

РЭСПУБЛІКА БЕЛАРУСЬ



ПАТЕНТ

НА ВЫНАХОДСТВА

№ 18922

**Способ количественного определения концентрации
дифенилгуанидина в водных вытяжках, полученных из различных
материалов**

выдадзены

Нацыянальным цэнтрам інтэлектуальнай уласнасці
ў адпаведнасці з Законам Рэспублікі Беларусь
«Аб патэнтах на вынаходствы, карысныя мадэлі, прамысловыя ўзоры»

Патэнтаўладальнік (патэнтаўладальнікі):

Государственное учреждение "Республиканский научно-
практический центр гигиены" (BY)

Аўтар (аўтары):

Юхник Анна Владимировна; Харникова Галина Алексеевна (BY)

Заяўка № а 20120727

Дата падачы: 10.05.2012

Зарэгістравана ў Дзяржаўным рэестры
вынаходстваў:

08.10.2014

Дата пачатку дзеяння:

10.05.2012

Государственное предприятие
“НПЦГ”
Вход №
«03 03 2015»

Генеральны дырэктор

П.М. Броўкін

**ОПИСАНИЕ
ИЗОБРЕТЕНИЯ
К ПАТЕНТУ**

(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ (19) BY (11) 18922



(13) C1

(46) 2015.02.28

(51) МПК

G 01N 30/02 (2006.01)

НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ
СОБСТВЕННОСТИ

(54)

**СПОСОБ КОЛИЧЕСТВЕННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ
КОНЦЕНТРАЦИИ ДИФЕНИЛГУАНИДИНА В ВОДНЫХ
ВЫТЯЖКАХ, ПОЛУЧЕННЫХ ИЗ РАЗЛИЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ**

(21) Номер заявки: а 20120727

(22) 2012.05.10

(43) 2013.12.30

(71) Заявитель: Государственное учреждение "Республиканский научно-практический центр гигиены" (BY)

(72) Авторы: Юхник Анна Владимировна; Харникова Галина Алексеевна (BY)

(73) Патентообладатель: Государственное учреждение "Республиканский научно-практический центр гигиены" (BY)

(56) Методические указания по санитарно-химическому исследованию резин и изделий из них, предназначенных для контакта с пищевыми продуктами. - М., 1988.

Измерение массовых концентраций амидодианилинметана (дифенилгуанидина) в воздухе рабочей зоны методом высокоеффективной жидкостной хроматографии. Методические указания. МУК 4.1.1923-04, 2004.

FAN J. et al. Analytica Chimica Acta. – 2009. - V. 639. - Is. 1-2. - P. 42-50.

Измерение массовых концентраций амидодианилинметана (дифенилгуанидина) в воздухе рабочей зоны методом фотометрии. Методические указания. МУК 4.1.1924-04, 2004.

(57)

Способ определения концентрации дифенилгуанидина в водных вытяжках из различных материалов, при котором дифенилгуанидин экстрагируют из водной вытяжки исследуемого материала дихлорметаном, полученный экстракт упаривают досуха, выпаренный остаток растворяют в смеси ацетонитрила : дистиллированная вода при их объемном соотношении 80:20, аликвоту полученного раствора анализируют на высокоеффективном жидкостном хроматографе "Thermo Finnigan Surveyor Plus" с использованием диодно-матричного детектора, хроматографической колонки Hypersil Gold длиной 250 мм, внутренним диаметром 4,6 мм, зернением фазы 5 мкм при температуре термостата колонки 25 °C и смеси ацетонитрила и дистиллированной воды в объемном соотношении 80:20 в качестве подвижной фазы со скоростью потока 0,7 мл/мин при рабочей длине волны 198 нм и определяют концентрацию дифенилгуанидина методом абсолютной калибровки.

BY 18922 C1 2015.02.28

Изобретение относится к разделу аналитической химии, а именно к способам количественного определения дифенилгуанидина, и может быть использовано для определения концентрации дифенилгуанидина в водных вытяжках из материалов, предназначенных для использования детьми и взрослыми людьми, изделиями медицинского назначения и из материалов, предназначенных для контакта с пищевыми продуктами.

