

ИННОВАЦИОННЫЙ ПОДХОД К КОНТРОЛЮ БИОЦИДОВ В ВОДНО-ДИСПЕРСИОННЫХ ЛАКОКРАСОЧНЫХ МАТЕРИАЛАХ. РАЗРАБОТКА И ВНЕДРЕНИЕ МЕТОДИКИ



Контроль содержания биоцидов в водно-дисперсионных лакокрасочных материалах (ВД ЛКМ), подверженных микробиологическому заражению и порче, — критически важная задача для обеспечения стабильности продукции, эффективности консервации и безопасности. Специалисты аналитической лаборатории ООО «Неохим» разработали и внедрили в повседневную практику оригинальную методику количественного определения остаточного содержания активных действующих веществ биоцидов в готовых ВД ЛКМ методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ), отвечающую строгим требованиям современных стандартов.

Необходимость надежного количественного анализа содержания активных действующих веществ биоцидов неоспорима для решения многих задач, в том числе для:

- контроля качества — гарантии соответствия заявленных концентраций в выпускаемой продукции ВД ЛКМ;

- мониторинга стабильности биозащиты — отслеживания изменения концентрации биоцидов при хранении ВД ЛКМ во времени, а также в зависимости от физико-химических параметров среды;
- мониторинга зависимости эффективности биозащиты от концентрации биоцида в ВД ЛКМ;
- подбора эффективной концентрации биоцида, обеспечивающей пролонгированную защиту от микробиологического заражения и порчи;
- сравнительного анализа — оценки эффективности биоцидов от разных производителей;
- при возникновении арбитражных ситуаций — для объективного решения споров при возвратах некондиционной продукции (неликвидов), связанных с недостаточной защитой от микробиологического заражения и порчи.

Предлагаемая методика позволяет определять активные действующие вещества

биоцидов группы изотиазолинонов: 5-хлор-2-метил-4-изотиазолин-3-он (СМІТ), 2-метил-4-изотиазолин-3-он (МІТ), 2-октил-4-изотиазолин-3-он (ОІТ), 1,2-бензизотиазол-3-он (ВІТ) 4,5-дихлоро-2-октил-4-изотиазолин-3-он (ДСОІТ), а также 3-йодо-2-пропинил-N-бутил-карбамат (ІРВС) и формальдегида в ВД ЛКМ на уровне их рабочих концентраций, обеспечивая необходимую чувствительность для всестороннего контроля.

Соответствие стандартам

Разработка и валидация методики выполнены в строгом соответствии с требованиями:

- ГОСТ 1.5-2001 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила построения, изложения, оформления и обозначения».
- ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения».



КЛЮЧЕВЫЕ ЭТАПЫ РАЗРАБОТКИ МЕТОДИКИ

Пробоподготовка, выделение аналита

- Разделение фаз: подобраны коагулянты и условия (рН, температура) для максимального отделения матричных компонентов ВД ЛКМ и разделения на твердую и жидкую фазы.
- Экстракция активных действующих веществ биоцидов: подобрана система экстрагентов и условия экстракции целевых соединений, рассчитан индивидуальный коэффициент экстракции для

определяемых активных действующих веществ биоцидов.

- Фильтрация: разработаны условия механического разделения жидкой и твердой фаз для получения чистой пробы для анализа.
- Концентрирование аналита: доведение пробы до необходимой концентрации для детектирования.

