

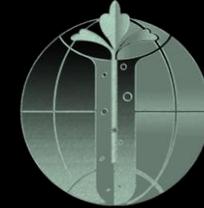
Республиканское унитарное предприятие
«Научно-практический центр гигиены»

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ УРОВНЯ МИГРАЦИИ В ВОЗДУШНУЮ
СРЕДУ Е- КАПРОЛАКТАМА, СОДЕРЖАЩЕГОСЯ В
ИЗДЕЛИЯХ ИЗ ПОЛИАМИДОВ МЕТОДОМ
ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ
ХРОМАТОГРАФИИ**

Лебединская К. С.,
Крымская Т. П.,
Чеботкова Д. В.

www.certificate.by
www.rspch.by
chromatographic@rspch.by

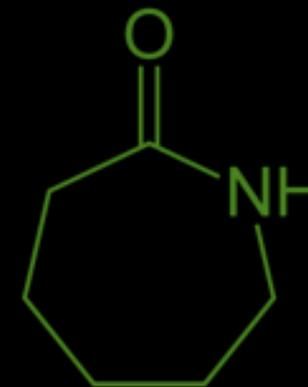
Актуальность



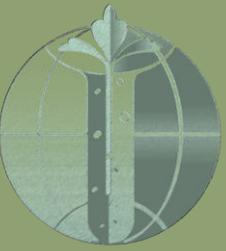
Физико-химические свойства ϵ -капролактама

Наименование соединения	гексагидро-2Н-азепин-2-он (по системе IUPAC)
Традиционное название	ϵ -капролактам
Регистрационный номер CAS	105-60-2
Молекулярная формула	$C_6H_{11}NO$ Белое, гигроскопичное, кристаллическое - <i>в кристаллическом виде</i>
Агрегатное состояние	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

В соответствии с Техническими регламентами значение предельно допустимой концентрации в воздушной среде из товаров, изготовленных из полиамидных материалов, составляет – 0,06 мг/м³.



Взаимодействие на организм человека



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

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

Цель и задачи



Цель работы – разработка методики определения уровня миграции выраженного в единицах массовой концентрации, в воздушную среду ϵ -капролактама методом жидкостной хроматографии с диодно-матричным детектированием.

Задачи:

- разработать условия хроматографического анализа ϵ -капролактама, выделенного из полиамидных изделий;
- провести набор экспериментальных данных и рассчитать метрологические характеристики методики.

Объектами исследований являлись градуировочные растворы с различной массовой концентрацией ϵ -капролактама, модельные пробы, имитирующие воздушные вытяжки из товаров народного потребления, изготовленных из полиамидных материалов.

Дизайн исследования

1 – Приготовление основного раствора и градуировочных растворов е-капролактама; приготовление 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 е-капролактама в воздушных средах



4 – Набор экспериментальных данных и расчёт расширенной неопределенности методики

Принцип метода определения е-капролактама в воздушной среде

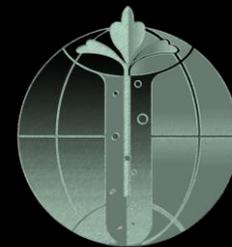
Принцип определения е-капролактама в воздушной среде основан на *концентрировании е-капролактама из воздушной среды* в поглотительный прибор с пористой пластинкой, заполненный дистиллированной водой, *анализе поглотительного раствора* методом высокоэффективной жидкостной хроматографии со спектрофотометрическим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

Приготовление вытяжек для определения миграции е-капролактама в воздушные среды

ТР ТС 007/2011 «О безопасности продукции, предназначенной для детей и подростков»
ТР ТС 008/2011 «О безопасности игрушек»

