



**Республиканское унитарное предприятие
«Научно-практический центр гигиены»**

«Научная сессия БГМУ»

**Разработка способа количественного определения
ε-капролактама, выделяемого из полиамидных
изделий в водную и воздушную среду**

**Турко Марина Святославовна,
Вашкова Ольга Николаевна, Крымская Татьяна Петровна**



Цель: разработка методики определения уровня миграции, в водную и воздушную среды ϵ -капролактама, содержащегося в изделиях из полиамидов.

Объекты исследования

- Градуировочные растворы ϵ -капролактама;
- Воздушные вытяжки из образцов изделий, включающих полиамид, в качестве модельных объектов;
- Водные вытяжки из образцов изделий, включающих полиамид, в качестве модельных объектов.

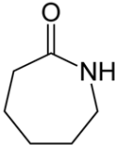


Задачи работы

- Установить оптимальные параметры хроматографического анализа ϵ -капролактама;
- Разработать методику измерений концентраций ϵ -капролактама в водной и воздушной средах методом высокоэффективной жидкостной хроматографии;
- Установить метрологические характеристики разработанной методики.



Физико-химические свойства ϵ -капролактама

Наименование соединения	гексагидро-2Н-азепин-2-он (по системе IUPAC)	
Систематическое наименование	азепан-2-он	
Традиционное название	ϵ -капролактама	
Синонимы	е-аминокапроновой кислоты лактам; 2-аминогексиновой кислоты лактам; 2-оксогексаметиленимин; 1,6-гексолактама	
Регистрационный номер CAS	105-60-2	
Молекулярная формула	$C_6H_{11}NO$	
Агрегатное состояние	Белое, гигроскопичное, кристаллическое - <i>в кристаллическом виде</i> Бесцветная маслянистая жидкость - <i>в жидком виде</i>	
Молекулярная масса, г/моль	113,16	
$t_{\text{плавления}}, ^\circ\text{C}$	68-69	
$t_{\text{кипения}}, ^\circ\text{C}$	270	
$t_{\text{вспышки}}, ^\circ\text{C}$	135	
$t_{\text{самовоспл.}}, ^\circ\text{C}$	400	
Плотность (в жидком виде), г/см ³	1,01 (70 °С)	
Растворимость	в воде 866,89 г/дм ³ (22 °С) хорошо растворим в спирте, эфире, бензоле	
Коэффициент перевода	1ppm=4.6 мг/м ³ (25 °С)	



Воздействие на организм:



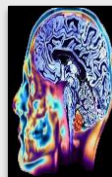
Умеренно опасное вещество (*3 класс опасности*), в организм человека может поступать через дыхательные пути при вдыхании вещества в виде аэрозоли, паров, желудочно-кишечный тракт при попадании пыли, при попадании на кожу и слизистые оболочки глаз, носа, горла



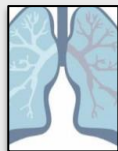
Наиболее поражаемые органы и системы: нервная, сердечно-сосудистая, дыхательная, иммунная, мочеполовая системы, щитовидная железа, печень, почки, селезенка, желудочно-кишечный тракт, глаза, кожные покровы



Обладает сенсibiliзирующим, гонадотропным и эмбриотропным действиями, вызывает острые отравления



Информация о канцерогенном, мутагенном и тератогенном действии е-капролактама на человека отсутствует



Симптомы острого отравления: раздражение и жжение кожных покровов и слизистых оболочек глаз, носа, горла, головные боли, тошнота, недомогание, спутанность сознания, нервное раздражение, дерматит, лихорадка, судороги



Принцип метода определения *ε*-капролактама в водной среде

Принцип метода определения *ε*-капролактама в водной среде основан на *определении ε-капролактама, выделившегося* из образца *в дистиллированную воду*, методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с применением жидкостного хроматографа с диодно-матричным детектором и *количественном определении* методом абсолютной градуировки.

Принцип метода определения *ε*-капролактама в воздушной среде

Принцип определения *ε*-капролактама в воздушной среде основан на *концентрировании ε-капролактама из воздушной среды* в поглотительный прибор с пористой пластинкой, заполненный дистиллированной водой, *анализе поглотительного раствора* методом высокоэффективной жидкостной хроматографии со спектрофотометрическим детектированием и *количественном определении* методом абсолютной градуировки.



