: N-нитрозодиметиламина (ДДА); N-нитрозодиэтиламина (ЦЭДА); N-нитрозодибутиламина (ЦДВА); N-нитрозодипропиламина (НДДА); N-нитрозопиперазина (ППЦН), N-нитрозопирролидин (ППР); N-нитрозоморфолин (НМФ).
26. Внешний стандартный раствор.
- N-нитрозодипропиламины с содержанием 0,5 мкг/см³ в дистиллированной воде.
- 6.6.1. Метод измерения
- 6.6.1.1. Экстракция хлористым метиленом
- Придают соски небольшими кусочками 1-2 мм и аккуратно переносят взвешенную порцию (~10г) в чистую колбу Элеймсера со стеклянной пробкой, вместе сностью 250 см³.
- В колбу досыпают хлористый метилен так, чтобы последний покрыл верхний слой осадка. Экстракцию проводят деждь по 30 минут на ультразвуковой бане.
- Объединенные экстракты сливают в круглодонную колбу. В колбу досыпают в 10 грамм стационарного пропиламина. В

количество 1 мкг. Оставшийся образец ополаскивают свежим хлористым метиленом, который так же досыпают в объеменный экстракт. В экстракт добавляют до 50+70% дистилированной воды от общего объема хлористого метиlena. Колбу подсоединяют к прибору для вакуумной перегонки.

Схема прибора для вакуумной перегонки представлена на рис. 2.



Собирают прибор для вакуумной перегонки. Приемник (1) охлаждают жидким азотом или сухой лед с ацетоном. В системе создают вакуум с помощью вакуумного насоса. Отключают вакуумный насос от системы и превергают герметичность. После этого начинают нагревать дистилляционную колбу (2) на песчаной бане. Дистилляцию желательно проводить в замкнутой системе, т.е. как можно реже включать вакуумный насос. При перегонке сначала гонится хлористый метилен, а затем отгоняют $\approx 50\%$ дистилированной воды.

После окончания перегонки от дистиляционной колбы убирают обогреватель, затем после охлаждения убирают от приемника дикар с жидким азотом и снимают вакуум из системы. После отгонивания содеражимое приемника переносят в делительную воронку, небольшими количествами ополаскивают приемник и насадку. Промывную воду досыпают в делительную воронку. После расслаивания хлористый метилен собирают в колбе. Оставшуюся воду в делительной воронке экстрагируют дважды по 7 см³ хлористым метилем.

Объединенный хлористый метилен подсушивают безводным сернокислым натрием и переносят в систему для упаривания хлористого метиlena (рис. 2). Упаривание проводят в токе азота на водяной бане при температуре 40°C до 5-7 см³, затем при комнатной температуре до 1 см³. (рис. 2)

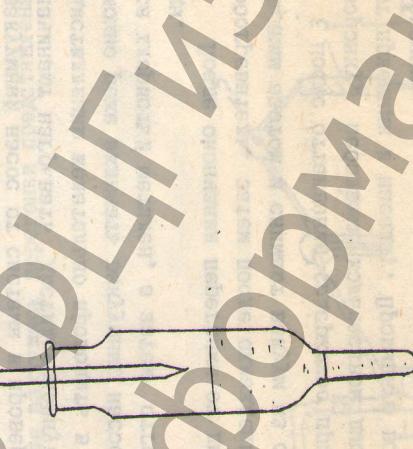
Полученный упаренный экстракт анализируют с помощью газового хроматографа в качестве детектора — анализатор термической энергии ТЭА-502.

6.6.1.2. Экстракция искусственной слюны

В начале и в конце каждой серии анализов записывают хроматограммы рулстюра и чистого стандарта и хроматограммы смеси эталонных нитроизомилюв с концентрацией 1 мкг/см³ для каждого.

Рис. 2. Схема вакуумной перегонки

ФБУЗ



термостат на 24 часа при 40°C. После настаивания экстракт сливают в делительную воронку, досыпают 1 см³ раствора внутреннего стандарта N-нитрозодипропиламина. Остывший образец промывают 10-15 см³ искусственной слюны и добавляют в делительную воронку. Экстракцию нитрозоаминов проводят трижды по 15 см³ хлористым метиленом. Объединенный экстракт подсушивают безвоздным сернокислым натрием и концентрируют в токе азота до объема 1 см³ также, как и при экстракции хлористым метиленом. Конденсированый экстракт анализируют на наличие нитрозоаминов как было указано выше.

