

РЭСПУБЛІКА БЕЛАРУСЬ



ПАТЕНТ

НА ВЫНАХОДСТВА

№ 18924

Способ количественного определения концентрации цимата 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" (ВУ)

Аўтар (аўтары):

Юхник Анна Владимировна; Харникова Галина Алексеевна (ВУ)



Заяўка № а 20120728

Дата падачы: 10.05.2012

Зарэгістравана ў Дзяржаўным рэестры
вынаходстваў:

08.10.2014

Дата пачатку дзеяння:

10.05.2012



Генеральны дырэктар

П.М. Броўкін

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ (19) BY (11) 18924



(13) C1

(46) 2015.02.28

(51) МПК

G 01N 30/02 (2006.01)

НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ
СОБСТВЕННОСТИ

(54)

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

(21) Номер заявки: а 20120728

(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) DEPREE G.J. et al. Journal of Cromatographic Science. - 2004. - V. 42. - Is. 2. - P. 80-81.

Инструкция 4.1.10-15-92-2005. Санитарно-химические исследования резин и изделий из них, предназначенных для контакта с пищевыми продуктами. - Минск, 2006.

Методические указания по санитарно-химическому исследованию детских резиновых и латексных сосок и пустышек. № 1193-74. Утв. 11.11.1974. SU 1753332 A1, 1992.

(57)

Способ определения концентрации цимата в водных вытяжках из различных материалов, при котором цимат экстрагируют из водной вытяжки исследуемого материала дихлорметаном, полученный экстракт упаривают досуха, выпаренный остаток растворяют в смеси ацетонитрила : дистиллированная вода при их объемном соотношении 85:15, аликототу 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 85:15 в качестве подвижной фазы со скоростью потока 0,4 мл/мин при рабочей длине волны 266 нм и определяют концентрацию цимата методом абсолютной калибровки.

Изобретение относится к разделу аналитической химии, а именно к способам количественного определения цимата, и может быть использовано для определения концентрации цимата в водных вытяжках из материалов, предназначенных для использования детьми и подростками, изготовления медицинских изделий и контакта с пищевыми продуктами.

Цимат - ультраускоритель вулканизации для изготовления белых и цветных резин на основе натурального и синтетических каучуков, в том числе изделий для пищевой промышленности и кабельных резин, самовулканизующихся клеев и резиновой обуви. Применяется в тех случаях, когда нужно получить очень быстро вулканизующиеся смеси или провести вулканизацию при пониженных температурах. Свою активность он начинает

BY 18924 C1 2015.02.28

проявлять при температурах 80-100 °С, а при определенных условиях и при более низких температурах.

В связи с тем, что полимерные материалы широко применяются при изготовлении товаров детского ассортимента (носки, 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 цимата в водных вытяжках из резино-латексных композиций - 0,6 мг/дм³ [1].

Существующий в настоящее время способ определения концентрации цимата основан на определении концентрации искомого вещества в растворе методом тонкослойной хроматографии [2]. Данный метод не достаточно чувствительный и точный для определения столь низких концентраций цимата.

Заявителю не известен способ определения цимата, 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 цимата в водных вытяжках из различных материалов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии.

Поставленная задача достигается следующим образом.

Способ определения концентрации цимата в водных вытяжках, полученных из различных материалов, при котором цимат экстрагируют из водной вытяжки исследуемого материала дихлорметаном, полученный экстракт упаривают досуха, выпаренный остаток растворяют в смеси ацетонитрила:дистиллированная вода при их объемном соотношении 85:15, 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 °С и смеси ацетонитрила и дистиллированной воды в объемном соотношении 85:15 в качестве подвижной фазы со скоростью потока 0,4 мл/мин при рабочей длине волны 266 нм и определяют концентрацию цимата 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 цимата дает возможность сократить время проведения испытания, сократить расход реактивов и стоимость анализа, расширить перечень анализируемых показателей в товарах народного потребления и качественно контролировать безопасность выпускаемой продукции.

Пример.

Исследуют образец прокладки разливочного аппарата. У образца измеряют общую поверхность, тщательно промывают нагретой питьевой водопроводной водой, ополаскивают дистиллированной водой, просушивают фильтровальной бумагой, помещают образец в стеклянный сосуд с притертой пробкой и заливают дистиллированной водой в соотношении общей поверхности резины (см²) к объему водной вытяжки (см³) 1:10. В другой стеклянный сосуд с притертой пробкой (или плотно закрывающейся стеклянной пластинкой) наливают дистиллированную воду (контрольная проба, т.е. без образца), колбы с замоченным образцом и контрольной пробой выдерживают при комнатной температуре в течение 24 ч; через 24 ч из колбы извлекают образец. Вытяжку и контрольную воду используют для санитарно-химических исследований [3].

BY 18924 С1 2015.02.28

Пробоподготовку для определения цимата в изделиях медицинского назначения проводят по Инструкции 1.1.10-12-41-2006 [4], по Методическим указаниям по санитарно-гигиенической оценке резиновых и латексных изделий медицинского назначения [5], для материалов, предназначенных для контакта с пищевыми продуктами по инструкции 4.1.10-15-92-2005 [2]; для проведения исследований производственной и специальной одежды по МУ 11-11-15 РБ 2002 [6].

100 см³ 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 см³ смеси ацетонитрил: дистиллированная вода в соотношении 85:15, по объему соответственно. Аликвоту (25мкл) 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 высокоеффективной жидкостной хроматографии позволяет выполнять высокоточное количественное определение концентрации цимата в водных вытяжках из материалов, предназначенных для использования детьми и взрослыми людьми, для изготовления медицинских изделий и материалов, предназначенных для контакта с пищевыми продуктами.

Источники информации:

1. 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).
2. Санитарно-химические исследования резин и изделий из них, предназначенных для контакта с пищевыми продуктами: инструкция 4.1.10-15-92-2005. - Минск, 2006.
3. Игрушки и игры. Гигиенические требования безопасности. Методы контроля. Требования к производству и реализации. СанПиН 2.4.7.14-34-2003.
4. Гигиеническая оценка изделий медицинского назначения, медицинской техники и материалов, применяемых для их изготовления. Инструкция 1.1.10-12-41-2006.
5. Методические указания по санитарно-гигиенической оценке резиновых и латексных изделий медицинского назначения. - М., 1988.
6. Методические указания МУ 11-11-15 РБ 2002. Порядок и организация проведения гигиенической экспертизы производственной и специальной одежды. Показатели гигиенической безопасности и методы определения.