


Министерство здравоохранения СССР

Главное санитарно-эпидемиологическое управление

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного государственного санитарного врача
СССР 

А.И. Зайченко
"9" июля 1987 г. № 4395-87

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГИГИЕНИЧЕСКОЙ
ОЦЕНКЕ ЛАКИРОВАННОЙ КОНСЕРВНОЙ ТАРЫ

Методические указания предназначены для:

- санитарно-эпидемиологических станций;
- институтов гигиенического и технологического профиля, осуществляющих контроль за лакированной консервной тарой на стадии опытных образцов;
- заводских лабораторий, осуществляющих повседневный контроль за соответствием выпускаемых изделий гигиеническим требованиям.

Методические указания подготовлены:

- Отдел гигиены питания Главного санитарно-эпидемиологического управления Минздрава СССР (Селиванова Л.В., Барабанова Т.Л.)
- Всесоюзный научно-исследовательский институт гигиены и токсикологии пестицидов, полимеров и пластических масс (Антонович Е.А., Пестова А.Г., Онищенко Н.К., Дрегваль Г.Ф.)
- Московский НИИ гигиены им.Ф.Ф.Эрисмана (Гноевая В.Л.)

Методические указания разрешается размножить в необходимом количестве экземпляров.

Подписано к печати 1.03.88г. БФ 22808. Формат 60x84 1/16,
Усл.печ.л.2. Уч-изд.л. 1,8, Тираж 100 Заказ 235

В В Е Д Е Н И Е

В связи с получением новых научных данных о поведении мономера эпихлоргидрина, разработки чувствительных, легковоспроизводимых методов, а также повышения качества выпускаемых лаков, возникла необходимость пересмотра подходов гигиенической оценки лаков и подбора более современных методов их исследований.

В настоящих санитарных правилах учтены достижения советской и зарубежной науки, изложены подходы к санитарно-химическому исследованию консервной тары (гигиенические требования к лакированной жести, порядок и объем проведения исследований, а также методы определения химических веществ, мигрирующих из лакированных покрытий, допустимые количества миграции и др.).

I. ГИГИЕНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К ЛАКИРОВАННОЙ КОНСЕРВНОЙ ТАРЕ.

I.1. Консервные банки должны быть покрыты ровным слоем лака или эмали, без трещин и царапин.

I.2. Покрытие должно обладать высокими физико-механическими показателями, химической и термической стойкостью, не отслаиваться и не изменять внешнего вида при действии модельных сред в водной пленке стерилизации. Лаковое покрытие должно соответствовать нормативно-технической документации (ГОСТы, ОСТы, ТУ и др.).

*) С введением настоящих санитарных правил ранее действующие "Методические указания по гигиенической оценке лакированной консервной тары" №2622-82 от 23.03.82 г., п.3 примечания по стр.17 и п."д" по стр.18 "Инструкции по санитарно-химическому исследованию изделий, изготовленных из полимерных и др. синтетических материалов, предназначенных для контакта с пищевыми продуктами" № 830-71, теряют силу.

1.3. Лакированные поверхности не должны сообщать водным вытяжкам постороннего запаха и привкуса интенсивностью более 1,0 балла.

1.4. Из лакированных консервных банок не должны выделяться в контактируемые модельные среды химические вещества в количествах, превышающих ЦОМ.

1.5. Продольный шов сборных консервных банок должен быть выполнен в виде "замка" и запаки припоем, разрешенным Главным санитарно-эпидемиологическим управлением Минздрава СССР.

1.6. Лакированная консервная тара может быть использована по назначению в том случае, если имеется разрешение МЗ СССР.

2. ПОРЯДОК НАПРАВЛЕНИЯ ОБРАЗЦОВ НА ИССЛЕДОВАНИЕ

2.1. Гигиеническая оценка консервных банок, покрытых новыми лаками или эмалями, проводится научно-исследовательскими институтами и кафедрами гигиенического профиля по поручению Главного санитарно-эпидемиологического управления Минздрава СССР.

2.2. Для гигиенических исследований представляют не менее 50 образцов лакированной консервной тары с указанием: характеристики материала (жесть белая, хромированная, алюминий и др.) из которого изготовлены банки; рецептуры покрытия, ГОСТов на них, а также описание технологии его нанесения и сушки; ассортимента пищевых продуктов, предназначенных для затаривания с указанием их pH, состава, параметров и длительности тепловой обработки, условий хранения; сведений о дегустации консервов, выдержанных в консервных банках в течение 1 и 2 лет.

В сопроводительном письме, направленном в лабораторию института должны быть указаны: дата выпуска банок, № партии и результаты технологических испытаний лакированной тары, выполненные в заводской лаборатории.

2.3. Каждая партия лакированных консервных банок или лакированной листовой жести, поступающая на консервный завод, должна сопровождаться сертификатом, в котором указано: название лака или эмали, состав их, рецептура с точным названием химических ингредиентов, а также ГОСТов, ОСТов, ТУ на них, дата и номер разрешения, выданного Главным санитарно-эпидемиологическим управлением Минздрава СССР на применение лака или эмали.

2.4. Санитарно-эпидемиологические станции, на территории обслуживания которых располагаются предприятия, изготавливающие банки, осуществляют выборочный контроль за качеством выпускаемой продукции в соответствии с данными "Методических указаний по гигиенической оценке лакированной консервной тары".

Для исследования СЭС отбирает не менее 20 свежизготовленных банок и составляет акт вземки проб, в котором приводятся сведения о рецептуре, технологии нанесения и сушки покрытия и др. сведения.

3. ПОДГОТОВКА ОБРАЗЦОВ К ИССЛЕДОВАНИЮ

образцы

3.1. Перед исследованием консервной тары промывают мыльным раствором, тщательно несколько раз ополаскивают теплой (40-45°) проточной водопроводной и дистиллированной водой, опорожняют на фильтровальную бумагу до полного удаления воды.

3.2. Висушенные банки заполняют модельными средами, нагретыми до кипения. Обязательной модельной средой является дистилли-

роваемая вода. Для имитации разнообразных консервов используют модельные растворы, перечень которых изложен в приложении I.

3.3. Неполноценные до краев банки накрывают лакированными крышками, герметизируют при помощи специального ключа или устройства, стерилизуют. Режим стерилизации приведен в приложении I.

3.4. В лабораториях санитарных станций и заводских лабораториях банки извлекают из автоклава, переносят в сушильный шкаф и выдерживают 24 часа при $T = 40^{\circ}\text{C}$, потом их охлаждают и вскрывают.

3.5. В научно-исследовательских институтах банки извлекают из автоклава, выдерживают 10 суток при $T = 40^{\circ}\text{C}$, потом их вскрывают.

3.6. Содержимое банок извлекают в прозрачные стеклянные, плотно закрываемые одинаковые по форме и объему сосуды и приступают к органолептическим и санитарно-химическим исследованиям.

4. ПОРЯДОК И ОБЪЕМ ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ

4.1. Исследования начинают с визуального осмотра банок. Обращают внимание на состояние лакового покрытия до и после контакта с модельными средами. При наличии отторжения лака и появлении коррозии дальнейшие исследования не проводят, образец считается неудовлетворительным в гигиеническом отношении.

