

РЭСПУБЛІКА БЕЛАРУСЬ



ПАТЕНТ

НА ВЫНАХОДСТВА

№ 18931

Способ количественного определения концентрации альтакса 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 20120729

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 дырэктор

П.М. Броўкін

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ (19) BY (11) 18931



(13) C1

(46) 2015.02.28

(51) МПК

G 01N 30/02 (2006.01)

НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ
СОБСТВЕННОСТИ

(54)

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

(21) Номер заявки: а 20120729

(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. канд. хим. наук. - Киев, 1984.

JP 2000-221187 A, 2000.

SU 1753332 A1, 1992.

(57)

Способ определения концентрации альтакса в водных вытяжках из различных материалов, при котором альтакс экстрагируют из водной вытяжки исследуемого материала дихлорметаном, полученный экстракт упаривают досуха, выпаренный остаток растворяют в смеси ацетонитрил : дистиллированная вода при их объемном соотношении 75:25, 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 75:25 в качестве подвижной фазы со скоростью потока 0,4 мл/мин при рабочей длине волны 320 нм и определяют концентрацию альтакса методом абсолютной калибровки.

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

Альтакс - эффективный и удобный ускоритель вулканизации. Применяется в смесях из синтетических и натуральных каучуков для изготовления шин, обуви, изоляционных резин для кабелей и проводов, прорезиненных тканей, эbonитовых изделий и изделий сангигии. Не изменяет цвет, не окрашивает изделия при применении в светлых резинах. При использовании альтакса каучуковые смеси имеют высокую устойчивость к преждевременной вулканизации. Преждевременная вулканизация или подвулканизация - это не-

BY 18931 C1 2015.02.28

обратимое изменение эластопластических свойств резиновой смеси при ее изготовлении. В результате преждевременной вулканизации каучуковые смеси становятся непригодными для использования. По этой причине защита от преждевременной вулканизации имеет существенное значение. В сочетании с каптаксом смеси пригодны для любого способа вулканизации и обладают широким спектром вулканизации.

В связи с тем, что полимерные материалы широко применяются при изготовлении товаров детского ассортимента (соски, 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 альтакса в водных вытяжках из резино-латексных композиций - 0,4 мг/дм³ [1].

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

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

Поставленная задача достигается следующим образом.

Способ определения концентрации альтакса в водных вытяжках, полученных из различных материалов, при котором альтакса экстрагируют из водной вытяжки исследуемого материала дихлорметаном, полученный экстракт упаривают досуха, выпаренный остаток растворяют в смеси ацетонитрил:дистиллированная вода при их объемном соотношении 75:25, 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 75:25 в качестве подвижной фазы со скоростью потока 0,4 мл/мин при рабочей длине волны 320 нм и определяют концентрацию альтакса 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 альтакса 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.

Исследование сосок [3]

У исследуемых образцов сосок измеряют площадь образца, рассчитывают необходимый объем дистиллированной воды для настаивания образца с учетом соотношения площади поверхности изделия (см²) к объему дистиллированной воды (см³) 1:1, но не менее 300 см; образцы промывают проточной водопроводной водой в течение 10 мин, ополаскивают дистиллированной водой, помещают образцы в стакан и кипятят в дистиллированной воде в течение 15 мин с момента закипания (соски должны быть залиты водой полностью, следить за тем, чтобы они не всплывали на поверхность), после кипячения образцы извле-

кают и ополаскивают дистиллированной водой, образцы помещают в стеклянный сосуд с притертоей пробкой или плотно закрывающейся стеклянной пластинкой и заливают дистиллированной водой, предварительно нагретой до 38 °С. В другой стеклянный сосуд с притертоей пробкой (или плотно закрывающейся стеклянной пластинкой) наливают предварительно нагретую до 38 °С дистиллированную воду (контрольная проба, т.е. без образца), ставят сосуды с образцом и контрольной пробой в сушильный шкаф на 24 ч, периодически в течение рабочего дня вытяжку перемешивают, через 24 ч из колбы извлекают образцы, 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. Количество параллельных исследований для одного образца должно быть не менее двух.

Пробоподготовку для определения альтакса 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 ацетонитриог дистиллированная вода в соотношении 75:25, 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 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 альтакса 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. Методические указания по санитарно-химическому исследованию детских латексных сосок и баллончиков сосок-пустышек". Утв. Минздравом СССР 12.10.90.
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.