ЛЕВЧИК ВАЛЕНТИНА МИХАЙЛІВНА. Назва дисертаційної роботи: "РІДИННЕ МІКРОЕКСТРАКЦІЙНЕ КОНЦЕНТРУВАННЯ РЯДУ БЕНЗОФЕНОНІВ І ПАРАБЕНІВ З ГАЗОХРОМАТОГРАФІЧНИМ ДЕТЕКТУВАННЯМ"

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ, МОЛОДІ ТА

СПОРТУ УКРАЇНИ

КИЇВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ

ІМЕНІ ТАРАСА ШЕВЧЕНКА

На правах рукопису

Левчик Валентина Михайлівна

УДК 543.05: 543.544: 547.594

РІДИННЕ МІКРОЕКСТРАКЦІЙНЕ КОНЦЕНТРУВАННЯ РЯДУ

БЕНЗОФЕНОНІВ І ПАРАБЕНІВ З ГАЗОХРОМАТОГРАФІЧНИМ

ДЕТЕКТУВАННЯМ

02.00.02 – аналітична хімія

Дисертація на здобуття наукового ступеню

кандидата хімічних наук

Науковий керівник

Зуй Марина Федорівна

кандидат хімічних наук, доцент

Київ – 2016

2

ЗМІСТ

Стор.

ПЕРЕЛІК УМОВНИХ ПОЗНАЧЕНЬ 5

ВСТУП 7

РОЗДІЛ 1. ОГЛЯД ЛІТЕРАТУРИ

1.1. Мікроекстракційні методи концентрування

15

15

1.1.1. Рідинна мікроекстракція, особливості проведення, типи, параметри

оптимізації

16

1.1.2. Твердофазна мікроекстракція, типи, особливості проведення, параметри

оптимізації

22

1.2. Бензофенони, фізико-хімічні властивості, токсичність, застосування 26

1.3. Основні методи концентрування та визначення бензофенонів 31

1.4. Парабени, фізико-хімічні властивості, метаболізм, токсичність,

застосування

37

1.5. Основні методи концентрування та визначення парабенів 41

Висновки до розділу 1 53

РОЗДІЛ 2. ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА 55

2.1. Використані реагенти та апаратура, об’єкти дослідження 55

2.2. Приготування розчинів 56

2.3. Проведення капілярної та дисперсійної мікроекстракції бензофенонів і

парабенів

57

2.4. Побудова градуювальних розчинів для ГХ визначення концентрацій

бензофенонів та парабенів

60

2.5. Формули для розрахунку 63

2.6. Оптимізація умов газохроматографічного визначення з полуменевоіонізаційним детектуванням

64

2.7. Оптимізація умов газохроматографічного визначення сполук з масспекрометричним детектуванням та викосоефективна рідинна хроматографія з