Дизайн исследования

1 – Приготовление раствора ϵ -капролактама с концентрацией 10 мкг/см^3 и градуировочных растворов ϵ -капролактама; приготовление водных и воздушных вытяжек



2 – Подбор оптимальных условий хроматографирования (подбор хроматографической колонки и температуры данной колонки, подвижной фазы, скорости элюирования)



3 – Подбор оптимальных условий пробоподготовки для определения ϵ -капролактама в водной и воздушной средах



4 – Набор экспериментальных данных и расчёт расширенной неопределенности методики



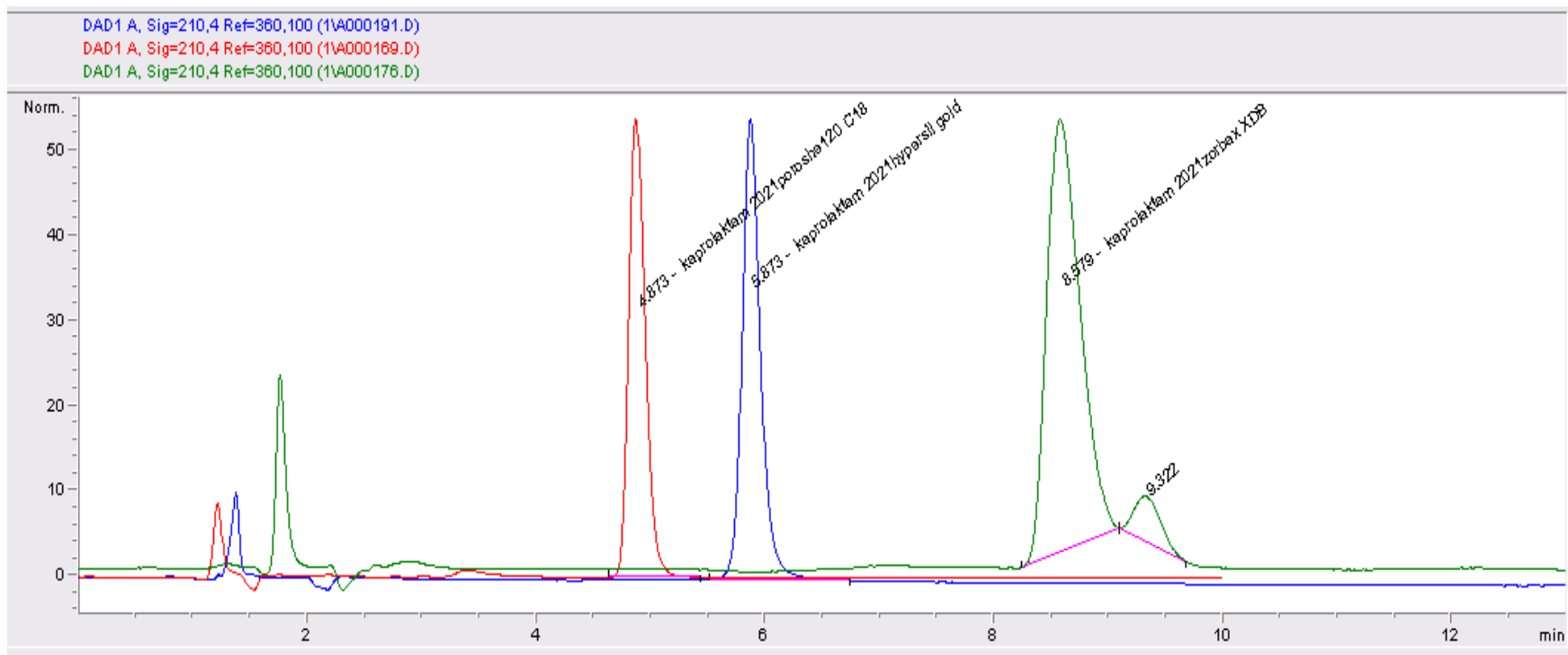
Подбор хроматографических колонок и подвижной фазы для проведения анализа