Дифенилгуанидин - основной ускоритель вулканизации из класса гуанидинов. Сильно активирует действие других ускорителей, особенно тиазолов. Способствует получению высокомодульных резин. Используется только для изготовления темных резин, т.к. светлые вулканизаты желтеют. Обладает лучшей стабильностью хранения по сравнению с тиурамом и дитиокарбаматами, но меньшей активностью. Может быть использован в латексе в качестве вторичного гелеобразователя (стабилизатора пены) в кремниево-фтористом процессе пенообразования.

Дифенилгуанидин при длительном воздействии на человека вызывает дерматиты, экземы, сопровождающиеся сильным жжением и зудом [1].

В связи с тем, что полимерные материалы широко применяются при изготовлении товаров детского ассортимента (соски, воздушные шары, игрушки), обувь, рабочая одежда и обувь, упаковочных материалов, контактирующих с пищевыми продуктами (полимерные пленки, уплотнительные кольца крышек для консервирования, уплотнители бидонов и т.д.), а также материалов, предназначенных для изготовления медицинских изделий, содержание в них вредных веществ регламентируется.

Нормативный показатель содержания дифенилгуанидина в водных вытяжках из резино-латексных композиций - 0,5 мг/дм³ [2].

Существующий в настоящее время способ определения концентрации дифенилгуанидина основан на определении концентрации искомого вещества в растворе методом тонкослойной хроматографии [3]. Данный метод не достаточно чувствительный и точный для определения столь низких концентраций дифенилгуанидина.

Заявителю не известен способ определения дифенилгуанидина, созданный на основе высокоэффективной жидкостной хроматографии и позволяющий с высокой точностью определить концентрацию данного вещества в водных вытяжках, в связи с чем не может быть указан ближайший аналог заявляемого изобретения.

Задачей заявляемого изобретения является создание высокочувствительного, селективного способа определения концентраций дифенилгуанидина в водных вытяжках из различных материалов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии.

Поставленная задача достигается следующим образом.

Способ определения концентрации дифенилгуанидина в водных вытяжках, полученных из различных материалов, при котором Дифенилгуанидин экстрагируют из водной вытяжки исследуемого материала дихлорметаном, полученный экстракт упаривают досуха, выпаренный остаток растворяют в смеси ацетонитрила:дистиллированная вода при их объемном соотношении 80:20, аликвоту полученного раствора анализируют на высокоэффективном жидкостном хроматографе "Thermo Finnigan Surveyor Plus" с использованием диодно-матричного детектора, хроматографической колонки Hypersil Gold длиной 250 мм, внутренним диаметром 4,6 мм, зернением фазы 5 мкм при температуре термостата колонки 25 °C и смеси ацетонитрила и дистиллированной воды в объемном соотношении 80:20 в качестве подвижной фазы со скоростью потока 0,7 мл/мин при рабочей длине волны 198 нм и определяют концентрацию дифенилгуанидина методом абсолютной калибровки.

Высокоэффективная жидкостная хроматография является более чувствительным и селективным способом определения искомого вещества, чем использование тонкослойной хроматографии. Применение данного способа с предложенными технологическими условиями определения дифенилгуанидина дает возможность сократить время проведения испытания, сократить расход реагентов и стоимость анализа, расширить перечень анализируемых показателей в товарах народного потребления, и качественно контролировать безопасность выпускаемой продукции.

Пример.

Исследование сосок [4].

У исследуемых образцов сосок измеряют площадь образца, рассчитывают необходимый объем дистиллированной воды для настаивания образца с учетом соотношения пло-