4.2. При органолептических исследованиях определяют интенсивность запаха и привкуса, отмечают наличие осадка, мути и цвет. Органолептические исследования водных вытяжек проводят методом закрытой дегустации при участии не менее 5 человек.

В дегустации могут участвовать только лица, которые часто употребляют пиво, воду и напитки.

редоленный, посторонний и др. и вносят в дегустационную карту (приложение 2).

Интенсивности привкуса и запаха выражают в баллах (приложение 3). Для определения постороннего запаха и привкуса берут 4 колбы с притертыми пробками, одинаковые по форме и объему. В три сосуда вносят по 50 мл контрольной воды, в четвертый — такое же количество воды впитки. Каждый дегустатор открыто знакомится с запахом и вкусом контрольной пробы. При легком встряхивании колбы дегустатор делает глубокий вдох воздуха из нее и определяет запах. Для определения привкуса 10-15 мл контрольной пробы дегустатор набирает в рот, не проглатывая несколько секунд держит, затем выплевывает.

После этого перед дегустатором ставят три колбы с двумя контрольными и одной пробой, которые не расшифрованы и проводятся закрытая дегустация.

Из всех полученных результатов определения запаха и привкуса выводится среднее арифметическое значение, выраженное целым числом и его десятая доля.

При малой величине интенсивности более 1,0 балла образцы выбрасывают по высшему гигиеническому требованию. Дальнейшие исследования прекращаются.

5. АНАЛИЗНЫЕ НАМЕРЕНИЯ МОДЕЛЬНЫХ СРЕД.

5.1. В модельных средах, находившихся в контакте с внутренней поверхностью лакированной консервной тары, следует определить токсические химические вещества, входящие в состав рецептуры покрытия.

5.2. Витяжки из консервных балок, покрытых эпоксифенольным

лаками и эмалью подлежат исследованию на наличие эпихлоргидрина, формальдегида, фенола, дифенилолпропана, свинца, дихлоргидрина глицерина.

5.3. Вытяжки из консервных банок, покрытых фенольно-масляными лаками подлежат исследованию на содержание в них фенола, формальдегида и свинца.

5.4. Вытяжки из консервных банок, покрытых белковоустойчивыми эмалями, содержащими цинковую пасту, подлежат исследованию на наличие в них эпихлоргидрина, формальдегида, дифенилолпропана, свинца, цинка, дихлоргидрина глицерина.

5.5. Вытяжки из консервных банок, покрытых масляно-смоляными лаками с добавлением окиси цинка следует анализировать на наличие ионов цинка и свинца.

Основные методы определения химических веществ приведены ниже.

6. ОЦЕНКА ПОЛУЧЕННЫХ ДАННЫХ И ВЫДАЧА ЗАКЛЮЧЕНИЯ

6.1. При гигиенической оценке образцов консервной тары учитывают весь комплекс проведенных исследований: органолептических, санитарно-химических и токсикологических.

6.2. Если окажется, что образцы лакированной консервной тары не изменились под действием модельных сред, а запах и привкус модельных растворов в среднем не выше 1,0 балла и содержание в них химических веществ не превышает допустимых количеств миграции (ДМ), образцы признаются удовлетворительными в гигиеническом отношении и выдается заключение о возможности эксплуатации банок.

6.3. В случае, если лак или эмаль отторгается или трескается под действием модельных растворов или модельные растворы при-

обретают окраску, запах и привкус, интенсивность которых выше 1,0 балла или содержание химических веществ в них превышает ДММ в мг/л, образцы лакированной тары признаются неудовлетворительными в гигиеническом отношении и не рекомендуются для затаривания консервов.

Таблица
Документные количества миграции (ДММ) веществ
выделяющихся из лаков и эмалей в модельные среды

Наименование химического вещества	ДММ мг/л
Дифенилолпропан	0,01
Фенол	0,05
Формальдегид	0,1
Эпихлоргидрин из лакированных банок, предназначенных для выпуска консервов для взрослого населения	0,1
Эпихлоргидрин из лакированных банок или крышек, предназначенных для выпуска консервов для детей	0,01
Цинк	не допускается
Свинец	не допускается
Хлор- и дихлоргидрин глицерина из лакированных банок, предназначенных для выпуска консервов для взрослого населения	0,25
Хлор- и дихлоргидрин глицерина из лакированных банок, предназначенных для выпуска консервов для детей	0,1
Алюминий	0,5

7. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХИМИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ

7.1. Определение дифенилолпропана и фенола.

Метод основан на экстракции препаратов органическим растворителем из модельных сред, с последующим хроматографированием на пластинках "Силуфол".

Чувствительность определения - 0,001 мг/л.

Р е а к т и в ы и р а с т в о р ы .

1. Этиловый эфир для наркоза.
2. Этиловый эфир уксусной кислоты х.ч. ГХХТ 22500-76
3. Бензол х.ч. ГОСТ 5955-75
4. N-нитроанилин х.ч. ТУ 6-09-258-77
5. Натрий азотистокислый х.ч. ГОСТ 4236-77
6. Натрий сернокислый 6/в х.ч. ГОСТ 4166-76
7. Соляная кислота х.ч. ГОСТ 3118-77
8. Пластины для хроматографии "Силуфол" или "Силуфол -254"
9. Фенол ч.д.а. ГОСТ 6417-72
10. Дифенилолпропан ч. МРТУ 6-09-7-62
11. Натрий едкий х.ч. ГОСТ 4320-77

12. Проявляющий реактив (смесь двух реактивов: а, 0,1 г N-нитроанилина растворяют в 0,5 мл 25% соляной кислоты и доводят до 100 мл дистиллированной водой; б, 5% водный раствор нитрита натрия). Перед проявлением оба раствора смешивают в соотношении 10 (а) : 1 (б).

13. Основной стандартный раствор дифенилолпропана с содержанием 0,1 мг/мл готовят растворением 0,01 г дифенилолпропана (если нужно, перекристаллизованного) в мерной колбе емкостью 100 мл в хлороформе.

Рабочий стандартный раствор с содержанием 10 мкг дифенилолпропана в 1 мл готовят разбавлением основного раствора в 10 раз хлороформом.

14. Основной стандартный раствор фенола. В мерную колбу емкостью 50 мл наливают 10-15 мл хлороформа, взвешивают на аналитических весах, затем вносят кристаллик свежеперегнанного фенола, взвешивают вторично и доводят объем до метки хлороформом.

Вчисляют содержание фенола в I мл раствора. Рабочий стандартный раствор с содержанием 10 мкг фенола в I мл готовят соответствующим разбавлением основного раствора хлороформом.

Перекристаллизация дифенилолпропана. Дифенилолпропан растворяют 1 : 1 в 70% уксусной кислоте, нагревают до 65°C, данную температуру поддерживают при нагревании в водяной бане. Далее раствор охлаждают в течение часа в ледяной бане, имеющей температуру около 10-12°C. Выпавший кристаллический осадок отделяют фильтрованием через стеклянный фильтр № 3 или ПОР 100, промывают небольшими количествами холодной дистиллированной воды, снова растворяют осадок в 70% уксусной кислоте и проводят пересаживание как указано выше. Полученный осадок отделяют фильтрованием через стеклянный фильтр № 3 или ПОР 100, промывают холодной дистиллированной водой до нейтральной реакции промывных вод, высушивают в сушильном шкафу при температуре 70°C в течение суток.

