



Республиканское унитарное предприятие «Научно-практический центр  
гигиены»

«Актуальные аспекты профилактической медицины»

**МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВЫХ  
КОНЦЕНТРАЦИЙ АЦЕТОФЕНОНА, АГИДОЛА-40 И  
СУЛЬФЕНАМИДА Ц В ВОДНЫХ ВЫТЯЖКАХ МЕТОДОМ  
ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ  
ХРОМАТОГРАФИИ ДЛЯ ОЦЕНКИ ГИГИЕНИЧЕСКОЙ  
БЕЗОПАСНОСТИ ТОВАРОВ ПОТРЕБЛЕНИЯ**

**Турко Марина Святославовна,  
Станишевская Полина Александровна, Крымская Татьяна Петровна**



При производстве **полимерных материалов** (пластиков, резин, смол и т.д.), из которых сегодня делают многие товары потребления, применяют различные добавки. Некоторые из них являются процессинговыми, другие изменяют свойства полимеров, третьи являются стабилизаторами и защищают полимеры от деструкции (антиоксиданты). Эти добавки не связываются прочно с полимерами и могут мигрировать из них в окружающую среду.



Широко применяемые в мировой химической промышленности добавки, такие как **агидол-40** (первичный антиоксидант), **ацетофенон** (растворитель для пластмасс и смол, катализатора полимеризации олефинов), **сульфенамид Ц** (ускоритель вулканизации резиновых смесей)



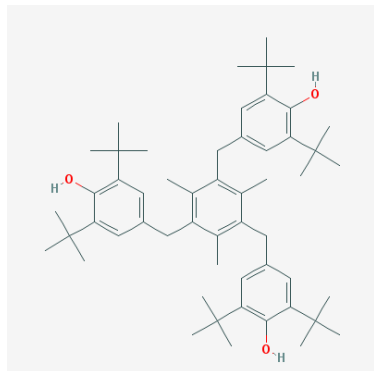


## Нормирование агидола-40, ацетофенона, сульфенамида Ц

Наименование материалов, изделий	Минимально-допустимое количество миграции	Нормативный документ
	Водная среда	
Резино-латексные композиции	сульфенамид Ц 0,4 мг/дм <sup>3</sup>	ТР ТС 007/2011 «О безопасности продукции, предназначенной для детей и подростков»  ТР ТС 008/2011 «О безопасности игрушек»  <b>Гигиенический норматив</b> «Показатели безопасности отдельных видов продукции для детей», утвержденный постановлением Совета Министров Республики Беларусь от 25.01.2021 №37
	агидола-40 1,0 мг/дм <sup>3</sup>	
	Ацетофенон 0,1 мг/дм <sup>3</sup>	

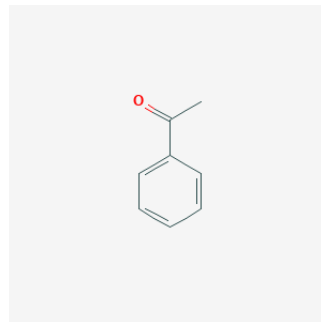


# Структура и физико-химические свойства агидола-40, ацетофенона, сульфенамида Ц



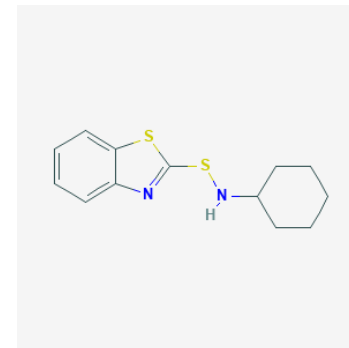
**Агидол-40**

4-[[[3,5-bis[(3,5-ditert-butyl-4-hydroxyphenyl) methyl]-2,4,6-trimethylphenyl] methyl]-2,6-ditert-butylphenol)



**Ацетофенон**

1-phenylethanone  
(Methyl phenyl ketone, Acetylbenzene, Phenyl methyl ketone, Benzoyl methide, Нупноне, Acetylbenzol)



