

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ

СССР

ГЛАВНОЕ САНИТАРНО-ЗДОРОВОМОСТИЧЕСКОЕ УПРАВЛЕНИЕ

МЕДВЕДОВСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ ПО ИЗУЧЕНИЮ И ГИГИЕНИЧЕСКОЙ РЕГЛАМЕНТАЦИИ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ

ВИДЕОФИЛМ

ДОПУСТИМЫЕ УРОВНИ ВЫДЕЛЕНИЯ ВРЕДНЫХ ХИМИЧЕСКИХ ВЕЩЕЙ ИЗ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ, ПРИМЕНЕННЫХ В СТРОИТЕЛЬСТВЕ И ВОДОСНАБЖЕНИИ, И ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИХ ОПРЕДЕЛЕНИЯ В РАЗЛИЧНЫХ СРЕДАХ.

Москва 1977

Министерство здравоохранения СССР

Утверждаю

Зам. Главного Государственного
санитарного врача СССР

В. Е. КОВШИЛО

"20" октября 1976 г.

№ 1510-76

Методические рекомендации
по определению кадмия в воде, среде, имитирующей
пот, и биологических средах /кровь, моча, органы/
при санитарно-химических исследованиях поливинил-
хлоридных материалов^х

Методические рекомендации разработаны во ВНИИГИДТОКСе
Катаевой С. Е.

Стеарат кадмия, каприлат кадмия, стеарат цинк-кадмия, стеарат барий-кадмий-цинка широко используются в производстве поливинилхлоридных материалов как термостабилизаторы. По химическому составу это соли стеариновой и каприловой кислот и соответствующих металлов /кадмия, цинк-кадмия, барий-кадмий-цинка/. Молекулярный вес этих соединений - от 679 до 704. Температура плавления - от 104 до 200⁰С. Плотность - от 1,11 до 1,14 г/см³. Все эти соединения хорошо растворимы в бензоле, толуоле, фталатах и практически нерастворимы в воде /1/.

Описанный в литературе метод определения кадмия в воде /по образованию окрашенного комплекса с дитизоном/ недостаточно чувствителен и специфичен /2/.

Разработанные методические рекомендации предназначены для определения кадмия/ т.к. токсичность этих соединений объясняется, в основном, содержанием в них кадмия/ в биосредах и воде при санитарно-химических исследованиях поливинилхлоридных материалов, стабилизированных органическими соединениями на основе кадмия.

Определению не мешают свинец, цинк, барий, кадмий, медь и другие металлы.

Принцип метода: Метод основан на экстракции комплексного соединения, кадмия с диэтилдитиокарбаминатом натрия хлороформом и последующим разделением кадмия в тонком слое силикагеля.

Чувствительность метода - 1-2 мкг на пластине.

Полнота определения - 90-95%.

Реактивы и растворы

1. Хлороформ, "хп", ГОСТ 3160-51
2. Диэтилдитиокарбаминат натрия, 2% водный раствор

3. Хлористый аммоний, "хч"
4. Аммиак. 25% водный раствор, "хч"
5. Серная кислота, "хч"
6. Хлорная кислота, "хч"
7. Азотная кислота, "хч",
8. Гексан, "хч",
9. Диэтиламин, "хч",
10. Проявляющий раствор -0,05-0,1% раствор литизона в хлороформе
11. Натрий сернокислый безводный, "хч"
12. Стандартный раствор кадмия с диэтилдитиокарбаминатом натрия с содержанием препарата 200 мкг/мл / в делительную воронку помещают 200-250 мл дистиллированной воды, добавляют 10 мл водного раствора растворимой в воде соли кадмия с содержанием кадмия 1000 мкг/мл, 1 мл буферного раствора, 2 мл 2% водного раствора диэтилдитиокарбамината натрия и экстрагируют трижды по 5 мл хлороформом. Объединенные экстракты хлороформа пропускают через безводный сульфат натрия и переносят в мерную колбу на 50 мл. Для получения концентратии раствора 200 мкг/мл в мерную колбу до метки доливают хлороформ. Хранят раствор в темной склянке с притертой пробкой/.
13. Буферный раствор: 35 г хлористого аммония растворяют в 285 мл 25% водного раствора аммиака.

