

Національна Академія Наук України
Відділення Хімії
Наукова Рада з проблеми «Аналітична Хімія»
Київський Національний Університет імені Тараса Шевченка
Таврійський Національний Університет імені В.І. Вернадського



**РІЧНА СЕСІЯ НАУКОВОЇ РАДИ
З ПРОБЛЕМИ “АНАЛІТИЧНА ХІМІЯ”
НАН УКРАЇНИ**

**Т Е З И
ДОПОВІДЕЙ**

**3 – 10 червня 2012 р.,
с. Гурзуф, АР Крим, Україна**

ХРОМАТО-МАС-СПЕКТРОМЕТРИЧНИЙ АНАЛІЗ ЛІПІДНОГО СКЛАДУ КЛІТИН СЛИЗОВОЇ ОБОЛОНКИ ЩІЛУНКА ЩУРІВ ЗА УМОВ ТРИВАЛОЇ ГІПОАЦИДНОСТІ.....	111
<i>СЕНІН С.А., ВИХОР В.О., ПИСАРЄВ Є.О., ПРОДАНЧУК М.Г., ОСТАПЧЕНКО Л.І.</i>	
SOME ASPECTS OF POROUS SILICON SURFACE FUNCTIONALIZATION AND APPLICATION IN LASER DESORPTION/IONIZATION MASS-SPECTROMETRY	112
<i>ALEKSEEV SERGEI A.</i>	
ІДЕНТИФІКАЦІЯ ТА КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ КЕТОТИФЕНУ ЗА ДОПОМОГОЮ МЕТОДУ ВИСОКОЕФЕКТИВНОЇ РІДИННОЇ ХРОМАТОГРАФІЇ.....	113
<i>БОЛОТОВ В. В., МИРОШНИЧЕНКО Ю. О., КЛИМЕНКО Л. Ю.</i>	
СОРЕБЦІЯ МІКРОКІЛЬКОСТЕЙ ІОДУ НА ПІНОПОЛІУРЕТАНАХ ТА ЇЇ АНАЛІТИЧНЕ ЗАСТОСУВАННЯ.....	114
<i>ТРОХИМЕНКО А. Ю., ЗАПОРОЖЕЦЬ О. А.</i>	
ОПТИМІЗАЦІЯ УМОВ ТВЕРДОФАЗНОГО ЕКСТРАГУВАННЯ НА МОДИФІКОВАНИХ СИЛІКАГЕЛЯХ ТА ХРОМАТОГРАФІЧНОГО АНАЛІЗУ ДЛЯ ВИЗНАЧЕННЯ СИНТЕТИЧНОГО ХАРЧОВОГО БАРВНИКА Е 151	115
<i>ПИСАРЄВА І.В., ЗАЙЦЕВ В.М., ОСИПОВА А.Ю.</i>	
АНАЛИЗ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ С ПРИМЕНЕНИЕМ ТЕХНИКИ КАРБОНИЗАЦИИ И УЛЬТРАЗВУКА.....	116
<i>БАКЛАНОВ О.М., БАКЛАНОВА Л.В.</i>	
ТОХІДНІ 4-АМІНОБЕНЗО[<i>F</i>]ІЗОІНДОЛ-1,3-ДІОНУ ДЛЯ ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ВОДИ У ОРГАНІЧНОМУ РОЗЧИННИКУ	117
<i>ЗАПОРОЖЕЦЬ О.А., ВОЙТЕНКО З.В., ЛИННИК Р.П., ЛЕВКОВ І.В.</i>	
АВТОРСКИЙ УКАЗАТЕЛЬ	118

ІДЕНТИФІКАЦІЯ ТА КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ КЕТОТИФЕНУ ЗА ДОПОМОГОЮ МЕТОДУ ВИСОКОЕФЕКТИВНОЇ РІДИННОЇ ХРОМАТОГРАФІЇ

Болотов В. В.¹, Мирошніченко Ю. О.², Клименко Л. Ю.¹

¹Національний фармацевтичний університет, м. Харків

²Донецький національний медичний університет ім. М. Горького, м. Донецьк

В практиці хіміко-токсикологічного аналізу досить поширеною є ситуація, що характеризується повною невизначенністю переліку речовин, на наявність яких треба проводити аналіз.