Площадь пика на хроматограмме, mAU*s (*Время удерживания e-капролактама*)

Ацетонитрил + дистиллированная вода (60:40)	Ацетонитрил + дистиллированная вода (40:60)	Ацетонитрил + дистиллированная вода (20:80)	Ацетонитрил + дистиллированная вода (10:90)	Метанол + дистиллированная вода (60:40)	Метанол + дистиллированная вода (40:60)	Метанол + дистиллированная вода (20:80)	Метанол + дистиллированная вода (10:90)
Хроматографическая колонка Zorbax Eclipse XDB-C18 150×4,6 mm							
366,78430 (2,43 мин)	363,71188 (2,58 мин)	307,28998 (3,87 мин)	314,31512 (7,74 мин)	432,92349 (4,31 мин)	285,79556 (3,98 мин)	277,88007 (8,58 мин)	360,94594 (10,76 мин)
Хроматографическая колонка Poroshell 120 EC-C18 50×4,6 mm							
472,19821 (1,46 мин)	550,00073 (1,64 мин)	535,46741 (2,27 мин)	541,85681 (4,35 мин)	574,70337 (1,78 мин)	569,35022 (2,37 мин)	542,02582 (4,87 мин)	579,95044 (10,06 мин)
Хроматографическая колонка Hypersil Gold 250×4,0 mm							
354,79010 (2,19 мин)	347,66898 (2,39 мин)	356,32373 (3,24 мин)	360,38086 (5,56 мин)	352,54608 (2,47 мин)	359,82236 (3,14 мин)	355,26364 (5,87 мин)	353,38904 (11,02 мин)



Хроматографические пики ϵ -капролактама в зависимости от хроматографических колонок (подвижная фаза: метанол + дистиллированная вода (20:80))





Характеристики хроматографического пика ε-капролактама в зависимости от температуры колонки (массовая концентрация ε-капролактама (0,4 мкг/см³))

Хроматографическая колонка	Подвижная фаза (соотношение по объёму)	Температура колонки, °C	Время удерживания ε-капролактама, t, мин	Площадь пика на хроматограмме, A, mAU*s
Poroshell 120 EC-C18 50×4,6 mm	Метанол + дистиллированная вода (20:80)	20	5,13	21,53304
		25	4,96	21,43392
		30	4,87	21,36068
		35	4,78	21,59620



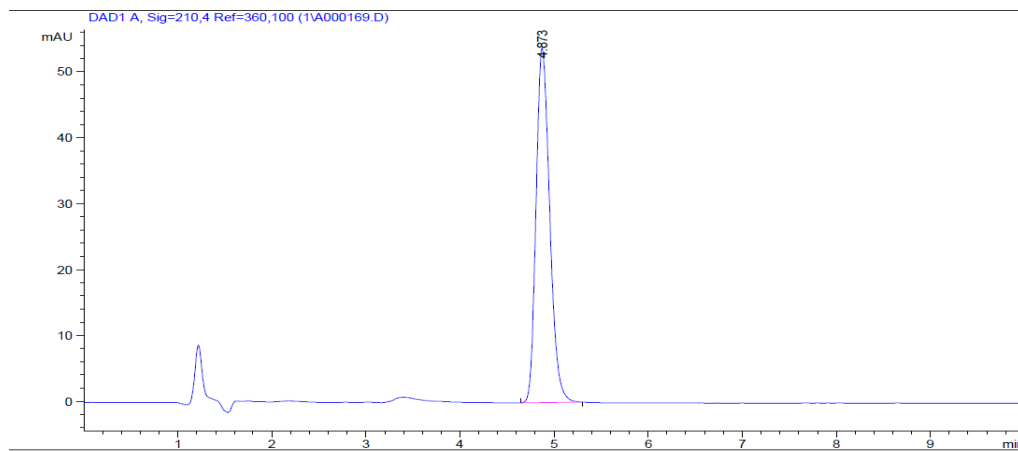
Количественное определение ϵ -капролактама