**Сульфенамид Ц**

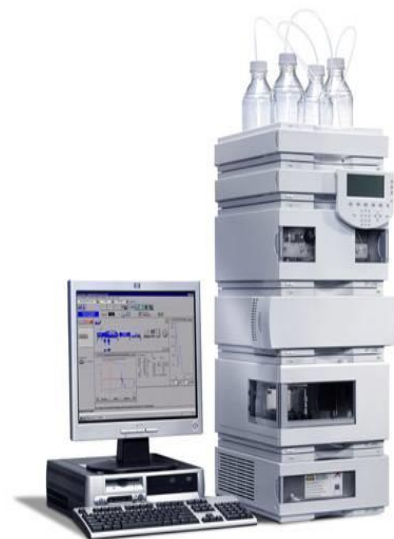
N-(1,3-benzothiazol-2-ylsulfanyl) cyclohexanamine  
(Thiohexam, Accelerator CZ, Santocure, Sulfenax)

Систематическое название	Химическая формула	Молекулярная масса, г/моль	Агрегатное состояние	Растворимость
Агидол-40	$C_{54}H_{78}O_3$	775,22	сухой порошок или крупнокристаллические гранулы	Слабо растворим в воде, но хорошо растворим в органических растворителях
Ацетофенон	$C_8H_8O$	120,15	бесцветная жидкость со сладким апельсиновым или жасминоподобным запахом	Слабо растворим в воде. Хорошо растворим в этаноле, хлороформе, эфире, жирных маслах, глицерине, ацетоне, бензоле, концентрированной серной кислоте
Сульфенамид Ц	$C_{13}H_{16}N_2S_2$	264,4	сухой порошок кремового цвета или крупнокристаллические гранулы	Хорошо растворим в органических растворителях (например в бензоле), не растворим в воде



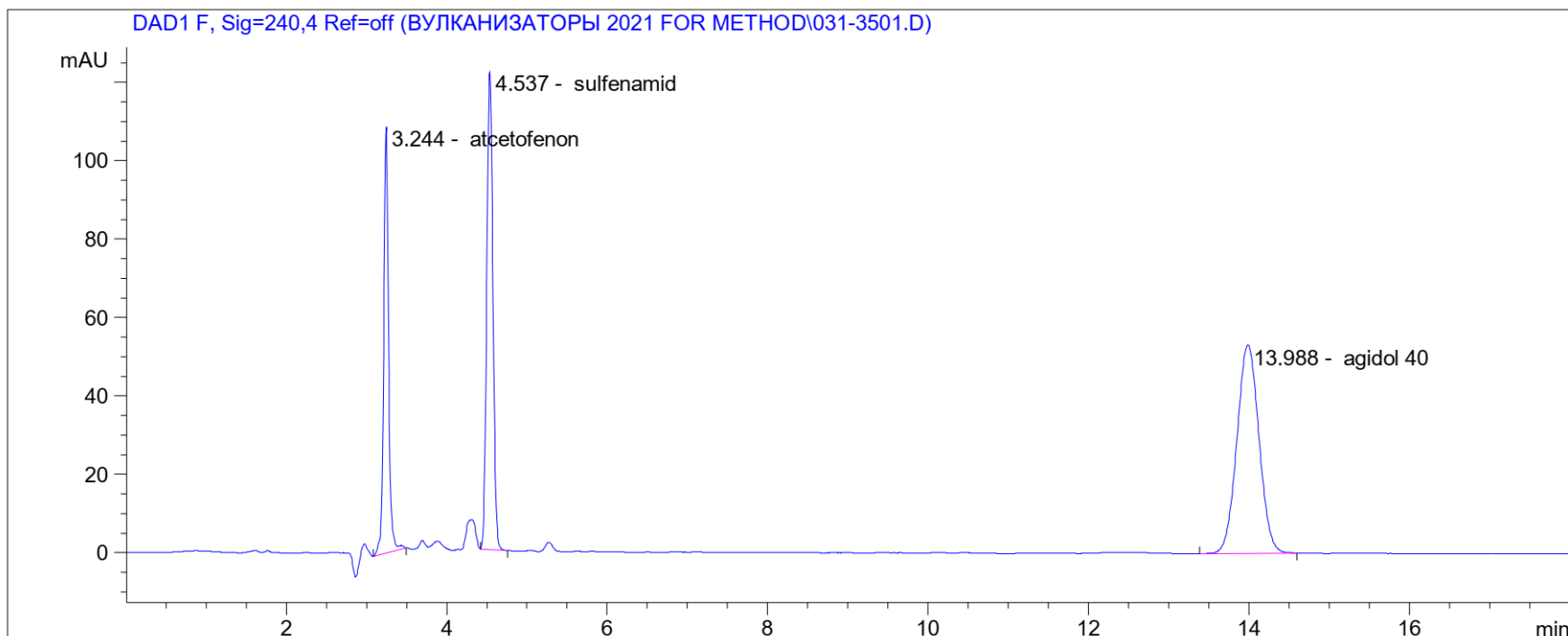
# Количественное определение агидола-40, ацетофенона, сульфенамида Ц