Одним з найбільш поширених методів аналізу є високоефективна рідинна хроматографія (ВЕРХ), але її використання у традиційному вигляді вимагає застосування для кожної речовини «своєї» унікальної процедури аналізу. У ситуації невідомої речовини це потребує великої кількості експериментів і, відповідно, великої кількості матеріалів.

Альтернативою традиційному ВЕРХ-аналізу є тиражуємий ВЕРХ-аналізатор для аналізу великої кількості органічних речовин, прототип якого розроблено на основі хроматографа «Міліхром А-02» (ЗАТ «ЕкоНова», Новосибірськ). Цей підхід потребує виконання аналізу всіх сполук певного списку – від 20 до 500 найменувань – в одній хроматографічній системі, заздалегідь відкаліброваної по кожній речовині окремо. Ідентифікацію піків на хроматограмі досліджуваної речовини виконують шляхом порівняння її часу утримування та спектральних характеристик в області УФ-спектру з параметрами, заздалегідь отриманими для стандартних речовин. Сукупність таких «довідкових» параметрів являє собою «базу даних». Застосування ВЕРХ-аналізатора спрощує процедуру аналізу та зводить його тривалість до мінімуму.

В розробленому прототипі аналізатора застосовуються колонки $\varnothing 2 \times 75$ мм з оберненою фазою ProptoSIL – 120 – 5 – C18 AQ. Вони мають ефективність не менше 5000 теоретичних тарілок та забезпечують економію коштовних рухомих фаз. Градієнтне елюювання виконується змішуванням двох елюентів: елюент А – $[4 \text{ M LiClO}_4 - 0,1 \text{ M HClO}_4] - \text{H}_2\text{O}$ (5:95); елюент Б – ацетонітрил «для ВЕРХ». УФ-детектування виконується одночасно при 8 довжинах хвиль: 210, 220, 230, 240, 250, 260, 280 та 300 нм, тому кожній речовині на хроматограмі відповідає 8 піків з однаковим часом утримування, але з різними амплітудами, що прямо пропорційні абсорбції речовини. Для кожної речовини розраховуються 7 характерних нормованих спектральних параметрів – відношення площ піків при довжинах хвиль $\lambda_2 - \lambda_8$ до площі піку при довжині хвилі $\lambda_1 = 210$ нм ($R = S_{\lambda} / S_{210}$). Сукупність цих спектральних відношень R разом з величиною об'єму утримування (V_R) використовується для ідентифікації піку речовини на хроматограмі.

ВЕРХ-аналіз виконується в таких умовах: швидкість потоку – 100 мкл/хв.; елюювання – лінійний градієнт від 5% до 100% ацетонітрилу за 40 хв., потім 100% ацетонітрил протягом 3 хв.; температура колонки – 40°C; об'єм проби – 2 мкл.

Кетотифен – 4,9-дигідро-4-(1-метил-4-піпериділен-10Н)-бензо[4,5]-циклогепта[1,2-б]тіофен-10-ону гідрофумарат – препарат антигістамінної дії, що застосовується для лікування бронхіальної астми, алергійних бронхітів, сінної лихоманки, алергійних ринітів, алергійних шкірних реакцій. Препарат може чинити виражену седативну дію, посилювати дію снодійних та антипсихотичних препаратів, алкоголю. Відомі випадки отруєнь цим препаратом, як випадкових, так і навмисних.

Таким чином, препарат є цікавим об'єктом з точки зору хіміко-токсикологічного аналізу. В даних умовах проведено хроматографування водних розчинів кетотифену – для нього визначено час утримування, що становить 17,7 хв., та отримано спектральні характеристики.

За величиною площ піків при довжині хвилі 300 нм було побудовано градувальний графік для кількісного визначення кетотифену. Залежність площі піку від концентрації розчину кетотифену є лінійною в інтервалі концентрацій від 1 до 400 мкг/мл. За допомогою отриманого градувального графіку визначали концентрацію кетотифену в модельних розчинах; при цьому відносна невизначеність середнього результату не перевищувала $\pm 2\%$.