Оптимальные: хроматографа Agilent 1260	При использовании жидкостного
хроматографическая колонка	Poroshell 120 EC-C18 (50 × 4,6 мм, 2,7 мкм)
подвижная фаза для ВЭЖХ	смесь метанол – вода, в соотношении 20:80, по объему
скорость потока подвижной фазы	0,4 см ³ /мин
температура колонки	30 °С
объем вводимой пробы	10 мм ³
спектр поглощения	210 нм

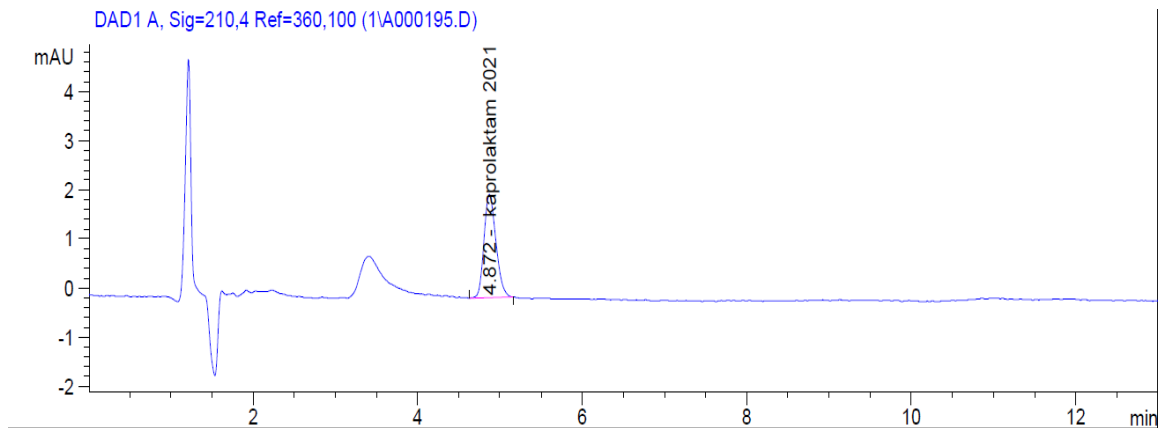




Типичная хроматограмма рабочего раствора ϵ -капролактама с массовой концентрацией 10 мкг/см^3