ультрафіолетовим детектуванням

69

3

Висновки до розділу 2 71

РОЗДІЛ 3. РІДИННА МІКРОЕКСТРАКЦІЯ БЕНЗОФЕНОНІВ 72

3.1. Встановлення умов капілярної мікроекстракції бензофенонів 72

3.2.Оптимізація умов дисперсійної мікроекстракції бензофенонів 76

3.3. Встановлення умов дериватизації гідроксилвмісних дифенілкетонів

оцтовим ангідридом та дисперсійної мікроекстракції ацильованих продуктів

89

3.4. Оцінка кількісних параметрів дисперсійної мікроекстракції, ГХ/ПІД

визначення бензофенонів та продуктів ацилювання

103

Висновки до розділу 3 107

РОЗДІЛ 4. РІДИННА МІКРОЕКСТРАКЦІЯ ПАРАБЕНІВ 109

4.1. Оптимізація умов капілярної мікроекстракції парабенів 109

4.2. Вибір оптимальних умов дисперсійної мікроекстракції парабенів 113

4.3. Встановлення оптимальних умов дисперсійної мікро екстракції парабенів з

попереднім ацилюванням

126

4.4. Порівняння дисперсійної мікроекстракції неацильваних і ацильваних

парабенів

139

Висновки до розділу 4 142

РОЗДІЛ 5. ВСТАНОВЛЕННЯ УМОВ І ВИКОРИСТАННЯ МЕТОДИК

МІКРОЕКСТРАКЦІЙНОГО КОНЦЕНТРУВАННЯ ПАРАБЕНІВ І

БЕНЗОФЕНОНІВ ПРИ АНАЛІЗІ РЕАЛЬНИХ ЗРАЗКІВ

144

5.1. Визначення заважаючого впливу неорганічних та органічних сполук 144

5.2. Методики ГХ/ПІД визначення бензофенонів у фармацевтичних,

косметичних виробах, водах, біорідинах

147

5.3. Методики ГХ/ПІД визначення парабенів у фармацевтичних, косметичних

виробах, водах різного типу

159

Висновки до розділу 5 166

ВИСНОВКИ 167

4

СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ 169

СПИСОК ОПУБЛІКОВАНИХ ПРАЦЬ ЗА ТЕМОЮ ДИСЕРТАЦІЇ 201

ДОДАТОК А 204

ДОДАТОК Б 207

ДОДАТОК В 214

5

ПЕРЕЛІК УМОВНИХ ПОЗНАЧЕНЬ

Ас2О − оцтовий ангідрид

ААС − атомно-абсорбційна спектрометрія

АЕС − атомно-емісійна спектрометрія

БФ − бензофенон

БФ-1 − 2,4-дигідроксибензофенон (бензофенон-1)

БФ-3 − 2-гідрокси-4-метоксибензофенон (бензофенон-3)

БФ-2 − 2,2', 4,4'-тетрагідроксибензофенон (бензофенон – 2)

БФ-6 −2,2'-дигідрокси-4,4'-диметоксибензофенон (бензофенон-6)

БФ-8 − 2,2'-дигідрокси-4-метоксибензофенон (бензофенон - 8)

БФ-10 − 2-гідрокси-4-метокси-4'-метилбензофенон (бензофенон-10)

БФ-4 − 2-гідрокси-4-метоксибензофенон-5-сульфокислота

(бензофенон-4)

БФ-ОН − бензгідроль (дифенілметанол)

БФ-2ОН − 2-гідроксибензофенон

БФ-4ОН − 4-гідроксибензофенон

БФ-4,4'ОН − 4,4'-дигідроксибензофенон

БФ-2,3,4ОН − 2,3,4-тригідрокибензофенон

БФ-2,4,4'ОН − 2,4,4'-тригідроксибензофенон

БСА − N,O-біс(триметилсиліл)-ацетамід

БСТФА − N,O-біс-(триметилсилил)трифторацетамід

ТСТФА −N-метил-N-(триметилсиліл)трифтороацетамід

МЕ − мікроекстракція

РМЕ − рідинна мікроекстракція

ТФМЕ − твердофазна мікроекстракція

ВЕРХ − високоефективна рідинна хроматографія

ВЕРХ/УФ − високоефективна рідинна хроматографія з ультрафіолетовим

детектуванням

ВЕРХ/МС − високоефективна рідинна хроматографія з масспектрометричним детектуванням

ГГ − градуювальний графік

ГМДС − гексаметилдисилазан

ГХ − газова хроматографія

6

ГХ/ПІД − газова хроматографія з полуменево-іонізаційним

детектуванням

ГХ/МС − газова хроматографія з маспекрометричним детектуванням

D − коефіцієнт розподілу

ДР − добуток розчинності

ДА − дериватизуючий агент

К − коефіцієнт концентрування

КЕФ − капілярний електрофорез

R − ступінь вилучення

ІЗП/МС − мас-спектрометрія з індуктивно зв’язаною плазмою

МАЛДІ/МС − мас-спекрометрія з матрично активованою лазерною

десорбцією/іонізіцією

МВ − межа виявлення

МКВ − межа кількісного визначення

FDA − управління по контролю якості харчових продуктів та ліків

США (Food and Drug Administration)