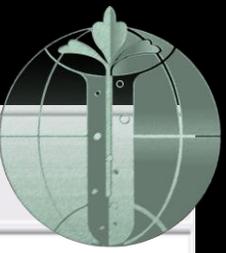
Объекты: игры и игрушки, принадлежности канцелярские или школьные, изделия галантерейные и санитарно-гигиенические из полимерных материалов для ухода за детьми	Объекты: различные виды игрушек	Объекты: различные виды игрушек (Приложение 1 к МУК 4.1/4.3.2038-05)
модельная воздушная среда – статический режим (эксикатор): 100г:1м³, 24 часа, 37°С – динамическом режим (камера-термостат) 100г:1м³, 24 часа, 37°С, воздухообмен 0,5 объем/час	модельная воздушная среда отсутствует информация	модельная воздушная среда – 0,1-1,0 м²/м³, 24 часа, 22±2°С воздухообмен 1,0 объем/час – 100г:1м³, 24 часа, 22±2°С воздухообмен 1,0 объем/час – 0,1 м²/м³, 24 часа, 22±2°С воздухообмен 2,0 объем/час

Подбор хроматографических колонок и подвижной фазы для проведения анализа

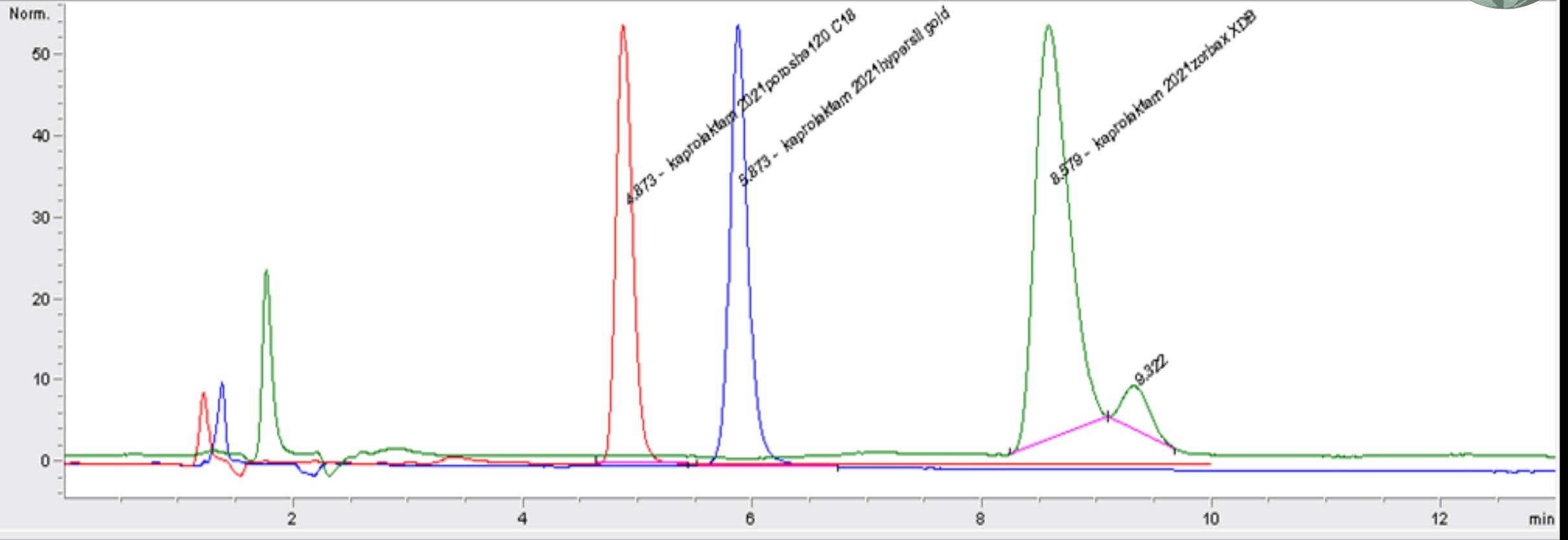


Площадь пика на хроматограмме, mAU*s (Время удерживания ϵ -капролактама)

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)

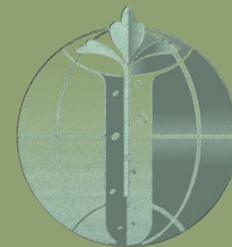


DAD1 A, Sig=210,4 Ref=360,100 (1\A000191.D)
DAD1 A, Sig=210,4 Ref=360,100 (1\A000169.D)
DAD1 A, Sig=210,4 Ref=360,100 (1\A000176.D)