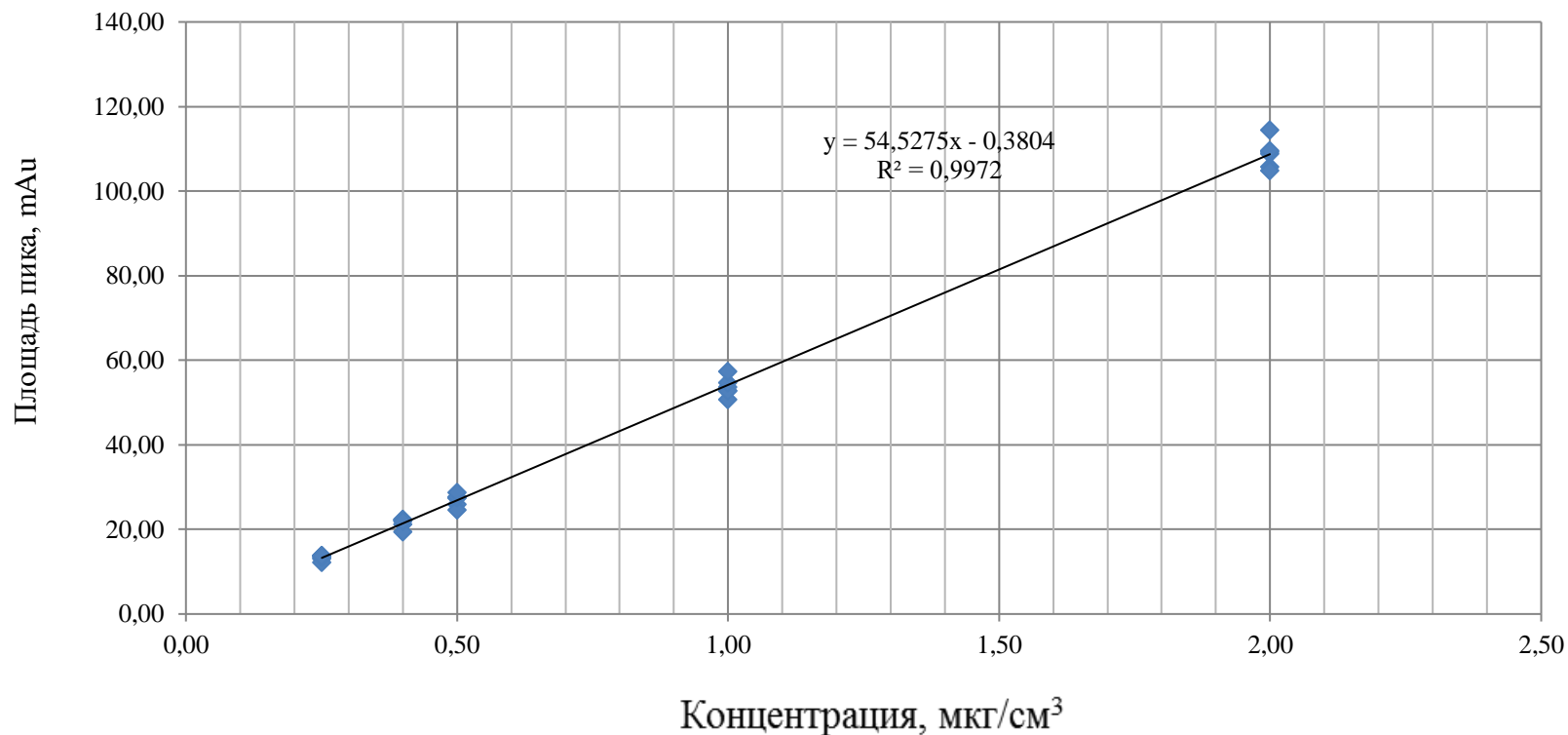


Типичная хроматограмма градуировочного раствора ϵ -капролактама с массовой концентрацией $0,4 \text{ мкг/см}^3$





Градуировочный график зависимости массовых концентраций ε-капролактама в растворе от площади пика на хроматограммах





Диапазон измерений массовых концентраций ϵ -капролактама в водных и воздушных средах из изделий из полиамидов, значения стандартного отклонения повторяемости, воспроизводимости, предела повторяемости, промежуточной прецизионности, относительной расширенной неопределенности методики измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$

Определяемое вещество	Диапазон измерений массовой концентрации, мг/дм ³ (мг/м ³)	Стандартное отклонение повторяемости S_r , %	Предел повторяемости r , %	Стандартное отклонение воспроизводимости $S_{r_{(T0)}}$, %	Предел промежуточной прецизионности $r_{(T0)}$, %	Относительная расширенная неопределенность при $k = 2$ $U(X)$, %
ϵ-капролактама в водных вытяжках	от 0,10 до 2,00	2	6	5	14	42 (для диапазона от 0,10 до 0,25 мг/дм ³)
						18 (для диапазона от 0,25 до 2,00 мг/дм ³)
ϵ-капролактама в воздушных вытяжках	от 0,02 до 0,40	2	6	7	18	47 (для диапазона от 0,02 до 0,05 мг/м ³)
						20 (для диапазона от 0,05 до 0,40 мг/м ³)

Примечание – неопределенность измерений включает в себя неопределенность отбора проб из единичных образцов водной и воздушной вытяжки



Заключение

- ✓ Проведены исследования по подбору условий проведения анализа е-капролактама в водных и воздушных вытяжках.
- ✓ Разработана методика определения е-капролактама в водных и воздушных вытяжках.
- ✓ Проведен набор экспериментальных данных и рассчитана расширенная неопределенность методики.
- ✓ Показано, что нижние границы диапазона измерений разработанной методики соответствуют половине предельно допустимых нормативных значений содержания е-капролактама в водных и воздушных вытяжках.



**Республиканское унитарное предприятие
«Научно-практический центр гигиены»**

**www.certificate.by
www.rspch.by**

Спасибо за внимание

**Республика Беларусь
220012, г. Минск, ул. Академическая, 8
тел.: +375 17 284-13-70, +375 17 284-13-74, факс: +375 17 284-03-45
email: rspch@rspch.by chromatographic@rspch.by**