R2

− коефіцієнт кореляції градуювального графіка

ЄС − Європейська спільнота (European Communities, ЕС)

7

ВСТУП

Актуальність теми. Виробництво різноманітної промислової продукції

обумовлює обов’язкове включення до її складу консервантів і стабілізаторів, що

сприяють її збереженню і запобігають окисненню і розкладу. В якості консервантів

широко використовують парабени і бензофенони. Бензофенони застосовують як

сонцезахисні засоби, так звані УФ-фільтри, парабени завдяки антимікробним

властивостям − як антисептики. До недавнього часу ці речовини вважалися

нешкідливими для живих організмів. Однак останні дослідження показали, що

навіть мікрокількості парабенів і бензофенонів можуть викликати алергічні

реакції, мають токсичну дію на ендокринну, репродуктивну системи, деякі

представники цих сполук можуть призводити до онкозахворювань. Тому контроль

за їх вмістом в промисловій продукції, екологічних і біологічних зразках є

необхідним при виробництві, а також при еко- та біомоніторингу.

Для визначення мікрокількостей парабенів і бензофенонів необхідно

застосовувати сучасні високоефективні методи пробопідготовки, що можна

поєднати з високочутливими і селективними методами детектування. Вилучення

парабенів і бензофенонів проводять рідинною і твердофазною екстракцією,

мікроекстракцією. Однак недоліками рідинної екстракції є використання великих

об’ємів зразків і органічних розчинників, повільне розділення фаз. Недоліками

твердофазної екстракції і мікроекстракції є висока вартість сорбентів та пристроїв

для сорбції, повільне встановлення екстракційної рівноваги (до 4 год). Перевагами

рідинної мікроекстракції (МЕ), а саме капілярної і дисперсійної, є простота,

експресність, дешевизна, використання малих кількостей зразків (0,05 − 10 мл) і

органічних розчинників (0,02 − 1 мл), високі ступені вилучення і коефіцієнти

концентрування, легкість поєднання з хроматографічними методами детектування.

Оскільки при газохроматографічному детектуванні мікрокількостей

парабенів і бензофенонів утворюються широкі несиметричні піки внаслідок

наявності високополярних гідрокси- і метоксигруп, для покращення

хроматографічних властивостей сполук мікроекстракційне вилучення поєднують з

8

дериватизацією. При цьому утворюються похідні, які є менш полярними,

більш термостійкими і леткими, що приводить до утворення більш вузьких і

симетричних хроматографічних піків, до більш повного вилучення та вищої

чутливості газохроматографічного (ГХ) детектування, а перетворення речовин в

ацильовані похідні у водному розчині значно спрощує дериватизацію при аналізі

зразків, що мають водну основу.

В літературі відсутнє поєднання дисперсійної мікроекстракції бензофенонів

з дериватизацією ангідридами аліфатичних карбонових кислот у водному розчині,

а відомі методи перетворення у силільні похідні потребують створення безводного

середовища, що ускладнює пробопідготовку. Ступені вилучення продуктів

дериватизації парабенів оцтовим ангідридом при дисперсійній МЕ є недостатніми

для ГХ визначення мікрокількостей. Тому нами для підвищення повноти

вилучення та чутливості ГХ визначення з полуменево-іонізаційним детектуванням

(ПІД) була запропонована дериватизація парабенів пропіоновим ангідридом.

Таким чином, створення нових мікроекстракційних систем, що поєднують

концентрування парабенів і бензофенонів з водних середовищ з дериватизацією

ангідридами аліфатичних карбонових кислот і дослідження можливості їх

практичного застосування для газохроматографічного визначення сполук є

актуальною задачею.

Зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами. Дисертаційну

роботу виконано на кафедрі аналітичної хімії хімічного факультету Київського

національного університету імені Тараса Шевченка згідно з темами № 06БФ037-06

“Комбіновані та гібридні методи аналізу із застосуванням адсорбентів,

композиційних матеріалів та міцелярних екстрагентів” (№ держреєстрації

0106U005891), № 11БФ037-04П “Органомінеральні наноматеріали та

супрамолекулярні системи для вилучення, концентрування та визначення аналітів

різної природи” (№ держреєстрації 0111U006261), № 14БП037-02 “Високочутливі

зонди, супрамолекулярні системи, наноматеріали і сорбенти для екологічного

моніторингу, контролю якості продуктів харчування і ліків, а також клінічного

аналізу” (№ держреєстрації 0114U003554).

9

Метою роботи було розробити прості, експресні, дешеві та надійні

методи рідинного мікроекстракційного концентрування ряду бензофенонів і

парабенів з водних розчинів з подальшим їх газохроматографічним визначенням.

Для досягнення цієї мети необхідно було вирішити наступні задачі:

− встановити оптимальні умови рідинної капілярної і дисперсійної

мікроекстракції бензофенонів і парабенів (природа і кількість органічних

розчинників, температура, час, вплив рН та вмісту висолювача);

− визначити можливість поєднання дисперсійної мікроекстракції з

дериватизацією бензофенонів і парабенів у водному розчині. Встановити вплив

природи органічних розчинників, їх об’єму, температури, часу мікроекстракції,

кількості дериватизуючого реагента, впливу рН, вмісту висолювача на повноту

проведення ацилювання та мікроекстракції;

− розрахувати кількісні характеристики капілярної, дисперсійної

мікроекстракції, ГХ/ПІД визначення бензофенонів, парабенів та їх ацильованих

похідних: ступені вилучення, коефіцієнти концентрування, коефіцієнти розподілу,

межі виявлення, діапазон лінійності з метою встановлення найбільш ефективних

мікроекстракційних систем для концентрування бензофенонів і парабенів з водних

розчинів. Підібрати критерій для вибору екстракційного і диспергуючого

розчинників в рідинній мікроекстракції;

− реалізувати виявлені переваги мікроекстракційних систем при розробці

методик мікроекстракційного концентрування бензофенонів та парабенів з

наступним їх ГХ/ПІД визначенням при аналізі вод різного типу, біологічних рідин,

косметичних засобів, фармацевтичних препаратів.

Об’єкти дослідження. Процеси двохфазної рідинної капілярної і

дисперсійної мікроекстракції парабенів і бензофенонів з водних розчинів з

використанням поліпропіленового мембранного капіляру і екстракційного

розчинника або суміші двох органічних розчинників: екстракційного і

диспергуючого.

Предмет дослідження. Вплив природи, кількості органічних розчинників,

часу мікроекстракції і дериватизації, рН, температури, вмісту висолювача на

10

повноту дериватизації і вилучення, чутливість ГХ визначення

бензофенонів і парабенів.

Методи дослідження. При дослідженні розподілу парабенів, бензофенонів, їх

ацилпохідних і при розробці аналітичних методик використовували ГХ/ПІД метод;

для перевірки правильності розроблених методик для визначення парабенів і

бензофенонів в природних водах, фармацевтичних препаратах використовували

методи ВЕРХ/УФ і ГХ/МС; структура синтезованих ацетильованих 2-гідрокси-4-

метоксибензофенону (бензофенон-3, БФ-3), 2,4-дигідроксибензофенону

(бензофенону-1, БФ-1), 2-гідроксибензофенону (БФ-2ОН) доведена методом

1H

ЯМР-спектроскопії.

Наукова новизна одержаних результатів полягає у розробці нових

мікроекстракційних систем для вилучення і концентрування мікрокількостей

бензофенонів і парабенів з водних розчинів з наступним їх ГХ визначенням.