Приборы и посуда

1. Пластиинки для хроматографии. Стеклянные пластиинки/9x12/ тщательно промывают водой, содовым раствором, хромовой смесью и дистиллированной водой.
2. Делительные воронки на 250 и 500 мл
3. Прибор для отгонки растворителя

4. Воронки стеклянные диаметром 75 мм
 5. Микропипетки для нанесения проб на 0,1-0,2 мл
 6. Камера для хроматографирования с притертой стеклянной крышкой
 7. Пульверизатор стеклянный
 8. Баня водяная
 9. Камера для опрыскивания пластинок
 10. Электрическая плитка с закрытой спиралью
 11. Фарфоровые чашки на 50 мл
 12. Пипетки на 2,5 и 10 мл
 13. Гипс медицинский
 14. Силикагель марки КСК, размолотый и просеянный через сито 100меш
- Приготовление пластин с тонким слоем силикагеля. 14 г силикагеля, 1 г гипса и 50 мл дистиллированной воды тщательно растирают в ступке до образования гомогенной массы. Полученную массу равномерным слоем наносят на стеклянные пластинки и оставляют высыхать на воздухе при комнатной температуре в течение 20-24 часов. Из указанного выше количества сорбционной массы может быть приготовлено 8-10 пластин.

Определение кадмия в воде. Для проведения анализа в делительную воронку отбирают 250-500 мл водной вытяжки из поливинилхлоридных материалов. Для создания pH 9-10 к пробе добавляют 1-2 мл буферного раствора и 2 мл 1% водного раствора диэтилдитиокадемината натрия и проводят экстракцию хлороформом по 5 мл в течение 1-2 минут. Экстракцию хлороформом проводят трижды/каждый раз по 5 мл/.

Объединенные экстракты пропускают через безводный сульфат натрия и упаривают на водяной бане до объема 0,1-0,2 мл. Оставшийся объем экстракта стеклянной микропипеткой количественно переносят на хроматографическую пластинку в одну точку. Хроматографирование проводят в стеклянной камере, заполненной смесью растворителей:

гексан:хлороформ:дистиллированная вода/20:2:1/. После поднятия подвижной системы на высоту 10-12 см пластинку вынимают из камеры, высушивают в сушильном шкафу при температуре 80-100° до удаления паров растворителей, а затем проявляют 0,05-0,1% раствором дитизона в хлороформе.

Ионы кадмия с дитизоном проявляются в виде оранжево-красных пятен на белом фоне с $R_f = 0,65 \pm 0,05$.

Количественное определение кадмия проводят по калибровочному графику, построенному для данной серии пластин на стандартных растворах кадмия в зависимости площади пятна от концентрации кадмия.

Определение кадмия в биосредах.

В случае определения кадмия в биосредах для проведения анализа берут навеску органа \neq 2-3 г/, мочу или кровь /2-3 мл/ и подвергают минерализации. В выпарительную фарфоровую чашку, куда помещена проба /навеска органа, моча, кровь/, заливают 5 мл серной, 3 мл хлорной и 6-7 мл азотной кислот. Минерализацию проводят на электрической плитке с закрытой спиралью до получения сухого остатка белого цвета. Сухой остаток после минерализации переносят количественно дистиллированной водой /до 50 мл/ в делительную воронку. Содержимое делительной воронки нейтрализуют едким натром до рН 7 и в дальнейшем проводят определение как описано выше при определении кадмия в водных растворах.

Количественное содержание кадмия в водных средах рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{A}{B} \cdot 1000 \text{ мг/л, где}$$

A - количество кадмия, найденное в пробе

B - объем пробы взятой для анализа

Количественное содержание кадмия в органах рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{A}{B} \text{ мкг или мг/вес органа, где}$$

А - количество кальция, найденное в пробе

м - вес органа

В - навеска органа, взятая для анализа

Количественное содержание кальция в моче или крови ^с рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{A}{B} \text{ мкг/мл, где}$$

А - количество кальция, определенное в пробе

В - количество мочи или крови, взятое для анализа

Литература

1. Справочник химика том. У1 "Сырье и продукты промышленности органических веществ", Изд-во "Химия", Л., 1967
2. "Учебник С.С. Котова Г.С., Кузьмичева Р.А. к. "Аналитическая химия", т.ХХ, №7, 1965, стр.785-788.