Оптимальные:	
хроматографическая колонка	Nucleodur C18 Pyramid (размеры 150 мм × 2,1 мм, зернение 2,6 мкм)
подвижная фаза для ВЭЖХ	вода: ацетонитрил: 2-пропанол в соотношении 4:74:22, по объему
скорость потока подвижной фазы	0,4 см <sup>3</sup> /мин
температура колонки	25 °С
объем вводимой пробы	5 мкл
Длина волны	240 нм





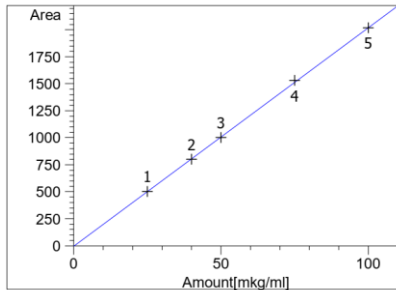
# Хроматограмма смеси стандартных растворов агидола-40, ацетофенона, сульфенамида Ц



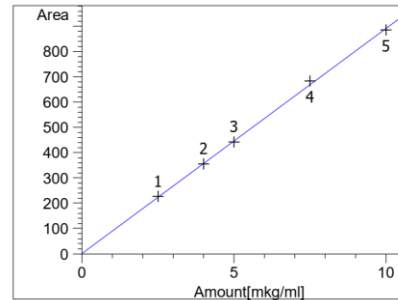
Хроматограмма смеси стандартных растворов соответствующей массовым концентрациям **сульфенамида Ц** — 20,0 мкг/см<sup>3</sup>, **ацетофенона** — 5,0 мкг/см<sup>3</sup>, **агидола-40** — 50,0 мкг/см<sup>3</sup>



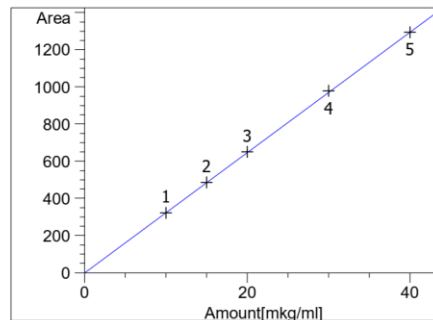
**Градуировочные графики, отражающие зависимость площадей пиков на хроматограммах от их концентраций в растворе в диапазоне от 25,0 мкг/см<sup>3</sup> до 100,0 мкг/см<sup>3</sup> для агидола-40, от 2,5 мкг/см<sup>3</sup> до 10,0 мкг/см<sup>3</sup> для ацетофенона, от 10,0 мкг/см<sup>3</sup> до 40,0 мкг/см<sup>3</sup> сульфенамида Ц**