Показано, що при вилученні бензофенону (БФ), дифенілметанолу

(бензгідролю, БФ-ОН), 2-гідроксибензофенону, бензофенону-3 з водних розчинів

методом дисперсійної мікроекстракції слід використовувати суміш хлороформ –

метанол (1 : 7, об.) при рН 4,0 – 6,0 у присутності 5 % хлориду натрію при часі

екстракції 5 хв. Коефіцієнти концентрування, (К) і ступені вилучення, (R) є в 1,5 –

2,5 рази вищими порівняно з капілярною мікроекстракцією і становлять K ≈110 –

200.

Доведено, що при дисперсійній мікроекстракції суміші

2-гідроксибензофенону, бензофенону-3, 2,4-дигідроксибензофенону з водних

розчинів ступені вилучення і коефіцієнти концентрування після ацилювання

оцтовим ангідридом є в 1,2 − 1,5 рази вищими порівняно з неацильованими

бензофенонами. Встановлено, що повне перетворення бензофенонів в ацетильовані

похідні відбувається при 300-кратному мольному надлишку оцтового ангідриду та

20-відсотковому вмісті ацетонітрилу, а вилучення сполук слід проводити сумішшю

тетрахлорметан – метанол (1 : 12, об.) при рН 10,0 – 12,0 впродовж 5 хв.

Коефіцієнти концентрування при цьому становлять K ≈ 160 – 215.

11

Встановлено, що при дисперсійній мікроекстракції метил-, етил-,

пропілпарабенів ступені вилучення (R ≈ 50 – 70 %) і коефіцієнти концентрування

(K ≈ 50 – 80) є у 1,5 – 3 рази вищими порівняно з капілярною. Вилучення

парабенів слід проводити сумішшю хлороформ – ацетон (1 : 7, об.) при рН 3,0 – 6,0

у присутності 10 % натрій хлориду впродовж 5 хв.

Доведено, що при дисперсійній мікроекстракції продуктів ацилювання

метил-, етил-, пропіл-, бутилпарабенів пропіоновим ангідридом ступені вилучення

(R ≈ 92 – 98 %) і коефіцієнти концентрування (K ≈ 280 – 320) збільшуються в 1,5 –

10 разів порівняно з недериватизованими сполуками. Для повного переведення

парабенів у пропіонільні похідні достатньо 30-кратного мольного надлишку

пропіонового ангідриду при рН 8,0 – 9,0 у присутності 5 % натрій хлориду, при

мікроекстракції слід використовувати суміш хлороформ – ацетонітрил (1 : 6, об.)

впродовж 5 хв.

Показано, що значення міри спорідненості між сполуками і екстрагентом

(Ra) не більше 10, а також значення різниці між параметрами розчинності

Гільдебранда (∆δ) сполук і екстрагентів не більше 4 вказують на високу

спорідненість парабенів до дихлорметану і хлороформу, а бензофенонів – до

хлороформу і тетрахлорметану, що підтверджено експериментально ступенями

вилучення R ≈ 70 – 99 %. Значення різниці між параметрами Гільдебранда (∆δ)

екстрагентів і диспергаторів не більше 12, а також міри спорідненості (Ra)

диспергаторів до екстрагентів не більше 27 вказують на високу диспергуючу дію

розчинників і можливість їх використання при дисперсійній мікроекстракції.

Встановлено, що при дисперсійній мікроекстракції ацильованих парабенів

логарифм коефіцієнта розподілу log D лінійно зростає при збільшенні

молекулярної маси, коефіцієнта ліпофільності log Р, і log D лінійно зменшується з

підвищенням розчинності сполук у воді. Таким чином, ефективність

мікроекстракції речовин зростає зі збільшенням їх молекулярної маси і

гідрофобності.

Практичне значення одержаних результатів. Розроблено методики

мікроекстракційного вилучення бензофенону, дифенілметанолу, 2-

12

гідроксибензофенону, бензофенону-3 з косметичної продукції, сечі і вод

різного типу з подальшим ГХ/ПІД детектуванням. Межі виявлення становлять

0,02 мкг/мл для бензофенону, 0,03 мкг/мл для 2-гідроксибензофенону і

бензофенону-3, 0,08 мкг/мл для дифенілметанолу. Діапазон лінійності становить

0,05 – 2,0 мкг/мл для всіх сполук при Sr ≤ 10%.