Перегонка фенола, 5-7 г фенола помещают в колбу Вюрца емкостью 50 мл, снабженную термометром и прямым воздушным холодильником, конец которого опущен в приемник.

Колбу Вюрца, обернутую асбестовым полотном, осторожно нагревают на асбестовой сетке и собирают в приемник фракцию фенола, кипящую при 181°C, предварительно отбросив первые 8-10 капель отгона.

Свежеперегнанный фенол следует сохранять в плотнозакупоренной посуде, в защищенном от света месте.

Х о д о п р е д е л е н и я .

100 мл исследуемого раствора помещают в делительную воронку и экстрагируют трижды 20 мл этилового эфира. Объединенный

экстракт высушивают, пропуская через воронку с безводным сернистым натрием и отгоняют эфир на водяной бане в приборе для отгона растворителя до объема не более 0,3-0,4 мл. Также поступают с контролем модельной среды.

Упаренный экстракт с помощью шприца или пипетки переносят на пластинку с тонким слоем сорбента в точку на расстоянии 1,5 см от нижнего края пластинки. Рядом, на расстоянии 1,5 см от нижнего края пластинки и на расстоянии 2 см. от первой точки наносят экстракт контроля среды. Слева и справа от проб опыта и контроля наносят стандартные растворы компонентов, входящих в состав исследуемого материала. Пластинку помещают в хроматографический состав, заполненный системой растворителей - бензол - этил - ацетат 9:1 так, чтобы она погружалась в растворитель не более, чем на 1 см. Фронт системы растворителей поднимает по слою сорбента на высоту 15-16 см. После этого пластинку высушивают на воздухе до отсутствия запаха растворителей и опрыскивают проявляющим реактивом.

При обработке пластинки проявляющим реактивом анализируемые вещества проявляются в виде желтых пятен с величиной R_f для дифенилпропана 0,33 \pm 0,05, фенола 0,60 \pm 0,05.

Для количественной оценки пластинку дополнительно помещают в камеру с аммиаком. Пятна при этом приобретают окраску от светло-розового до лилово-красного цвета.

Концентрацию анализируемых веществ устанавливают путем визуального сравнения интенсивности окраски и размера пятна от исследуемого раствора с интенсивностью окраски и размером от стандартных растворов фенола и дифенилпропана, полученных одновременно на одной и той же пластинке с исследуемым раствором.

Расчет количественного содержания производят по формуле:

$$X = \frac{A}{B} \quad , \text{ где}$$

X – определяемое содержание вещества мг/л;

A – экспериментально найденное содержание препарата в пробе путем визуального сравнения ,мкг;

B – объем вытяжки, взятой для исследования, мл.

Прямая зависимость концентрации фенола и дифенилолпропана от диаметра и интенсивности окрашивания пятна наблюдается при их содержании в экстракте до 10 мкг.

7.2. Определение ионов свинца и цинка.

7.2.1. Качественная реакция

Для качественного определения ионов цинка и свинца можно пользоваться дитизоном. Минимально определяемое количество цинка – 0,01 мг/л, свинца – 0,04 мг/л.

300 мл вытяжки при pH 8,5–10 всгряхивают с 5 мл 0,002% раствором дитизона в хлороформе.

При наличии ионов цинка и свинца раствор становится красного цвета, что связано с образованием комплексного соединения.

7.2.7. Количественная реакция.

Количество ионов цинка и свинца определяют с дитилдитиокарбамидом натрия.

С у щ н о с т ь м е т о д а

Метод основан на образовании комплекса ионов цинка и свинца

с диэтилдитиокарбаминатом натрия, экстракции образовавшегося комплекса хлороформом и хроматографическом определении на пластинках "Силуфол". Чувствительность метода: для цинка - 0,005мг/л, для свинца - 0,01 мг/л.

Р е а к т и в ы и р а с т в о р ы

1. Хлороформ, ГОСТ 20015-74.
2. Диэтилкарбаминат натрия, 1% водный раствор.
3. Тoluол ,ГCCT 5789-78.
4. Бензол, ГОСТ 5955-68
5. Буферный раствор: 35 г хлористого аммония растворяют в 285 мл 25% аммиака.
6. Аммиак, 25% раствор, ГОСТ 3760-75
7. Натрий сернокислый безводный,ГОСТ 4166-76
8. Дитизон в хлороформе, 0,002 - 0,005% раствор.
9. Стандартные хроматографические пластинки "Силуфол",лучше без добавки
10. Делительные воронки, 500-1000 мл.
11. Прибор для отгонки растворителя.
12. Камера для хроматографирования.
13. Пульверизатор.
14. Камера с аммиаком.
15. Микропипетки для нанесения проб.
16. Стандартные растворы цинка и свинца.

0,1 г чистого металлического цинка растворяют в пробирке в 2 мл HCl (1:1), количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят до метки дистиллированной водой. Количество цинка - 1(10) мкг/мл.

0,160 г нитрата свинца $Pb(NO_3)_2$, высушенного до постоянного веса при температуре 100–105°C, растворяют в мерной колбе, вместимостью 100 мл, дистиллированной водой, подкисленной 0,5 мл азотной кислоты (1:5). Количество свинца – 1000 мкг/мл.

Х о д о п р е д е л е н и я .

В делительные воронки отбирают 50–500 мл пробы в зависимости от качественной реакции. С помощью буфера доводят pH 8,5–9. К пробе добавляют 0,5–1 мл 1% раствора диэтилдитиокарбаммата натрия. Затем экстрагируют хлороформом три раза по 25–30 мл в течение 3–5 минут. Объединенные экстракты пропускают через безводный сульфат натрия и упаривают до объема 0,2–0,3 мл. Хлороформ пробу количественно переносят в черную пробирку на 5–10 мл и доводят упариванием общий объем до 0,4 мл.

На хроматографическую пластинку в одну точку наносят 0,1 мл, в другую – 0,3 мл хлороформенного экстракта. Рядом с пробой наносят хлороформенные экстракты стандартных растворов, упаренные до 0,2 мл. Таких точек делают три–четыре с различным содержанием ионов цинка и свинца.

Хроматографирование проводят в камере, заполненной смесью растворителей: толуол или бензол и хлороформ в соотношении 2:1. Пластинку сушат 5–7 минут в сушильном шкафу при температуре 100–120°C.

Детектирование веществ на пластине проводят раствором диализона в хлороформе. Ионы цинка проявляются в виде розовых пятен $R_f = 0,70 \pm 0,06$. Пластинку помещают в камеру с адманом. Ионы свинца проявляются в виде розово-малиновых пятен на светлом фоне с $R_f = 0,55 \pm 0,05$.

Количество ионов цинка и свинца можно определять и по количеству поглощения при длине волны 285 нм. Для этого используют стандартные растворы цинка и свинца.

стандартных растворах в зависимости площади пятна от концентрации.

Расчет содержания свинца и цинка в пробах проводят по формуле:

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

A - количество свинца или цинка, обнаруженное на пластине.

B - объем пробы, взятой для анализа.

