

РЭСПУБЛІКА БЕЛАРУСЬ



ПАТЕНТ

НА ВЫНАХОДСТВА

№ 18930

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

выдадзены

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

Патэнтаўладальнік (патэнтаўладальнікі):

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

Аўтар (аўтары):

Юхник Анна Владимировна; Харникова Галина Алексеевна (ВУ)

Заяўка № а 20120726

Дата падачы: 10.05.2012

Зарэгістравана ў Дзяржаўным рэестры
вынаходстваў:

08.10.2014

Дата пачатку дзеяння:

10.05.2012

Государственное предприятие
«НПЦГ»
Втор №
«03» 03 2015 г.

Генеральны дырэктар

П.М. Броўкін

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ (19) BY (11) 18930



(13) C1

(46) 2015.02.28

(51) МПК

G 01N 30/02 (2006.01)

НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ
СОБСТВЕННОСТИ

(54)

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

(21) Номер заявки: а 20120726

(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: Автoref. дис. ... канд. хим. наук. - Киев, 1984.

JP 2000-221187 A, 2000.

SU 1753332 A1, 1992.

KLOEFER A. et al. Journal of Cromatography A. - 2004. - V. 1058. - Is. 1-2. - P. 81-88.

COX G.B. Journal of Cromatography A. - 1976. - V. 116. - Is. 1. - P. 244-247.

FIEHN O. et al. Analytica Chimica Acta. - 1994. - V. 295. - Is. 3. - P. 297-305.

(57)

Способ определения концентрации каптакса в водных вытяжках из различных материалов, при котором каптакс 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 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 0,4 мл/мин при рабочей длине волны 320 нм и определяют концентрацию каптакса методом абсолютной калибровки.

BY 18930 C1 2015.02.28

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

Каптакс - ускоритель средней активности. При помощи данного вещества получают вулканизаты с прекрасным сопротивлением старению, с низким модулем. Также может

ВУ 18930 С1 2015.02.28

вызывать подвулканизацию, к примеру, при работе с серосодержащими смесями, со смесями на основе каучука с большим содержанием сажи. Каптакс широко применяется в резинотехнической промышленности при производстве автомобильных шин, резиновых нитей, обуви, используется как один из компонентов в смесях натурального и синтетического каучуков. В присутствии каптакса получают резины с повышенной теплостойкостью.

Каптакс при длительном воздействии на человека вызывает головную боль, плохой сон, может вызвать дистрофические изменения миокарда, хронический гастрит, анемию [1].

В связи с тем что полимерные материалы широко применяются при изготовлении товаров детского ассортимента (сокки, 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 каптакса в водных вытяжках из резины и резино-пластиковых материалов, контактирующих с пищевыми продуктами, - 0,15 мг/дм³ [2], также известен нормативный показатель содержания в водных вытяжках из резино-латексных композиций для каптакса - 0,4 мг/дм³ [3].

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

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

Поставленная задача решается следующим образом.

Способ определения концентрации каптакса в водных вытяжках, полученных из различных материалов, при котором каптакс 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 °C и смеси ацетонитрила и дистиллированной воды в объемном соотношении 80:20 в качестве подвижной фазы со скоростью потока 0,4 мл/мин при рабочей длине волны 320 нм и определяют концентрацию каптакса 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 каптакса 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.

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

BY 18930 С1 2015.02.28

соотношении общей поверхности резины (см^2) к объему водной вытяжки (см^3) 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 [5].

Пробоподготовку для определения каптакса 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 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 0,0003 $\text{мг}/\text{дм}^3$.

Таким образом, достигаемый технический результат заявляемого изобретения заключается в том, что данный способ с применением высокочувствительной жидкостной хроматографии позволяет выполнять высокоточное количественное определение концентрации каптакса в водных вытяжках из материалов, предназначенных для использования детьми и взрослыми людьми, в изделиях 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. - 433 с.
2. Технический Регламент Таможенного Союза 005/2011 "О безопасности упаковки" (Утв. Решением Таможенного Союза от 16 августа 2011 г. № 769).
3. Технический Регламент Таможенного Союза 008/2011 "О безопасности игрушек" (Утв. Решением Таможенного Союза от 23 сентября 2011 г. № 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).
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.