**Агидол-40**



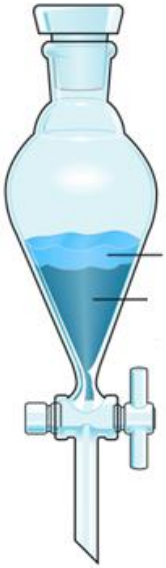
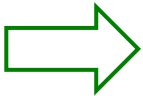
**Ацетофенон**



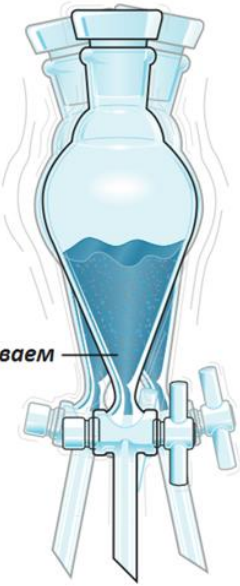
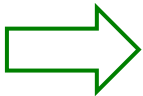
**Сульфенамид Ц**



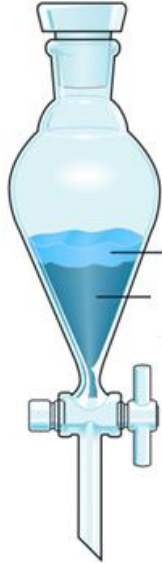
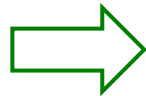
# Пробоподготовка модельных вытяжек для определения массовых концентраций агидола-40, ацетофенона, сульфенамида Ц



50 мл  
водной вытяжки  
30 мл  
хлористого метилена

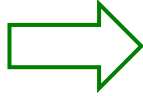


*встряхиваем  
5 мин*



водную фазу на  
повторную экстракцию  
слой хлористого  
метилена собираем

Дихлорметановый  
экстракт  
упаривают при  
температуре 40 °С  
досуа



1 см<sup>3</sup> ACN





## Разработана методика:

**МАССОВЫЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ВУЛКАЦИТА, СУЛЬФЕНАМИДА Ц, АЦЕТОФЕНОНА, АГИДОЛА-40 В ВОДНЫХ ВЫТЯЖКАХ ИЗ ТОВАРОВ ПОТРЕБЛЕНИЯ. Методика измерений методом высокоэффективной жидкостной хроматографии.**





## Метрологические характеристики методики определения массовых концентраций агидола-40, ацетофенона, сульфенамида Ц в водных вытяжках методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Влияние случайных факторов на результат анализа оценивалось прецизионностью, влияние систематических ошибок – правильностью, а неучтенные этими характеристиками факторы, например, неопределенность эталонов и стандартных образцов, приближения и допущения методов испытаний, и т. п. – неопределенностью результатов испытаний.

Вид продукции	Диапазон измерений массовой концентрации, мг/дм <sup>3</sup>	Относительное стандартное отклонение повторяемости $\sigma_r$ , %	Предел повторяемости $r$ , %	Относительное стандартное отклонение промежуточной прецизионности $\sigma_{I(то)}$ , %	Предел промежуточной прецизионности $R_I$ , %	Относительная расширенная неопределенность (P = 95%, k = 2) U (X), %
Товары потребления (водные вытяжки)	Сульфенамид Ц					
	От 0,2 до 0,8 включ.	1	3	11	31	10
	Ацетофенон					
	От 0,05 до 0,20 включ.	2	4	12	33	21
Агидол-40						
От 0,5 до 2,0 включ.	1	6	12	34	15	

**Примечание –** Неопределенность измерений включает в себя неопределенность отбора проб из единичных образцов водной среды; средняя степень извлечения для вулкацита составила 98,2 %, сульфенамида Ц – 96,3 %, ацетофенона – 83,2 %, агидола-40 – 86,1 %.



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

[www.certificate.by](http://www.certificate.by)  
[www.rspch.by](http://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](mailto:rspch@rspch.by) [chromatographic@rspch.by](mailto:chromatographic@rspch.by)