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



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

Условия хроматографирования

Оптимальные: При использовании жидкостного хроматографа Agilent 1260

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 см³/мин

температура колонки

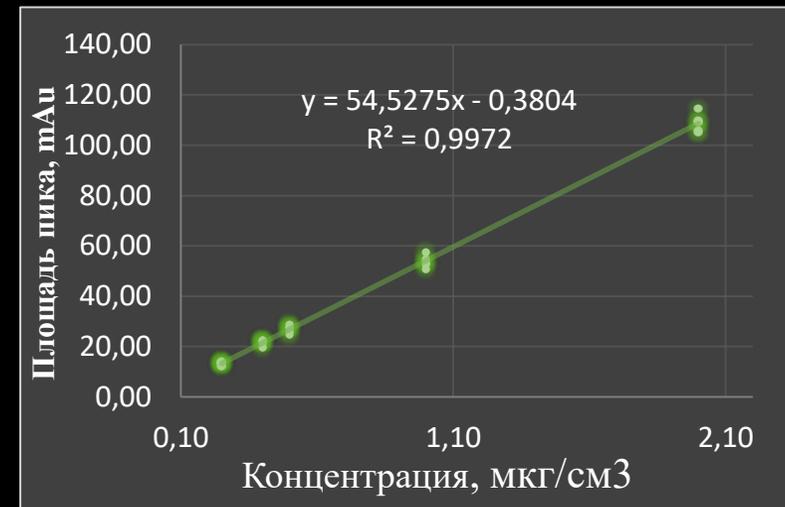
30 °C

объем вводимой пробы

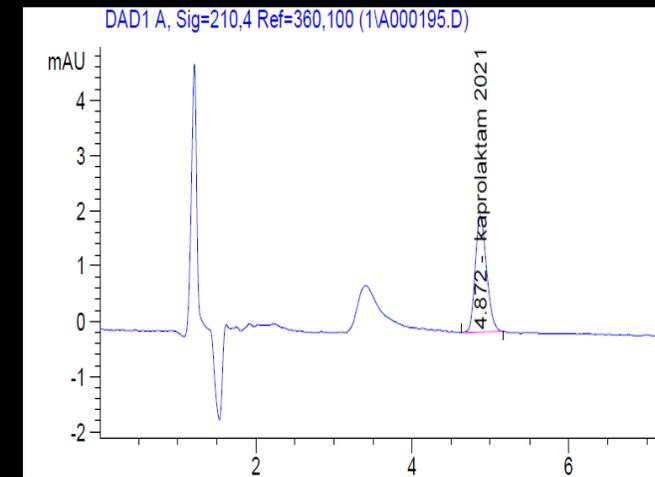
10 мм³

спектр поглощения

210 нм



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



Типичная хроматограмма градуировочного раствора е-капролактама с массовой концентрацией 0,4 мкг/см³

ВЫВОДЫ

- Разработаны условия хроматографического анализа, позволяющие с высокой чувствительностью определять ϵ -капролактамы в воздушных вытяжках с использованием метода высокоэффективной жидкостной хроматографии с применением с диодно-матричным детектированием. Чувствительность методики – **0,02 мг/м³**
- Разработана метрологически аттестованная методика выполнения измерений АМИ.МН 0003-2021 «Массовая концентрация, выделяемого из изделий из полиамидов, в водной и воздушной средах. Методика измерений методом высокоэффективной жидкостной хроматографии»

Диапазон измерений массовых концентраций ϵ -капролактама в воздушных средах из изделий из полиамидов, значения стандартного отклонения повторяемости, воспроизводимости, предела повторяемости, промежуточной прецизионности, относительной расширенной неопределенности методики измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$ $k = 2$

Диапазон измерений массовой концентрации, мг/м ³	Предел повторяемости r , %	Предел промежуточной прецизионности $R_{I(TO)}$, %	Относительная расширенная неопределенность $U(X)$, %
от 0,02 до 0,40	6	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 воздушной вытяжки

- Свидетельство об аттестации методики (метода) измерений № 003/2021 от 29.09.2021.
- Свидетельство о метрологической аттестации методики (метода) измерений № ВУ 00221 от 29.09.2022