Розроблено методики одночасної дериватизації оцтовим ангідридом і

мікроекстракційного вилучення мікрокількостей бензофенону-1, бензофенону-3,

2-гідроксибензофенону з водних розчинів з наступним їх ГХ/ПІД визначенням в

косметичній продукції і водах різних типів. Межі виявлення дорівнюють 0,003

мкг/мл для 2-гідроксибензофенону і бензофенону-3, 0,01 мкг/мл для

бензофенону-1. Діапазон лінійності становить 0,003 – 2,00 мкг/мл для всіх

сполук при Sr ≤ 10%.

Розроблено методики одночасної дериватизації пропіоновим ангідридом і

мікроекстракційного вилучення мікрокількостей метил-, етил-, пропіл-,

бутилпарабенів з водних розчинів з наступним їх ГХ/ПІД визначенням в

косметичних, фармацевтичних продуктах і різних типах вод. Межі виявлення

дорівнюють 0,01 мкг/мл для метилпарабену, 0,003 мкг/мл для етилпарабену та

0,002 мкг/мл для пропіл- і бутилпарабенів. Діапазон лінійності становить 0,03 –

5,00 мкг/мл для метилпарабену, 0,01 – 5,00 мкг/мл для етилпарабену та 0,005 – 5,00

мкг/мл для пропіл- і бутилпарабенів при Sr ≤ 10%.

Перевагами всіх розроблених методик порівняно з аналогами є простота (не

потребують додаткових пристроїв), експресність (час екстракції і дериватизації

5 – 10 хв), низька собівартість, екобезпечність (кількість органічних розчинників –

до 1 мл), надійність, широкий діапазон лінійності і низькі межі визначення.

Показано, що при мікроекстракційному концентруванні бензофенонів, парабенів і

їх ацилпохідних не заважають 1000-кратні надлишки іонів хлориду, сульфату,

карбонату, натрію, калію, кальцію, фенол (0,1 г/л), гумінові кислоти (3,0 г/л).

Високі ступені вилучення парабенів і бензофенонів в оптимальних умовах,

що становлять 70-99%, підтверджують доцільність використання параметрів

розчинності Гільдебранда і Хансена для вибору екстракційного і диспергуючого

13

розчинників в дисперсійній мікроекстракції.

Особистий внесок здобувача. Аналіз даних літератури, основні

експериментальні дослідження газо- і рідинно-хроматографічного визначення

досліджуваних сполук, статистичну обробку отриманих наукових результатів і

розробку аналітичних методик виконано безпосередньо автором.

Експериментальні дослідження проводились автором самостійно, а також за

участю студентів Фоміної Т.І., Малицької Ю.Ю., Якимчук М.В., Нікіфорової А.В.,

Руденко О.О. В обговоренні окремих результатів брав участь д.х.н., професор

Зайцев В.М. Постановку задач дослідження, аналіз і узагальнення результатів,

формулювання заключних висновків, написання статей здійснено разом з

науковим керівником, канд. хім. наук, доцентом М.Ф. Зуй.

Апробація результатів дисертації. Результати дисертаційної роботи було

представлено на: XІІІ, XV, XVІ Всеукраїнських конференціях студентів та

аспірантів «Сучасні проблеми хімії» (м. Київ, 2012, 2014, 2015); European

conference on Analytical Chemistry "EuroAnalysis 16" (Belgrade, Serbia, 2011),

Конференції молодих вчених «Колоїдно-хімічні проблеми охорони довкілля» (м.

