



КонсультантПлюс
надежная правовая поддержка

"Методические рекомендации по определению
капролактама в воде, воздухе и биологических
средах"

(утв. Минздравом СССР 07.08.1975 N 1328-75)

Документ предоставлен **КонсультантПлюс**

www.consultant.ru

Дата сохранения: 24.09.2018

Источник публикации

"Сборник методических рекомендаций. Методы санитарно - химических исследований полимерных материалов, предназначенных для контакта с пищевыми продуктами", том 1, Киев, 1982

Примечание к документу

Документ включен в Перечень документов в области стандартизации, содержащих правила и методы исследований (испытаний) и измерений, в том числе правила отбора образцов, необходимые для применения и исполнения требований технического регламента Таможенного союза "О безопасности средств индивидуальной защиты" (ТР ТС 019/2011) и осуществления оценки соответствия объектов технического регулирования (Решение Комиссии Таможенного союза от 09.12.2011 N 878).

Название документа

"Методические рекомендации по определению капролактама в воде, воздухе и биологических средах"
(утв. Минздравом СССР 07.08.1975 N 1328-75)

Утверждено
Заместителем Главного
государственного
санитарного врача СССР
В.Е.КОВШИЛО
7 августа 1975 г. N 1328-75

**МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ КАПРОЛАКТАМА В ВОДЕ, ВОЗДУХЕ
И БИОЛОГИЧЕСКИХ СРЕДАХ**

ОБЩАЯ ЧАСТЬ

Капролактама - $\begin{array}{c} \text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{C} \\ | \quad \quad | \quad \quad | \\ \text{I} \quad \quad \quad \text{N} \\ | \quad \quad \quad | \\ \text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{CH}_2 \end{array}$ - лактам E - аминокaproновой кислоты, молекулярный вес M 113,

представляет собой белое кристаллическое вещество с Т. плав. 69,7°. Капролактама хорошо растворим в воде, этаноле, ацетоне и др. органических растворителях. В производственных условиях капролактама может оказывать токсическое действие на организм человека в виде аэрозоля конденсации или пыли.

ПДК капролактама для воды водоемов - 1 мг/л, для атмосферного воздуха - 0,06 кг/м³.

Принцип метода

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

Чувствительность метода - 1 - 2 мкг на пластинке.

Реактивы и растворы

1. Окись алюминия для хроматографии II степени активности
2. Гипс медицинский
3. Калий йодистый, 1% водный раствор
4. Крахмал растворимый, 2% водный раствор
5. Этиловый спирт
6. Калий марганцовокислый
7. Кислота соляная, концентрированная
8. Ацетон
9. Четыреххлористый углерод
10. Диэтиловый эфир
11. Стандартный раствор капролактама: в мерную колбу на 50 мл вносят 10,0 мг капролактама и доводят этанолом до метки. Концентрация раствора составляет 200 мкг/мл.
12. Раствор для проявления - йод-крахмальный реактив. Перед употреблением смешивают 20 мл 1% водного раствора йодистого калия, 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 эксикатора помещают 5 - 6 г марганцовокислого калия, 10 - 15 мл концентрированной соляной кислоты и закрывают сосуд хорошо притертой крышкой. Через 2 - 3 минуты камера с хлором готова к работе.

Посуда и приборы

1. Стеклянная камера для хроматографирования с притертой крышкой
2. Пульверизаторы стеклянные
3. Эксикатор
4. Микропипетки на 0,2 мл
5. Стеклянные пластинки 9 x 12 см или другого удобного в работе размера
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. Поглотитель Зайцева.

Приготовление пластин 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 Шутеля в течение 20 - 30 минут. Однородную смесь выливают в чашку и равномерным слоем наносят на чистые обезжиренные пластинки. Пластинки сушат на воздухе в течение суток и в дальнейшем хранят в эксикаторе.

Подвижная фаза - смесь равных объемов ацетона и четыреххлористого углерода.

Определение капролактама в воздухе

Воздух отбирают в поглотитель Зайцева, заполненный (3 мл) перегнанным этанолом со скоростью 12 л/час. Для анализа отбирают 60 л воздуха. Во время отбора пробы поглотитель помещают в склянку со льдом и в случае необходимости подливают спирт до метки - 3 мл. После отбора пробы этанол упаривают до объема 0,3 - 0,5 мл и переносят в одну точку на хроматографическую пластинку. Слева и справа от пробы наносят пятна стандартного раствора в количествах 5 и 10 мкг. Пластинку помещают в хроматографическую камеру с подвижной фазой. После подъема жидкости на высоту 10 см пластинку вынимают из камеры, сушат в сушильном шкафу при температуре 150 °С в течение 5 - 10 минут, а затем охлажденную пластинку помещают в камеру с хлором на 5 - 7 минут. После улетучивания хлора под вытяжкой пластинку проявляют йод-крахмальным реактивом. Появление темно-синих пятен на белом фоне с $R_f = 0,66$ свидетельствует о наличии капролактама. Количественную оценку производят путем измерения площадей пятен и сравнения с графиком зависимости площади пятна от концентрации капролактама, построенном для данной серии пластин по стандартному раствору препарата.

Определение капролактама в воде

Для анализа отбирают 100 мл водной вытяжки и экстрагируют трижды по 20 мл диэтиловым эфиром.

Объединенный эфирный экстракт пропускают через безводный сульфат натрия и упаривают в концентрате на водяной бане до объема 0,2 - 0,5 мл. Упаренный экстракт переносят на хроматографическую пластинку. Дальнейшее определение производят так же, как и для определения капролактама в воздухе.

Определение капролактама в биологических средах

В делительную воронку помещают 10 мл крови или предварительно измельченную навеску органа (1 - 10 г), прибавляют 10 мл диэтилового эфира и интенсивно встряхивают в течение 1 - 2 минут. Экстракцию проводят трижды. Объединенные экстракты сушат безводным сульфатом натрия и упаривают в концентрате на водяной бане до объема 0,2 - 0,5 мл. Упаренный экстракт переносят на хроматографическую пластинку и дальнейшее определение проводят так же, как и при определении капролактама в воздухе.

Ошибка определения составляет +/- 10%, воспроизводимость метода 80 - 90%.