7.3. Определение формальдегида методом тонкослойной хроматографии

Метод основан на взаимодействии формальдегида с димедоном, экстракции продукта взаимодействия (формальдимедона) хлороформом из водных вытяжек и модельных сред, последующим его хроматографированием на пластинках "Силуфол".

Открываемый минимум - 0,05 мкг формальдегида.

Полнота определения - 95%

Зависимость "окраска и размер пятна" наблюдается в интервале 0,05-1 мкг формальдегида в пробе, что соответствует 0,5-10 мкг формальдимедона на пластинке.

Веществ, мешающих определению не установлено.

Р е а к т и в ы и р а с т в о р ы .

1. Хлороформ х.ч. ТУ 6-09-4263-76
2. Димедон ТУ 6-09-4690-78
3. Стандартный раствор димедона в спирте 200 мкг/мл
4. Стандартный раствор формальдегида в хлороформе 100 мкг/мл
5. Дистиллированная вода
6. Проявляющий раствор: 0,5% йода в хлороформе
7. Натрий сернокислый безводный чда ГОСТ 4156-76

8. Спирт этиловый ректификат ГОСТ 5962-67

9. 5% раствор NaOH в воде.

П о л у ч е н и е ф о р м а л ь д и м е д о н а

К 10 мл 30% водного раствора формальдегида (0,1 моля) при перемешивании прибавляют 100 мл спиртового раствора димедона (31 г - 0,22 моля димедона в 100 мл этилового спирта). Полученную смесь нагревают на кипящей водяной бане с обратным холодильником в течение 35-40 минут. Нагревание уменьшают и оставляют охлаждаться на воздухе до 20-25°C. Выпавший осадок формальдимедона отфильтровывают на воронке Бюхнера, или на воронке с пористым фильтром, промывают дистиллированной водой (2 раза по 10 мл) и сушат на воздухе в чашке Петри.

С целью получения дополнительного количества формальдимедона следует упарить фильтрат до начала выпадения кристаллического осадка, охладить до комнатной температуры и отфильтровать выпавшие кристаллы формальдимедона.

Полученный осадок формальдимедона перекристаллизовывают. Для этого в коническую колбочку помещают 10-15 мл диметилформаида, нагревают до 100° и постепенно прибавляют осадок формальдимедона. Полученную смесь нагревают до кипения. При наличии нерастворившегося осадка прибавляют несколько миллилитров диметилформаида до полного растворения осадка. Полученный раствор охлаждают на воздухе до 20-25°C. Выпавший осадок формальдимедона отсасывают на воронке Бюхнера и промывают этиловым спиртом 2 раза по 5 мл. Осадок сушат на воздухе до постоянного веса Т.пл. 184-186°C. При отсутствии диметилформаида осадок формальдимедона можно перекристаллизовать из этилового спирта. Для перекристаллизации требуется гораздо большее количество спирта, чем диметилформаида.

При необходимости количество реагентов может быть увеличено в соответствии с вышеприведенной методикой.

Оборудование и посуда

I. Пластинки для хроматографии :

а) "Силуфол" или "Силуфол V -254"

б) силикагель-крахмал (40 г тщательно протертого и просеянного силикагеля и 1 г крахмала смешивают с 125 мл дистиллированной воды. Смесь растирают до получения сметанообразной массы и равномерно наносят на сухую поверхность пластинок для хроматографирования. Из указанного выше количества сорбционной массы может быть приготовлено 10-15 пластинок).

2. Весы аналитические

3. Колбы мерные на 25 мл

4. Воронки химические

5. Делительные воронки на 250 мл

6. Камера для хроматографирования (цилиндрический сосуд диаметром 15 см, высотой 20 см, с притертой крышкой, ГОСТ 1065-63)

7. Градуированные пипетки с ценой деления 0,01 мл и емкостью 0,1 мл.

8. Пульверизаторы стеклянные

9. Камера для опрыскивания пластинок (стеклянный колпак диаметром 20 см, высотой 25 см (ТУ 30-6192-62)

10. Баны водные ТУ 64-1-2850-76

11. Холодильник Либиха ГОСТ 9499-69

12. Мерные цилиндры емкостью 25 мл и 100 мл

13. Круглодонные или конические колбы на 250 мл на штифтах ГОСТ 1039-63.

14. Колбы конические грушевидные для упаривания растворителей на 50 мл.

У о д о п р е д е л е н и я

1. Проведение реакции.

К 100 мл водной вытяжки прибавляют 1 мл спиртового раствора димедона (концентрации 200 мкг/мл). Нагревают 10 минут на кипящей водяной бане с обратным холодильником. Охлаждают и экстрагируют хлороформом.

2. Экстракция препарата из вытяжки.

100 мл вытяжки (после проведения реакции) встряхивают в делительной воронке в течение 5 минут с 15 мл хлороформа. Экстракцию повторяют еще раз. Хлороформенные экстракты объединяют, пропускают через фильтр с безводным сульфатом натрия и упаривают на водяной бане до объема 0,1-0,2 мл.

3. Хроматографирование.

Содержимое колбы после отгонки растворителя при помощи градуированной пипетки наносят на хроматографическую пластинку. Пробу наносят на одну точку на середину пластинки на расстоянии 1,5 см от ее нижнего края. Нанесение проводится таким образом, чтобы диаметр высушенного пятна не превышал 1 см. Справа и слева от точки на расстоянии не менее 1 см наносят растворы "свидетелей" — стандартные растворы определяемого препарата. Пластинку с нанесенными пробами помещают в камеру для хроматографирования, в которую заливают растворитель-хлороформ. Высота слоя растворителя на дне камеры не должна превышать 0,5 см. После подъема растворителя пластинку вынимают из камеры и отсчитывают линию, до которой поднялся растворитель, сушат на воздухе до полного исчезновения запаха растворителя.

В качестве элюента может быть использована смесь растворителей: гексан — этилацетат в соотношении 4:1, формальдиме-

дона в этой системе равно $0,55 \pm 0,03$.

Для обнаружения препарата пластинку опрыскивают 0,5% раствором йода в хлороформе, формальдимедон обнаруживается на пластинках в виде желто-коричневых пятен на белом фоне. Количественное определение препарата производится путем визуального сравнения размера и интенсивности окраски пятен определяемого вещества в пробе с интенсивностью окраски пятен и размером стандартов. Идентификацию препарата осуществляют по величине k_c пятен, равное $0,48 \pm 0,02$.

При отсутствии формальдимедона к 100 мл дистиллированной воды прибавляют 1 мл водного раствора формальдегида, содержащего 0,5 мкг, и проводят все операции, как при проведении определения формальдегида в водных вытяжках. Аналогичным образом получают "свидетель" с содержанием 1 мкг формальдегида в 100 мл воды. Для контроля выполняют те же операции, но используя чистые продукты.

Формула для расчета:

$$P = \frac{C_1 - C_2}{V \cdot 9,7} \quad \text{мг/л, где}$$

C_1 - количество формальдимедона в исследуемом растворе, мкг;

C_2 - количество формальдимедона в контрольном растворе, мкг;

V - объем раствора, взятого для анализа, мл;

9,7 - фактор пересчета от формальдимедона к формальдегиду;

P - содержание формальдегида, мг/л.

Экстракция и хроматографирование вытяжек из модельных сред.

