

МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ

ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ГЕКСАМЕТИЛЕНДИАМИНА В ВОДЕ ПРИ
САНИТАРНО-ХИМИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЯХ ПОЛИМЕРНЫХ
МАТЕРИАЛОВ, ПРИМЕНЯЕМЫХ В ПИЩЕВОЙ И ТЕКСТИ-
ЛЬНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ.¹

ОБЩАЯ ЧАСТЬ

В настоящее время широкое применение нашли полиамид-
ные пластмассы, которые получают конденсацией гексаметиленди-
амина 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
полиамида, в том числе и гексаметилендиамин.

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

I.

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

23 сентября 1976 г. № 1503 - 76

Предлагаемый метод определения гексаметилендиамина с помощью хроматографии в тонком слое сорбента является достаточно специфичным и позволяет определять гексаметилендиамин в количестве 0,01 мг/л, т.е. на уровне допустимых количеств 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. $204-205^{\circ}\text{C}$ (100 $^{\circ}$ /20 мм рт. ст.). Легко растворим в воде, спирте, хлороформе, эфире, бензоле и других органических растворителях. Перегоняется с водным паром.

Принцип метода

Метод основан на упаривании подкисленных водных вытяжек до объема 0,1 - 0,3 мл с последующим хроматографированием в тонком слое силикагеля. В качестве системы подвижных растворителей используются смесь метанол - ацетон - 25%-й аммиак 5: 1: 1. Реагентом для обнаружения служит нингидрин.

Метод позволяет обнаружить 0,01 - 0,02 мг гексаметилендиамина 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.

6. Бутиловый спирт нормальный, ГОСТ 3769-64.
7. Реагент для обнаруживании: Раствор 0,3 г нингидрина в 3 мл ледяной уксусной кислоты и 100 мл н-бутанола
8. Силикагель марки КСК, ГОСТ 3956-54, очищенный от примесей способом, рекомендованным М.А. Клисенко, и М.В. Письменной
9. Типо медицинский, Ст. ГОХП 27-1868
10. Стандартный раствор гексаметилендиамина в хлороформе концентрацией 100 мкг/мл.

Приборы и посуда

1. Прибор для отгонки воды в вакууме (круглодонная колба, емкость 150-200 мл, ГОСТ 10394-62; насадка Вюрца, ГОСТ 9425-60; холодильник Либиха, ГОСТ 9499-60; алонг вакуумный, ГОСТ 9425-60; приемник - круглодонная колба, емкость 100 мл, капилляр - все на шпифах.
2. Насос водоструйный, ГОСТ 10696-63
3. Градуированные пипетки с ценой деления 0,01 мл, емкостью 1 мл, для нанесения проб, ГОСТ 1770-61.
4. Камера для хроматографирования (цилиндрический 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. Бача водяная
8. Термометр технический на 100°С.
9. Шкаф сушильный

Приготовление пластинок с толстым слоем сорбента

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

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 пробы на ту же пластинку и для каждой пробы в отдельности наносят раствор свидетеля - стандартный раствор гексаметилендиамина в хлороформе, концентрацией 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 нингидрина и нагревают в течение 10 - 15 минут в су-

ильном шкафу при температуре 100 - 110°C.

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

Идентификация и количественное определение гексаметилендиамина в пробе производят путем визуального сравнения размера и интенсивности окраски пятен пробы и стандартного раствора гексаметилендиамина и при сравнения значений $R_{\text{пр}}$

Расчет содержания гексаметилендиамина в пробе производится по формуле :

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

где A - искомое количество гексаметилендиамина в мг/л ;

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

V - объем анализируемой пробы в литрах.