6.6.2. Обработка результатов измерения

Количественное содержание исследуемого соединения определяется по формуле:

$$\lambda = \frac{S_x \cdot S_{\text{рн}} \cdot \rho \cdot C_{\text{хн}} \cdot 1000}{S_{\text{хн}} \cdot S_{\text{рн}} \cdot C_{\text{рн}} \cdot t} / \text{мкг/кг}$$

где: S_x – площадь пика исследуемого НА в хроматограмме образца, мм²;

$S_{\text{хн}}$ – площадь пика исследуемого НА в хроматограмме

образца, мм²;

ρ – концентрация исследуемого НА в растворе, мкг/мл;

$C_{\text{хн}}$ – концентрация внутреннего стандарта, мкг/мл;

$S_{\text{рн}}$ – площадь пика внутреннего стандарта, мм²;

t – время измерения, мин;

$C_{\text{рн}}$ – концентрация внутреннего стандарта, внесенного в анализируемый образец, мкг/мл;

λ – количество внутреннего стандарта, внесенного в смесь эталонов, мкг/мл;

$C_{\text{хн}}$ – концентрация исследуемого НА в смеси эталонов, мкг/мл;

$C_{\text{рн}}$ – концентрация внутреннего стандарта в смеси эталонов, мкг/мл;

t – количество исследуемого образца, г

Рис. 3. Схема пароварки для извлечения нитрозоаминов из слюны

Система упаривания экстракта под током азота

6.6.1.2. Экстракция искусственной слюной

При экстракции искусственной слюной 10 г измельченного сырья нарезанными тонкими полосками шириной 1-2 мм и длиной 2,5-3 см заливают 40 см³ модельного раствора и помещают в

ПРИЛОЖЕНИЕ I.

ФБД ИИФО ОФИЦИАЛЬНЫЙ РОССИЙСКИЙ ПРЕСУРС

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

Н. Наименование определяемого химического вещества	Критерий оценки величины ДКМ, мг/л	Примечание
1. Осадок	Отсутствие	В вытяжках из латексных сосок и пустышек образуется незначительная эмульсия
2. Запах изделий	Не более 2 саллов	
3. Запах вытяжек	Не более 1 салла	
4. Привкус вытяжки	Не более 1 балла	
5. Окисляемость	Не более 2,0 мг 0,1/100 см ² поверхности соски	
6. Изменение pH вытяжки	Не более ±1,0	
7. Антиоксидант (АГИДЭЛ-2)	2,0	
8. Цинк	1,0	
9. Свинец, мышьяк	Не лотки обнаруживаются металлом, приведенным в настенных технологических указаниях	
10. N-нитрозоазамины (экстракция хлористым метиленом)	10,0 мкг/кг	Нормы вводятся с 01.01.93г.

ФОРМА ДДАКА
ПРОВЕДЕННОГО ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

от " " г.

Аналisis к по санитарно-химическому контролю сосок или пустышек зарки по заключению БИЛЛАТ НИО "Укран" №3 СССР

отрасли (соска, пустышка)

дата поступления _____
режим изготавления _____ (У, ГУСТ)

результаты санитарно-химического контроля

номер	условия приготовления	окисляющая способность	содержание компонентов	нитрозоамины в соединении с
среда	ниневий в табаке	нейтров	мг/л	изомерами
1	гидро	0	-	-
2	экспло-	0	-	-
3	зимя,	100 см ²	-	-
час			-	-
4			-	-
5			-	-
6			-	-
7			-	-
8			-	-
9			-	-
10			-	-

Заключение: приседенные показатели (не) соответствуют нормам вводятся с 01.01.93г.

Дополнение II. N-нитрозоазамины содержание в готовых с 01.01.93г. изделиях (экстракция искусственного, смолкой) венено, смолкой

А.Элиз Проделей по методическим указаниям

т. _____ (сотрудник)

Зав. лабораторией

ПРИЛОЖЕНИЕ 3

ФБУЗ «ОБРАЗЕЦ ДЛЯ СТАЦИОННОЙ КАРТЫ

Фамилия, имя, отчество — — — — —
 Дата проецирования анализа — — — — —
 № растворов (изделий), не отличающихся от контрольного — — — — —
 по запаху — — — — — по привкусу — — — — —

1. Характер запаха исследуемого раствора (изделия) (фенольный, ароматический, посторонний, неопределенный и т.д.)

2. Характер привкуса исследуемого раствора (горьковатый, щипящий, нефтепродуктов, посторонний, неопределенный и т.д.)

3. Интенсивность запаха и привкуса исследуемых растворов в баллах:

№ растворов (изделий)	Запах в баллах	Привкус в баллах
1	—	—
2	—	—
3	—	—

10. Номер листа из 10 листов
Составлено в 10 листах

11. Использовано излишнее количество бумаги в количестве 10 листов

всего

12. Текущий лист (из 10 листов) 10

Министерство здравоохранения

Безопасность

Чистота

Санитария

Гигиена