Экстракция и хроматографирование вытяжек из модельных сред проводится аналогично экстракции и хроматографированию водных

вытяжек.

При работе со следующими средами:

0,5% лимонная кислота, 1% лимонная кислота, 0,5% уксусная + 2% NaCl , необходимо перед проведением реакции с димедоном, небольшим количеством 3–5% NaOH довести среду до нейтральной.

При работе со спиртовыми вытяжками необходимо отогнать весь спирт, так как спирт мешает проведению экстракции.

В случае 10% спиртовой вытяжки надо отогнать 10 мл из 100 мл вытяжки и объем оставшейся вытяжки доводят дистиллированной водой до 100 мл, в случае 20% вытяжки – отгоняют 20 мл.

Так же анализируют 40, 60 и 96% спиртовые вытяжки.

7.4. Газо-хроматографический метод определения эпихлоргидрина.

Водные и лимоннокислые вытяжки из консервной тары целесообразно предварительно анализировать на содержание эпихлоргидрина (ЭХГ) колориметрическим методом. При наличии определенных количества следует применить избирательный газо-хроматографический метод определения ЭХГ или дихлоргидрина глицерина для модельных сред.

7.4.1. Принцип метода

Метод основан на реакционно-хроматографическом определении эпихлоргидрина (ЭХГ). Это достигается путем раскрытия эпоксидного кольца ЭХГ соляной кислотой в присутствии хлористого натрия, дальнейшим извлечением продукта реакции (1,3-дихлоргидрина глицерина) из водной вытяжки диэтиловым эфиром, концентрированием полученных экстрактов и определением 1,3-дихлоргидрина глицери-

на на газо-жидкостном хроматографе с пламенно-ионизационным детектором.

Чувствительность метода 0,01 мг/л или $1 \cdot 10^{-6}\%$ ЭПХГ.
Минимально детектируемое количество 1,3-дихлоргидрина глицерина $4 \cdot 10^{-6}$ мг.

Р е а к т и в ы и р а с т в о р ы

1. Диэтиловый эфир для наркоза.
2. Соляная кислота, ч. ГОСТ 3118-77.
3. Хлористый натрий, х.ч. ГОСТ 4233-77.
4. Стандартный раствор ЭПХГ в эфире.
5. Дистиллированная вода.
6. Натрий сернистый безводный, ч.д.а. ГОСТ 4166-76.

Приготовление стандартного раствора ЭПХГ.

В пикнометр, закрывающийся притертой пробкой, емкостью 25 мл вносят 15-20 мл эфира, взвешивают с точностью до 0,0002 г. После прибавления 1-2 капель ЭПХГ, пикнометр снова взвешивают и доводят объем растворителем до метки. Концентрацию (мг/мл) находят путем деления разности двух взвешиваний на объем пикнометра. Для работы проводят дальнейшее разбавление. Стандарты следует хранить в холодильнике.

П р и б о р ы и п о с у д а .

1. Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором
2. Микропипет МШ-10
3. Весы аналитические
4. Весы химические
5. Колбы конические емкостью 1000 мл, МШ

6. Делительные воронки емкостью 500 мл
7. Шариковый холодильник
8. Колбы конические емкостью 100 мл
9. Колбы для упаривания
10. Плитки электрические
11. Бани водяные
12. Градуированные пипетки ценой деления 0,1 мл, емкостью 1 мл
13. Азот особой чистоты, ГОСТ 9293-59
14. Водород технический, марки А, ГОСТ 3022-61
15. Воздух сжатый или подаваемый компрессором с устройством для его обезвоживания.

Условия хроматографирования эпихлоргидрина.

Определение ведут на хроматографе с пламенно-ионизационным детектором. Колонка длиной 200 см, внутренним диаметром 0,3 см. Неподвижная фаза 15%, карбовакс 20 М
 Твердый носитель *chromosorb W* (0,147-0,175 мм)
 Температура колонки 80°
 Температура испарителя 150°
 Скорость азота 35 мл/мин
 В этих условиях время удерживания ЭПХГ 9'31"
 Чувствительность усилителя $2 \cdot 10^{-11}$ а

Условия хроматографирования 1,3-дихлоргидрина глицерина

ДКолонка длиной 120 см, внутренним диаметром 0,3 см
 Неподвижная фаза - 15% , карбовакс 20 М
 Твердый носитель *chromosorb W* (0,147-0,175 мм)
 Температура колонки 150°
 Температура испарителя 160°

Скорость аэота 35 мл/мин

В этих условиях время удерживания 1,3-дихлоргидрина глицерина 6'04"

О п и с а н и е о п р е д е л е н и я

Для проведения анализа готовят стандартные растворы, содержащие по 4,3,2,1 мкг/мл ЭПХГ.

В 200 мл дистиллированной воды вносят 1 мл стандартного раствора. Прибавляют 5 мл соляной кислоты, 25 г хлористого натрия, кипятят в колбе, снабженной шариковым холодильником, 60 мин. После охлаждения продукт реакции, 1,3-дихлоргидрин глицерина, трижды экстрагируют диэтиловым эфиром (30,15,15 мл) в течение 10 минут каждый раз. Экстракты объединяют и прибавляют безводный натрий сернистый для удаления остатков влаги, упаривают на водяной бане (50°) до объема 0,2 мл. 2 мл полученного концентрата вводят в хроматограф микрошприцом, предварительно промыв диэтиловым эфиром.

Для определения ЭПХГ в водных вытяжках поступают также, как и при построении калибровочной кривой.

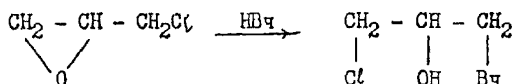
Содержание ЭПХГ определяют по калибровочной кривой. Для достоверности результатов делают 2 параллельных опыта. В случае расхождения - сделать третий.

7.4.2. Эпихлоргидрин определяют и с детектором постоянной скорости рекомбинации (ДПР)^х

Принцип метода. Метод основан на реакционно- хроматографическом определении и достигается путем раскрытия эпоксидного кольца ЭПГ бромистоводородной кислотой в присутствии бромистого калия, дальнейшего извлечения продукта реакции - 1,3-хлорбром-

х) - данным методом могут быть проанализированы все вытяжки на содержание ЭПХГ

гидрина глицерина (ХВЧГ) из водной вытяжки диэтиловым эфиром, концентрирования полученных экстрактов и газо-хроматографического определения продукта на колонке с карбоваксом 20 М с применением детектора постоянной скорости рекомбинации. Можно использовать и полиэтиленгликольадипат в качестве жидкой фазы.



Получение бром-производного позволяет вести определение на детекторе постоянной скорости рекомбинации, что повышает чувствительность метода. Идентификацию проводят сравнением времени удерживания полученного продукта с временем удерживания стандартного раствора ХВЧГ. Рабочая шкала усилителя ИМТ $10 \cdot 10^{-12}$ а, скорость диаграммной ленты потенциометра 200 мм/ч.

Метрологическая характеристика метода.

Предел обнаружения $1 \cdot 10^{-3}$ мг/л ЭХГ. Минимально детектируемое количество ХВЧГ $2,5 \cdot 10^{-6}$ мг.

Стандартное отклонение $0,094 \cdot 10^{-3}$

Доверительные границы $1 \cdot 10^{-3} + 0,087 \cdot 10^{-3}$

Относительная ошибка 8,7%

Избирательность метода.