Київ, 2012); ІХ Всеукраїнській конференції з аналітичної хімії, (м. Донецьк, 2013);

VIII Всеросійській конференції молодих вчених з міжнародною участю

«Менделеєв-2014» (м. Санкт-Петербург, РФ, 2014); Київській Конференції з

аналітичноі хімії “Сучасні тенденції” (м. Київ, 2014, 2015); VIIIth scientific

international conference on chemistry "Kiеv – Toulouse" (Toulouse, France, 2015);

European conference Analytical Chemistry " EuroAnalysis 18" (Bordeaux, France,

2015).

Публікації. За матеріалами дисертації опубліковано 8 статей в наукових

фахових журналах, 12 тез доповідей на профільних наукових конференціях.

Структура та обсяг дисертації. Дисертація складається зі вступу, п’яти

розділів, висновків, списку використаних джерел та трьох додатків. Роботу

викладено на 214 сторінках друкованого тексту, вона містить 105 рисунків,

80 таблиць та список використаних джерел з 249 найменувань.

ВИСНОВКИ

Оптимізованіумовикапілярноїідисперсійноїмікроекстракціїдля

вилученнярядубензофенонівіпарабенівзводнихрозчинівінаступного

газохроматографічноговизначенняПоказанощопривилученні

бензофенонівкапілярноюмікроекстракцієютолуеномоптимальнимєрН

−парабеніврН–часвилученняхвВстановленощопри

дисперсійніймікроекстракціїпарабенівоптимальнимєзастосуваннясуміші

хлороформ–ацетонзаоб’ємомбензофенонів−сумішіхлороформ–

метанолзаоб’ємомчасвилученняхвінтервалирНаналогічнідо

капілярноїмікроекстракціїПридисперсійніймікроекстракціїпродуктів

дериватизаціїбензофенонівоцтовимангідридомоптимальнимєзастосування

сумішітетрахлорметан−метанолзаоб’ємомприрН−

продуктівдериватизаціїпарабенівпропіоновимангідридом−суміші

хлороформ–ацетонітрилзаоб’ємомприрН−

Показанощопоєднаннядериватизаціїоцтовимабопропіоновим

ангідридомідисперсійногомікроекстракційногоконцентруванняпродуктів

ацилюванняпарабенівігідроксильованихбензофенонівпідвищуєступені

вилученняікоефіцієнтиконцентруванняв–разівпорівняноз

неацильованимисполукамиПрицьомуінтервалилінійностієширшимив

−разівмежівиявленняєнижчимив–разівчасмікроекстракції

меншимвразиВикористанняпропіоновогоангідридупридериватизації

парабенівприводитьдопідвищеннячутливостігазохроматографічного

визначеннязполуменевоіонізаційнимдетектуваннямвразипорівняноз

оцтовимангідридом

Показанадоцільністьзастосуванняпараметріврозчинності

ГільдебрандаіХансенадлявиборуекстракційногоідисперсійного

розчинниківврідинніймікроекстракціїЗначенняміриспорідненості

екстрагентівдосполукнебільшеатакожзначеннярізниціміж





параметрамиГільдебранда∆δсполукіекстрагентівнебільше

вказуютьнависокуспорідненістьпарабенівдодихлорметануіхлороформуа

бензофенонів–дохлороформуітетрахлорметанущопідтверджено

експериментальноступенямивилучення≈–Значеннярізниціміж

параметрамиГільдебранда∆δекстрагентівідиспергаторівнебільшеа

такожміриспорідненостідиспергаторівдоекстрагентівнебільше

вказуютьнависокудиспергуючудіюрозчинниківіможливістьїх

використанняпридисперсійніймікроекстракції

Розробленігібридніметодикидериватизаціїдисперсійного

мікроекстракційногоконцентруванняігазохроматографічноговизначення

мікрокількостейбензофенонівіпарабенівапробованіприаналізіводрізних

типівфармацевтичнихпрепаратівкосметичнихзасобівбіологічнихрідин



Правильністьрозробленихметодикперевіренометодом

введенознайденоГХМСіВЕРХУФ