

РЭСПУБЛІКА БЕЛАРУСЬ



ПАТЭНТ

НА ВЫНАХОДСТВА

№ 18926

Способ количественного определения концентрации агидола-2 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 20120731**

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 2015г.

Генеральны дырэктар

П.М. Броўкін

**ОПИСАНИЕ
ИЗОБРЕТЕНИЯ
К ПАТЕНТУ**
(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ
СОБСТВЕННОСТИ

(19) **ВУ** (11) **18926**

(13) **С1**

(46) **2015.02.28**

(51) МПК

G 01N 30/02 (2006.01)

(54)

**СПОСОБ КОЛИЧЕСТВЕННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ
КОНЦЕНТРАЦИИ АГИДОЛА-2 В ВОДНЫХ ВЫТЯЖКАХ,
ПОЛУЧЕННЫХ ИЗ РАЗЛИЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ**

(21) Номер заявки: а 20120731

(22) 2012.05.10

(43) 2013.12.30

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

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

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

(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.

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

Газохроматографическое определение алкилфенолов в атмосферном воздухе. Методические указания. МУК 4.1.2514-09, 2009

(57)

Способ определения концентрации агидола-2 в водных вытяжках из различных материалов, при котором агидол-2 экстрагируют из водной вытяжки исследуемого материала дихлорметаном, полученный экстракт упаривают досуха, выпаренный остаток растворяют в смеси ацетонитрил : 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 °С 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 200 нм и определяют концентрацию агидола-2 методом абсолютной калибровки.

Изобретение относится к разделу аналитической химии, а именно к способам количественного определения агидола-2, и может быть использовано для определения концентрации агидола-2 в водных вытяжках из материалов, предназначенных для использования детьми и подростками, изготовления медицинских изделий и контакта с пищевыми продуктами.

Агидол-2 - антиоксидант - стабилизатор широкого спектра действия. Используется при стабилизации резин, каучуков, нефтепродуктов, пластмасс, волокон, в лакокрасочной промышленности. Механизм действия антиоксидантов состоит в обрыве реакционных це-

ВУ 18926 С1 2015.02.28

пей: 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. Окислительные процессы приводят к порче ценных пищевых продуктов (прогорканию жиров, разрушению витаминов), потере механической прочности и изменению цвета полимеров (каучук, пластмасса, волокно).

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-2 в водных вытяжках из резино-латексных композиций для агидола-2 - 2,0 мг/дм [1].

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

Заявителю не известен способ определения агидола-2, 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-2 в водных вытяжках из различных материалов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии.

Поставленная задача достигается следующим образом.

Способ определения концентрации агидола-2 в водных вытяжках, полученных из различных материалов, при котором агидол-2 экстрагируют из водной вытяжки исследуемого материала дихлорметаном, полученный экстракт упаривают досуха, выпаренный остаток растворяют в смеси ацетонитрил: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 °С 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 200 нм и определяют концентрацию агидола-2 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-2 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.

Образец игрушки из резины тщательно промывают нагретой питьевой водопроводной водой, ополаскивают дистиллированной водой, просушивают фильтровальной бумагой, затем исследуемый образец измельчают на кусочки $1 \times 1 \text{ см}^2$, взвешивают на лабораторных электронных весах, помещают взвешенные кусочки образца в стеклянный сосуд с притертой пробкой и заливают дистиллированной водой в соотношении массы образца (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 °С 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 °С; 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 [3].

Пробоподготовку для определения агидола-2 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 рабочей одежды 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 ротаторном испарителе. Затем в эту же колбу вносят 1 см³ 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 0,0005 мг/дм³.

Таким образом, достигаемый технический результат заявляемого изобретения заключается в том, что данный способ с применением высокоэффективной жидкостной хроматографии позволяет выполнять высокоточное количественное определение концентрации агидола-2 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 года № 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.