

РЭСПУБЛІКА БЕЛАРУСЬ



ПАТЕНТ

НА ВЫНАХОДСТВА

№ 18928

Способ количественного определения концентрации тиурама Д в водных вытяжках, полученных из различных материалов

выдадзены

Нацыянальным цэнтрам інтелектуальнай 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 20120724

Дата падачы: 10.05.2012

Зарэгістравана ў Дзяржаўным рэестры
вынаходстваў:

08.10.2014

Дата пачатку дзеяння:

10.05.2012



Генеральны дырэктор

П.М. Броўкін

**ОПИСАНИЕ
ИЗОБРЕТЕНИЯ
К ПАТЕНТУ**

(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ (19) BY (11) 18928



(13) C1

(46) 2015.02.28

(51) МПК

G 01N 30/02 (2006.01)

НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ
СОБСТВЕННОСТИ

(54)

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

(21) Номер заявки: а 20120724

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

ГРУШЕВСКАЯ Н.Ю. Тонкослойная хроматография серосодержащих ускорителей вулканизации и ее применение при санитарно-химических исследованиях резин, предназначенных для контакта с продуктами питания. Автореф. дисс. на соискание уч. степени канд. хим. наук. - Киев, 1984.

CORREDOR C. et al. Journal of Cromatography A. - 2009. - V. 1216. - Is. 1-2. - P. 43-48.

SU 1753332 A1, 1992.

WO 2011/059403 A1.

MATHIEU C. et al. Analytica Chimica Acta. - 1999. - V. 402. - Is. 1-2. - P. 87-90.

(57)

Способ определения концентрации тиурама Д в водных вытяжках из различных материалов, при котором тиурам Д 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, 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 80:20 в качестве подвижной фазы со скоростью потока 0,7 мл/мин при рабочей длине волн 216 нм и определяют концентрацию тиурама Д методом абсолютной калибровки.

Изобретение относится к разделу аналитической химии, а именно к способам количественного определения тиурама Д, и может быть использовано для определения концентрации тиурама Д в водных вытяжках из материалов, предназначенных для использования

ВУ 18928 С1 2015.02.28

детьми и подростками, изготовления медицинских изделий и контакта с пищевыми продуктами.

Тиурам Д - наиболее распространенный ускоритель вулканизации, который используется в производстве резины из полимерных материалов. Вулканизация - важный технологический процесс, в результате которого происходит "сшивание" гибких полимерных цепей в трехмерную пространственную сетку с помощью поперечных химических связей. Поперечные связи ограничивают необратимые перемещения полимерных цепей при механических нагрузках, в результате чего изделие приобретает полезные эксплуатационные свойства - прочность, твердость, усталостную выносливость с сохранением способности к высокоэластичной деформации. В присутствии тиурама получают резины с повышенной теплостойкостью.

Тиурам Д угнетает продукцию лейкоцитов, в больших дозах проявляет гонадотоксическое, тератогенное, мутагенное и канцерогенное действие [1].

В связи с тем, что полимерные материалы широко применяются при изготовлении товаров детского ассортимента (носки, 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 тиурама Д в водных вытяжках из резины и резино-пластиковых материалов, контактирующих с пищевыми продуктами - 0,03 мг/дм³ [2], также известен нормативный показатель содержания в водных вытяжках из резино-латексных композиций для тиурама Д - 0,5 мг/дм³ [3].

Существующий в настоящее время способ определения концентрации тиурама Д основан на определении концентрации искомого вещества в растворе методом тонкослойной хроматографии [4]. Данный метод недостаточно чувствительный и точный для определения столь низких концентраций тиурама Д.

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

Поставленная задача достигается следующим образом.

Способ определения концентрации тиурама Д в водных вытяжках, полученных из различных материалов, при котором тиурам Д 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 216 нм и определяют концентрацию тиурама Д 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 тиурама Д дает возможность сократить время проведения испытания, сократить расход реактивов и стоимость анализа, расширить перечень анализируемых по-

казателей 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 притертым 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 притертым 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 [5].

Пробоподготовку для определения тиурама Д в изделиях медицинского назначения проводят по Инструкции 1.1.10-12-41-2006 [6], по Методическим указаниям по санитарно-гигиенической оценке резиновых и латексных изделий медицинского назначения [7], для материалов, предназначенных для контакта с пищевыми продуктами, - по инструкции 4.1.10-15-92-2005 [4]; для проведения исследований производственной и специальной одежды - по МУ 11-11-15 РБ 2002 [8].

100 см^3 полученной вытяжки экстрагируют в делительной воронке 3 раза по 5 минут, 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 0,0005 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 тиурама Д 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. Вредные вещества в промышленности / Под ред. Н.В. Лазарева, Э.Н. Левиной. - Ленинград: Химия, 1976. - 81 с.
2. Технический Регламент Таможенного Союза 005/2011 "О безопасности упаковки" Утв. Решением Таможенного Союза от 16 августа 2011 года № 769.
3. 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.

BY 18928 С1 2015.02.28

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