Определению не мешают: фенол, дифенилолпропан, бутиловый эфир метакриловой кислоты, 2,6 и 2,4-толуилendiамин, формальдегид.

Реактивы и посуда

1. Диэтиловый эфир для наркоза, ГОСТ 6262-79 (звездоперегнанный)
2. Бромистоводородная кислота, ГОСТ 4160-77, л.ч.

3. Калий бромистый, х.ч., ГОСТ 4160-74
4. Стандартный раствор ЭХГ в спирте (100 мкг/мл, годен до I мес.)
5. Стандартный раствор ХВЧГ в эфире (100 мкг/мл, годен I мес.)
6. Дистиллированная вода, ТУ 6-09-2502-72
7. Натрий сернокислый, ч.д.а., ГОСТ 4166-76

П р и б о р ы и п о с у д а

- I. Хроматограф с детектором постоянной скорости рекомбинации
2. Микрошприц МШ-10
3. Весы аналитические, ВЛА-200м
4. Весы химические, ВЛК 500 г/10
5. Колбы плоскодонные емкостью 500 мл, НШ, 100 мл, ГОСТ 10394-72
6. Делительные воронки емкостью 500 мл, ГОСТ 8613-75
7. Колбы для упаривания грушевидные с оттянутым дном (I)
8. Бани водяные, ТУ-64-I-2850-76
9. Мерные пипетки, ГОСТ 1770-74
10. Азот особой чистоты, ГОСТ 9293-74
- II. Воздух сжатый или подаваемый компрессором с устройством для его обезвоживания

П о д г о т о в к а к о п р е д е л е н и ю .

Вытяжки для анализа готовят в соответствии с "Методическими указаниями".

Приготовление стандартных растворов ЭХГ, (ХВЧГ)

В пикнометр, закрывающийся притертой пробкой, емкостью 25 мл, вносят 15-20 мл спирта, взвешивают с точностью до 0,0002 г. После прибавления 1-2 капель ЭХГ, (ХВЧГ) пикнометр снова взвешивают и доводит объем растворителя до метки. Концентрацию (мг/мл) находят

дят путем деления разности двух взвешиваний на объем пикнометра. Для работы проводят дальнейшее разбавление. Стандартные растворы хранят в пикнсиметрах с притрифованными пробками на холоду (4-6°).

П р о в е д е н и е о п р е д е л е н и я .

Хроматографирование и построение калибровочного графика.

На одно определение берут 200 мл вытяжки, помещают в коническую колбу с притертой пробкой. Прибавляют 50 г броматого калия (КВч), 1 мл бромистоводородной кислоты (НВч), выдерживают при комнатной температуре (20-24°) 30 мин. Продукт реакции - ХВчГ - экстрагируют трижды диэтиловым эфиром (30,15,15 мл) по 10 минут каждый раз. Экстракты объединяют, нейтрализуют 5% раствором бикарбоната натрия до pH 7, прибавляют безводный сульфат натрия для удаления остатков влаги, упаривают на водяной бане (38-42°) до объема 0,2 мл; 5 мкл полученного концентрата вводят в хроматограф микрошприцом, предварительно промытым диэтиловым эфиром при чувствительности усилителя $20 \cdot 10^{-12}$. Условия хроматографирования приведены в таблице I.

Для определения времени удерживания продукта реакции при отсутствии стандартного раствора ХВчГ, в 200 мл воды вносят спиртовый раствор 100 мкг и проводят определения по выше описанной схеме. После выхода растворителя регистрируют максимальный пик, соответствующий ХВчГ при чувствительности усилителя $100 \cdot 10^{-12}$, время выхода которого является ориентиром при определении.

Для построения калибровочного графика готовят стандартные растворы, содержащие 1,2,3 мкг/мл ЭХГ, в 200 мл дистиллированной воды, вносят 1 мл стандартного раствора, при этом концентрация ЭХГ в водном растворе составит соответственно 0,005; 0,010; 0,015 мг/л. Прибавляют 50 г КВч, 1 мл НВч, выдерживают при ком-

Таблица I.

Условия газо-хроматографического анализа ИВЧГ

Характеристика хроматографической колонки	T колонки	T испарителя	T детектора	Скорость прохождения азота через колонку, мл/мин	Время удерживания	Число теоретических тарелок	Высота эквивалентной теоретической тарелки мм
200 x 0,3 см карбовакс 20 М 15% на хроматон-У АУ(0,125-0,160)	160	180	210	100	9'52''	710	2,7
200 x 0,3 см полиэтилен-гликоль-диглицилат 10% на хромосорбе У(0,147-0,174)	140	160	190	120	8'20''	576	3,5

натной температуре 30 мин. Дальнейшие операции проводят как описано выше (2.4.1.). На основании полученных данных строят калибровочный график зависимости пика от концентрации ЭХГ в растворе.

Обработка результатов.

Содержание ЭХГ в анализируемом объеме (мг/л) находят либо по предварительно построенному графику, либо по формуле:

$$X = \frac{H}{K}, \text{ мг/л}$$

где H - высота хроматографического пика

K - калибровочный коэффициент, рассчитанный для серии контрольных опытов на 5-6 анализов по формуле:

$$K = \frac{I}{\mu} \times \left(\frac{H_1}{C_1} + \frac{H_2}{C_2} + \frac{H_n}{C_n} \right) \frac{\text{мм}}{\text{мг/мл}}$$

H_1 - высота пика в контрольном опыте

C_1 - концентрация водного раствора ЭХГ в контрольном опыте, мг/л

7.4.3. Газо-хроматографическое определение продукта превращения ЭХГ в модельной среде, имитирующей маринады, овощные и рыбные консервы.

Модельная среда, имитирующая маринады, овощи и рыбные консервы состоит из водного раствора, содержащего 5% уксусной кислоты и 2% поваренной соли.

При контакте лакированной консервной тары с этой средой в течение 24 часов при 20° или при 100° в течение 30 минут эпи-

хлоргидрин полностью превращается в 1,3-дихлоргидрин глицерина. Поэтому нет необходимости проводить предварительную подготовку пробы для анализа. Анализ осуществляется по описанию (стр.24), начиная с экстракции эфиром, упаривания экстрактов и хроматографирования.

7.4.3.1. Х о д о п р е д е л е н и я .

К 200 мл анализируемого раствора прибавляют 30 г хлористого натрия, хорошо перемешивают и нейтрализуют 5%-ным раствором бикарбоната натрия до pH = 7. Дальнейший ход определения по 7.4.1. (стр.24).

7.4.3.2. О б р а б о т к а р е з у л ь т а т о в .