Подбор условий хроматографического разделения

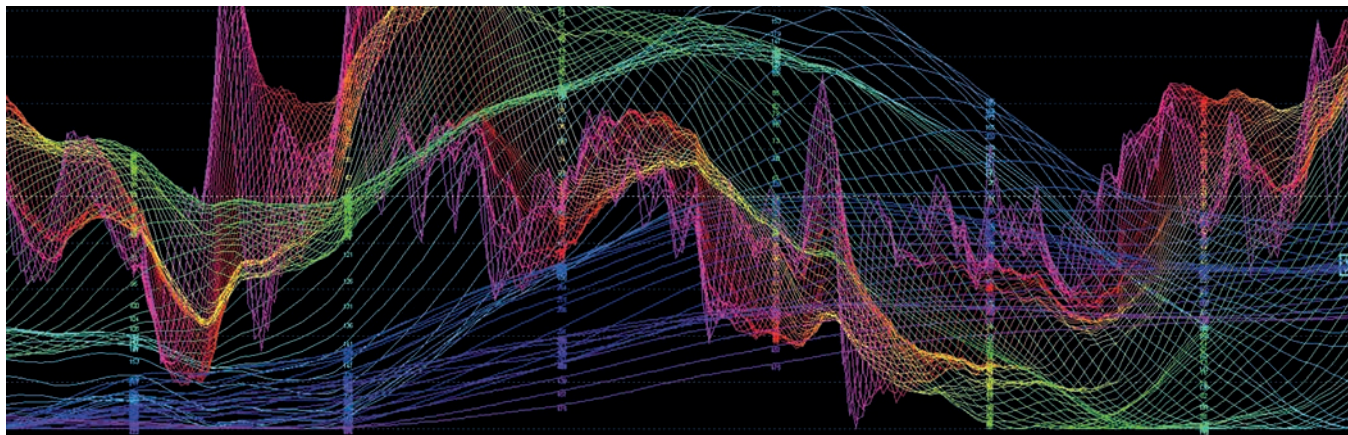
Подбор подвижной фазы: подобрана оптимальная элюентная система в режиме градиента, обеспечивающая постоянное время удерживания целевых активных действующих веществ биоцидов, что критично для точной идентификации и количественного определения.

Подбор условий детектирования и калибровка

- Применение детектора DAD (диодной матрицы) с возможностью регистрации спектра поглощения для каждого активного действующего вещества биоцида, обеспечивающего постоянный идентификационный контроль.
- Подобран интервал рабочих концентраций, в котором соблюдается линейная зависимость сигнала детектора от концентрации, путем определения линейного диапазона зависимости концентрации от площади хроматографического сигнала.
- Калибровка: построены калибровочные графики с использованием стандартных образцов (например, Sigma Aldrich, США). Коэффициент корреляции при 95%-ной вероятности составлял 0,999. Стандартное отклонение (СКО) не превышало 3%.

Оценка эффективности пробоподготовки

Методом «введено–найдено» была рассчитана средняя степень экстракции активных действующих веществ биоцидов из матрицы ВД ЛКМ, составившая 70%. Этот показатель подтверждает эффективность разработан-



ной процедуры пробоподготовки для количественного анализа и учитывается при расчете концентрации активных действующих веществ биоцидов (коэффициент экстракции).

Подтверждение воспроизводимости и прецизионности результатов

Ключевым этапом стала проверка воспроизводимости:

- Повторяемость параллельных определений — методика показала высокую степень воспроизводимости значений площадей хроматографических пиков на уровне концентраций в мкг/мл.
- Стабильность времени удерживания — смещение времени удерживания целевых пиков в параллельных измерениях составляло менее 1%, что свидетельствует об исключительной стабильности хроматографической системы и условий анализа.

ПРЕИМУЩЕСТВА И ВОЗМОЖНОСТИ РАЗРАБОТАННОЙ МЕТОДИКИ

- Высокая чувствительность: определение активных действующих веществ биоцидов на уровне рабочих концентраций и ниже.
- Высокая воспроизводимость и прецизионность: надежные и сопоставимые результаты.
- Селективность: возможность одновременного определения и разделения MIT, CMIT, BIT, OIT, DCOIT, IPBC и формальдегида в одном анализе.
- Широкий спектр применения.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Разработанная оригинальная методика количественного определения активных действующих веществ биоцидов в ВД ЛКМ методом ВЭЖХ представляет собой надежный инструмент для аналитического контроля готовой продукции в лакокрасочной промышленности. Соответствие государственным стандартам, высокая чувствительность, воспроизводимость и селективность делают ее востребованной для многих процессов, в том числе для:

- обеспечения стабильного качества выпускаемой продукции — регулярного входного и выходного контроля;
- мониторинга стабильности — исследования динамики содержания активных действующих веществ биоцидов при длительном хранении и в различных условиях;
- идентификации состава — определения качественного и количественного состава биоцидных добавок в продукте;
- предоставления объективных данных при спорных ситуациях.

Проверка продукции ВД ЛКМ с помощью данной методики на базе аналитической лаборатории ООО «Неохим» позволяет существенно повысить уровень контроля качества и безопасности выпускаемой продукции, минимизировать риски микробиологического заражения и порчи, укрепить доверие потребителей.

На правах рекламы.