

РЭСПУБЛІКА БЕЛАРУСЬ



ПАТЕНТ

НА ВЫНАХОДСТВА

№ 18925

**Способ количественного определения концентрации агидола-1
(ионола) 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 20120730

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) 18925

(13) C1

(46) 2015.02.28

(51) МПК

G 01N 30/02 (2006.01)



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ
СОБСТВЕННОСТИ

(54)

СПОСОБ КОЛИЧЕСТВЕННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ АГИДОЛА-1 (ИОНОЛА) В ВОДНЫХ ВЫТЯЖКАХ, ПОЛУЧЕННЫХ ИЗ РАЗЛИЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ

(21) Номер заявки: а 20120730

(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) РУДАКОВ О.Б. и др. Сорбционные и хроматографические процессы. - 2009. - Т. 9. - Вып. 4. - С. 582-589.

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

РД 34.43.208-95. Методика количественного химического анализа. Определение содержания присадок в энергетических маслах методом высокоэффективной жидкостной хроматографии, 1997.

HAYES G.E. et al. Journal of Cromatography A. - 1985. - V. 322. - P. 376-379.

РУДАКОВ О.Б. и др. Сорбционные и хроматографические процессы. -2008. - Т. 8. - Вып. 1. - С. 141-146.

(57)

Способ определения концентрации агидола-1 в водных вытяжках из различных материалов, при котором агидол-1 экстрагируют из водной вытяжки исследуемого материала дихлорметаном, полученный экстракт упаривают досуха, выпаренный остаток растворяют в смеси ацетонитрил : 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 °C и смеси ацетонитрила и дистиллированной воды в объемном соотношении 85:15 в качестве подвижной фазы со скоростью потока 0,7 мл/мин при рабочей длине волны 200 нм и определяют концентрацию агидола-1 методом абсолютной калибровки.

BY 18925 C1 2015.02.28

Изобретение относится к разделу аналитической химии, а именно к способам количественного определения агидола-1 (ионола), и может быть использовано для определения концентрации агидола-1 (ионола) в водных вытяжках из материалов, предназначенных для использования детьми и подростками, изготовления медицинских изделий и контакта с пищевыми продуктами.

Агидол-1 (ионол) - стабилизатор полимерных материалов, различных видов каучуков, защищает от окисления смазочные и трансформаторные масла, различные виды топлива, полимеров, контактирующих с пищевыми продуктами. Окислительные процессы приводят к порче ценных пищевых продуктов (прогорканию жиров, разрушению витаминов), потере механической прочности и изменению цвета полимеров (каучук, пластмасса, волокно). Механизм действия антиоксидантов состоит в обрыве реакционных цепей: молекулы антиоксиданта взаимодействуют с активными радикалами с образованием малоактивных радикалов. Даже в небольшом количестве (0,01-0,001 %) антиоксиданты уменьшают скорость окисления, поэтому в течение некоторого периода времени (период торможения, индукции) продукты окисления не обнаруживаются.

В связи с тем, что полимерные материалы широко применяются при изготовлении товаров детского ассортимента (соски, воздушные шары, игрушки), обуви, рабочей одежды и обуви, 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 агидола-1 (ионола) в водных вытяжках из резины, контактирующих с пищевыми продуктами - 0,5 мг/дм³ [1].

Существующий в настоящее время способ определения концентрации агидола-1 (ионола) основан на определении концентрации искомого вещества в растворе методом тонкослойной хроматографии [1]. Данный метод недостаточно чувствительный и точный для определения столь низких концентраций агидола-1 (ионола).

Заявителю не известен способ определения агидола-1 (ионола), 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 агидола-1 (ионола) в водных вытяжках из различных материалов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии.

Поставленная задача достигается следующим образом.

Способ определения концентрации агидола-1 в водных вытяжках, полученных из различных материалов, при котором агидол-1 экстрагируют из водной вытяжки исследуемого материала дихлорметаном, полученный экстракт упаривают досуха, выпаренный остаток растворяют в смеси ацетонитрил: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 °C и смеси ацетонитрила и дистиллированной воды в объемном соотношении 85:15 в качестве подвижной фазы со скоростью потока 0,7 мл/мин при рабочей длине волн 200 нм и определяют концентрацию агидола-1 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 агидола-1 (ионола) 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.

Образец игрушки из резины тщательно промывают нагретой питьевой водопроводной водой, ополаскивают дистиллированной водой, просушивают фильтровальной бумагой,

затем исследуемый образец измельчают на кусочки $1\times1\text{ см}^2$, взвешивают на лабораторных электронных весах, помещают взвешенные кусочки образца в стеклянный сосуд с притертой пробкой и заливают дистиллированной водой в соотношении массы образцы (г) к объему воды (см^3) 1:10 (поверхность изделия со всех сторон должна соприкасаться с жидкостью). В другой стеклянный сосуд с притертой пробкой (или плотно закрывающейся стеклянной пластинкой) наливают предварительно нагретую до 37°C дистиллированную воду (контрольная проба, т.е. без образца), колбы с замоченными фрагментами изделия и контрольной пробой выдерживают в сушильном шкафу в течение 3 ч при температуре 37°C ; через 3 ч из колбы извлекают фрагменты образца, 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 [2].

Пробоподготовку для определения агидола-1 (ионола) в изделиях медицинского назначения проводят по Инструкции 1.1.10-12-41-2006 [3], по Методическим указаниям по санитарно-гигиенической оценке резиновых и латексных изделий медицинского назначения [4], для материалов, предназначенных для контакта с пищевыми продуктами, - по инструкции 4.1.10-15-92-2005 [1]; для проведения исследований производственной и специальной одежды - по МУ 11-11-15 РБ 2002 [5].

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 85:15, 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 0,0005 мг/дм 3 .

Таким образом, достигаемый технический результат заявляемого изобретения заключается в том, что данный способ с применением высокоеффективной жидкостной хроматографии позволяет выполнять высокоточное количественное определение концентрации агидола-1 (ионола) 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. Санитарно-химические исследования резин и изделий из них, предназначенных для контакта с пищевыми продуктами: Инструкция 4.1.10-15-92-2005. - Минск, 2006.
2. Игрушки и игры. Гигиенические требования безопасности. Методы контроля. Требования к производству и реализации. СанПиН 2.4.7. 14-34-2003.
3. Гигиеническая оценка изделий медицинского назначения, медицинской техники и материалов, применяемых для их изготовления. Инструкция 1.1.10-12-41-2006.
4. Методические указания по санитарно-гигиенической оценке резиновых и латексных изделий медицинского назначения. - М., 1988.
5. Методические указания МУ 11-11-15 РБ 2002. Порядок и организация проведения гигиенической экспертизы производственной и специальной одежды. Показатели гигиенической безопасности и методы определения.