Содержание дихлоргидрина глицерина в анализируемом объекте (мг/л) находят по предварительно построенному калибровочному графику, либо по формуле:

$$X = \frac{H}{K} \quad \text{мг/л, где}$$

H - высота хроматографического пика дихлоргидрина глицерина, мм
K - калибровочный коэффициент, рассчитанный для серии контрольных опытов из 5-6 анализов по формуле:

$$K = \frac{I}{n} \left(\frac{H_1}{C_1} + \frac{H_2}{C_2} + \dots + \frac{H_n}{C_n} \right), \text{ где}$$

H_п - высота пика дихлоргидрина глицерина в контрольном опыте, мм
C_п - концентрация раствора ДХГ в этом опыте, мг/л

Приложение I

Наименование модельных сред, отражающих
основные свойства консервов и режимы их стерилизации

Наименование консервов	: Модельная среда	: T°С/длит. : стерилизац.
1. Мясные:		
а) мясо натуральное, пащеты, пюре мясное	Вода	120/60
б) мясо маринованное, мясо с овощами	Вода, 0,5% р-р уксусной к-ты + 2% р-р поваренной соли	120/60
2. Рыбные:		
а) рыба в собственном соку, рыба в масле	Вода	120/60
б) рыба в томатном соусе, рыба с овощами	Вода, 0,5% р-р уксусной к-ты + 2% р-р поваренной соли	
3. Овощные:		
а) салаты, овощные закуски	Вода, 0,5% р-р уксусной к-ты + 2% р-р поваренной соли	120/30
б) икра	Вода, 0,5% р-р уксусной к-ты + 2% р-р поваренной соли	120/45
в) пюре, зеленый горошек	Вода	120/30
4. Маринады:		
а) овощные соусы, паста	Вода, 0,5% р-р уксусной к-ты + 2% р-р поваренной соли	100/20
б) плодово-ягодные	Вода, 0,5% р-р лимонной кислоты	100/20
5. Соки:		
а) с сахаром, без сахара, фруктовые компоты	Вода, 0,5% р-р лимонной кислоты	100/20
б) концентрированные экстракт	Вода, 1% р-р лимонной кислоты	100/20
6. 1-е и 2-е блюда	Вода, 0,5% р-р уксусной к-ты + 2% р-р поваренной соли	120/60
7. Молочные		
	Вода, 0,1% р-р молочной кислоты	120/60
8. Безалкогольные напитки		
Тибео	Вода, 0,5% р-р лим.к-ти вода, 0,5% р-р лим.к-ти, 3% р-р этилового спирта	

Приложение 2

ДЕГУСТАЦИОННЫЙ ЛИСТ

Фамилия, имя, отчество _ _ _ _ _

Дата проведения анализа _ _ _ _ _

№ растворов не отличающихся от контрольных _ _ _ _ _
 по запаху _ _ _ _ _ по привкусу _ _ _ _ _

№ растворов, отличающихся от контрольного
 по запаху _ _ _ _ _ по привкусу _ _ _ _ _

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

2. Характер привкуса исследуемого раствора (горьковатый, шипящий, нефтепродуктов, посторонний, неопределенный)

3. Интенсивность запаха и привкуса исследуемых растворов в баллах
 _ _ _ _ _

№ растворов	Запах в баллах	Привкус в баллах
1.		
2.		
3.		
4.		
5.		
6.		

_ _ _ _ _

Подпись

Характеристика интенсивности запаха и привкуса

Описательные определения	Интенсивность обнаружения дегустатором	Интенсивность в баллах
Отсутствие ощутимого запаха и привкуса	никакого	0
Запах и привкус не поддающийся обнаружению потребителем, но обнаруживаемый в лаборатории опытным исследователем	едва уловимый очень слабый	1
Запах и привкус, не привлека- ющий внимание потребителя, но такой который можно заметить, если указать на него	слабый	2
Запах и привкус легко обнаружи- ваемый и могущий вызывать нео- добрительный отзыв	заметный	3
Запах и привкус, обращающий на себя внимание и вызывающий отрицательный отзыв	отчетливый	4
Запах и привкус настолько силь- ный, что вызывает неприятные ощущения	резкий очень сильный	5

П Е Р Е Ч Е Н Ь

ЛАКОВ И ЭМАЛЕЙ, РАЗРЕШЕННЫХ ИЗ СССР ДЛЯ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ В КОНСЕРВНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

№ п/п:	Наименование покрытия :	НТД :	Назначение покрытия :	Номер и дата решения из СССР :
1 :	2 :	3 :	4 :	5 :
1.	Лак НК- 2245		Для покрытия алюминиевых крышек к жестяным банкам, предназначенным для затвора пива	123-5/562-7 21.06.79
2.	Лак ХС-563	ТУ 6-10-1433-79	Для покрытия алюминиевой фольги при изготовлении крышек к банкам под рыбную продукцию	123-5/32-7 23.06.78
3.	Лак ФЛ-559	ГОСТ 14147-80	Для покрытия банок №12 Тираспольскому заводу "Металлолитография"	123-9/575-7 05.09.79
			Для покрытия крышек к стеклянным банкам, используемым под плодоовощные, овощные, фруктовые, мясные, мясоовощные консервы.	123-9/652-7 15.08.79
			Для покрытия (второй слой) крышек из белой жести электролитического лужения (для продукции детского питания).	123-9/652-7 26.04.79
4.	Лак ЭП-527 X	ТУ 6-10-1216-82	Для покрытия хромированной жести, предназначенной для изготовления: -Цельноштампованных банок и крышек к ним (корпуса банок лакируются в 2 слоя, а крышки- в 1 слой) под мясные,	123-12/32-7 10.01.80

1	2	3	4	5
---	---	---	---	---

рыбные и овощные консервы.

- Крышек СКО-83 для укупорки мясных, овощных и фруктовых консервов в стеклотаре.

- Комбинированных банок, корпуса которых изготовлены из электролуженой жести, а дно и крышки - из хромированной жести, для заваривания молока цельного стуженного с сахаром.

Для покрытия кроненплаток из хромированной жести марок ХМЖ и УМЖР, предназначенных для укупорки бутылок с фруктовыми наливками и соками. I23-5/632-7
16.07.80

Для покрытия корпусов комбинированных банок, изготовленных из белой жести электролитического лужения, а также донышек и крышек из хромированной жести. I23-5/428-7
08.05.81

5. Лак ЭП-527 Х-2

ТУ 6-10-12-1682-2

Для покрытия хромированной жести, предназначенной для изготовления: I23-12/307,7
17.03.83

- Цельноштампованных банок и крышек (корпус банок лакированный в 2 слоя, а крышки в 1) под мясные, рыбные и овощные консервы.

- Крышек СКО-83 для укупорки мясных, овощных и фруктовых консервов в стеклотаре.

- Комбинированных банок, корпус которых изготовлен из жести электролитического лужения для заваривания молока цельного стуженного с сахаром.