щади поверхности изделия (см^2) к объему дистиллированной воды (см^3) 1:1, но не менее 300 см^3 ; образцы промывают проточной водопроводной водой в течение 10 мин, ополаскивают дистиллированной водой, помещают образцы в стакан и кипятят в дистиллированной воде в течение 15 мин с момента закипания (соски должны быть залиты водой полностью, следить за тем, чтобы они не всплывали на поверхность), после кипячения образцы извлекают и ополаскивают дистиллированной водой, образцы помещают в стеклянный сосуд с притертой пробкой или плотно закрывающейся стеклянной пластинкой и заливают дистиллированной водой, предварительно нагретой до 38 °C. В другой стеклянный сосуд с притертой пробкой (или плотно закрывающейся стеклянной пластинкой) наливают предварительно нагретую до 38 °C дистиллированную воду (контрольная проба, т.е. без образца), ставят сосуды с образцом и контрольной пробой в сушильный шкаф на 24 ч, периодически в течение рабочего дня вытяжку перемешивают, через 24 ч из колбы извлекают образцы, а колбу с вытяжкой и контрольную пробу оставляют на столе для остывания до комнатной температуры, через 30-60 мин колбы с вытяжкой и контрольной водой используют для санитарно-химических исследований. Количество параллельных исследований для одного образца должно быть не менее двух.

Пробоподготовку для определения дифенилгуанидин в изделиях медицинского назначения проводят по Инструкции 1.1.10-12-41-2006 [5], по Методическим указаниям по санитарно-гигиенической оценке резиновых и латексных изделий медицинского назначения [6]; для материалов, предназначенных для контакта с пищевыми продуктами по инструкции 4.1.10-15-92-2005 [3]; для проведения исследований производственной и специальной одежды по МУ 11-11-15 РБ 2002 [7].

100 см^3 полученной вытяжки экстрагируют в делительной воронке 3 раза по 5 мин, используя 20 мл дихлорметана на каждую экстракцию. После каждой экстракции смеси дают расслоиться. Объединенные дихлорметановые экстракты собирают в колбу для отгонки растворителя. Затем из экстракта удаляют полностью растворитель на роторном испарителе. Затем в эту же колбу вносят 1 см^3 смеси ацетонитрил:дистиллированная вода в соотношении 80:20 по объему соответственно. Аликвоту (25 мкл) смеси хроматографируют дважды на хроматографе.

Количественный анализ проводят методом абсолютной калибровки по площадям хроматографических пиков. Нижний предел измерения составляет 0,001 мг/дм³.

Таким образом, достигаемый технический результат заявляемого изобретения заключается в том, что данный способ с применением высокочувствительной жидкостной хроматографии позволяет выполнять высокоточное количественное определение концентрации дифенилгуанидина в водных вытяжках из материалов, предназначенных для использования детьми и взрослыми людьми, изделиями медицинского назначения и материалов, предназначенных для контакта с пищевыми продуктами.

Источники информации:

1. Вредные вещества в промышленности / Под ред. Н.В.Лазарева, Э.Н.Левиной. - Ленинград: Химия, 1976. - 62 с.
2. Технический Регламент Таможенного Союза 008/2011 "О безопасности игрушек" (Утв. Решением Таможенного Союза от 23 сентября 2011 года № 798) и Техническим Регламентом Таможенного Союза 008/2011 "О безопасности товаров, предназначенных для детей и подростков" (Утв. Решением Таможенного Союза от 23 сентября 2011 г. № 798).
3. Санитарно-химические исследования резин и изделий из них предназначенных для контакта с пищевыми продуктами: Инструкция 4.1.10-15-92-2005. - Минск, 2006.
4. Методические указания по санитарно-химическому исследованию детских латексных сосок и баллончиков сосок-пустышек, утв. Минздравом СССР 12.10.90.

BY 18922 С1 2015.02.28

5. Гигиеническая оценка изделий медицинского назначения, медицинской техники и материалов, применяемых для их изготовления. Инструкция 1.1.10-12-41 - 2006.
6. Методические указания по санитарно-гигиенической оценке резиновых и латексных изделий медицинского назначения. - М., 1988.
7. Методические указания МУ 11-11-15 РБ 2002. Порядок и организация проведения гигиенической экспертизы производственной и специальной одежды. Показатели гигиенической безопасности и методы определения.
8. Игрушки и игры. Гигиенические требования безопасности. Методы контроля. Требования к производству и реализации. СанПиН 2.4.7.14-34-2003.
9. Гигиенические требования к изделиям медицинского назначения, медицинской техники и материалов, применяемых для их изготовления. СанПиН 1.1.12-30-2006.