Г :	З	:	З	:	4	:	6
6. Лак ЭП-547	ТУ 6 ИС- 1395-73	<p>Для лакирования внутренней поверхности алюминиевых труб, предназначенных для упаковки плавленых сыров, стуженного молока с сахаром, кофе и какао.</p> <p>Для покрытия банок из белой жести электролитического лужения, предназначенных для разлива непастеризованного пива, при условии использования ПОС-60 для пайки швов.</p> <p>Для покрытия консервных банок из белой жести электролитического лужения, предназначенных для затаривания мясных, рыбных, овощных и молочных консервов, а также маринадов, соков, первых и вторых блюд.</p>	И23-5/318-7 02.04.80				
			И23-14/2341*-7 24.08.76				
			И23-11/1382-7 26.07.76				
7. Лак ЭП-547 (2-я резервная рецептура)		<p>Для покрытия консервных банок из белой жести электролитического лужения, предназначенных для затаривания мясных, рыбных, овощных и молочных консервов, а также маринадов и соков.</p>	И23-11/1382-7 26.07.76				
			И23-5/578-7 28.12.79				
8. Лак ЭП-547 И	ТУ 6-10-12-38-78с	<p>Для покрытия алюминиевых труб, предназначенных для затаривания стерилизуемых пищевых продуктов (1-е и 2-е блюда, сладкие блюда, соки).</p>	И23-5/578-7 28.12.79				

I :	2	:	3	:	4	:	5
9. Лак ЭП-5И18	ТУ 6-10-12-90-76	Для покрытия алюминия пищевых марок, предназначенного для изготовления тары под сгущенное молоко с сахаром и без сахара	I23-12/146-7 07.02.79				
		Для покрытия цельноштампованных консервных банок из алюминиевого сплава АМГ-2, предназначенных для затаривания продуктов с нейтральной средой.	I23-14/2005-7 08.06.76				
		Для покрытия тары из алюминиевых сплавов АМГ-2 и АМН для мясных консервов.	I23-12/554-7 23.02.79				
		Для покрытия консервной тары из алюминиевого сплава АМГ-2 под мясные, рыбные, овощные и фруктовые консервы	I23-12/1308-7 27.07.79				
		Для покрытия банок из сплава алюминия АМЦ-2 и АМЦ, предназначенных для расфасовки монпасье леденцового и халвы.	I23-5/973-7 26.09.83				
10. Лак 200/78039 Фирма "Герберте", ФРГ		Для покрытия банок из белой жести электролужения, предназначенных для мясные, рыбные и овощные консервы	I23-11/1382-7 28.07.76				
11. Лак АС-33-5 фир- ме "Нордик", Нор- вегия.		Для лакирования алюминиевой ленты из сплава АМГ-2, предназначенной для производства штампованных банок под рыбные консервы и пресервы.	I23-5/442-7 14.07.76				

1	2	3	4	5
			Для покрытия алюминиевых банок под расфасовку рыбных консервов для детского питания.	I23-5/I235-7 22.12.83
12.	Лак 47190 фирмы "Бюшерхольд"		Для лакирования алюминиевых банок, предназначенных под фруктовые и овощные консервы.	I23-14/I565-7 03.05.76
13.	Лак ЭП-5186	ТУ 6-10-12-280	Для покрытия продольного шва сборных консервных банок.	I23-9/369-7 20.03.80
14.	Лак ЭП-5193		Для покрытия алюминиевых банок, предназначенных для использования в консервной промышленности.	I23-12/I309-7 13.02.79 (сроком на 2г)
15.	Лак АЭ -81-765 фирмы "Шильной Трейс Италия" Состав в %: ди- бутилфталат-20, эпоксидные смолы-10, фенолформальдегид- ные смолы-10, хлор- содержащий полимер-5-6.		Для покрытия крышек I-58, используемых для укупорки банок под продукты детского питания.	I23-5/911-7 30.09.83
16.	Лаки фирмы "Еаст", ЭПГ 1-й слой-лак БС722-0143 2-й слой -эмаль ЭП-34-0275		Для нанесения на крышки КВ-40 из белой жести, предназначенной для укупорки стеклянных бутылок с молочными смесями для детского питания.	I23-5/I034-7 12.09.84
17.	Трех- и двухслойные системы лаков:		Для покрытия внутренних поверхностей тары под консервы повышенной агрессивности и	I23-5/929-7 20.11.81

1	2	3	4	5
	ЭП-547/ ЭП-5195/ФЛ-559;		консервы детского питания .	
	ЭП-547/ЭП-5147 ал/ФЛ-559			
	-			
	ЭП-5147 ал/ФЛ-559			
	Система лагов: в один слой- ЭП-5147 ал/ЭП/547-547к/ФЛ-559			
	Э два слоя-сочетание эмали			
	ЭП-547		Для покрытия комбинированных банок	I23-5/307-7
	ЭП-5147		(корпус из белой жести, концы из хро-	24.04.83
	ЭП-547к		мированной), предназначенных для упа-	
	ЭП-527У		ковки кушнарного жира.	
	Эмаль 6I-C-2022, Япония		Для покрытия тары под крабовые кон-	I23-5/893-7
			сервы	17.10.80
	Эмаль ЭП-5195	ТУ 6-10-11- 20-77	Для покрытия крышек из белой жести электролитического лужения	I23-9/652-7 15.08.79
			Для покрытия (I слой) крышек из белой жести электролитического лужения, пред- назначенных для герметизации стеклянных банок с продуктами детского питания.	I23-14/2205-7 23.07.78

1	2	3	4	5
20.	Эмаль ЭП-5I47	TУ-6-10-1498-75	Для покрытия металлических банок из белой жести горячего и электролитического лужения под рыбные консервы в томатном соусе	I23-5/47-7 26.01.81
21.	Эмаль ЭП-5I47 и лак ЛЛ-559		Для покрытия банок из белой жести электролитического лужения с двухслойным покрытием под плодовоовощные консервы.	I23-5/308-7 07.04.80
22.	Эмаль 2003, 2004, на цинк-пасте I38, Япония		Для покрытия жестетары под крабовые консервы.	I23-5/1142-7 28.12.79
23.	Эмаль 90009-105 (H-I77) фирмы "Мобиль Кеми", Голландия		Для покрытия алюминиевых штампованных банок с легковскрываемыми крышками, предназначенные для затаривания плодовоовощных и мясных продуктов.	I23-5/563-7 17.09.79
24.	Эмаль 6I-2027 Япония		Для покрытия банок, изготовленных из белой жести, предназначенных для затаривания крабов.	I23-5/8816-7 1.08.83
25.	Эмаль ЭП-5I47 л	TУ-6-10-1498-75	Для покрытия банок из белой жести электролитического лужения, предназначенных под крабовые консервы.	I23-5/503-7 16.05.83
26.	Лак ЭП-527X-2	TУ-6-10-12-16-82	Для покрытия хромированной жести, предназначенной для изготовления цельнотампованных банок и крышек (корпус банок покрывается	I23-12/337-7 17.03.83

I : 2 : 3 : 4 : 5

в два слоя ,крышки -- в один слой) под
рыбные, овощные и мясные консервы. Лаки-
рованные крышки СКО-83 предназначены
для закупорки мясных, овощных и фруктовых
консервов.

Лакированные комбинированные банки пред-
назначены для затаривания молока цельно-
го сгущенного с сахаром, корпуса которых
изготовлены из электролуженой жести.

О Г Л А В Л Е Н И Е

	стр.
Введение	3
Гигиенические требования к лакированной консервной таре	3
Порядок направления образцов на исследование	4
Подготовка образцов к исследованию	5
Порядок и объем проведения исследований	6
Химические исследования модельных сред	7
Оценка полученных данных и выдача заключения	8
Определение дифенилолпропана и фенола	9
Определение ионов свинца и цинка	13
Определение формальдегида методом тонкослойной хроматографии	16
Газо-хроматографические методы определения эпихлоргидрина и дихлоргидрина	21
Приложение I	31
Приложение 2	32
Приложение 3	33
Перечень лаков и эмалей, разрешенных Минздравом СССР для использования в консервной промышленности	34