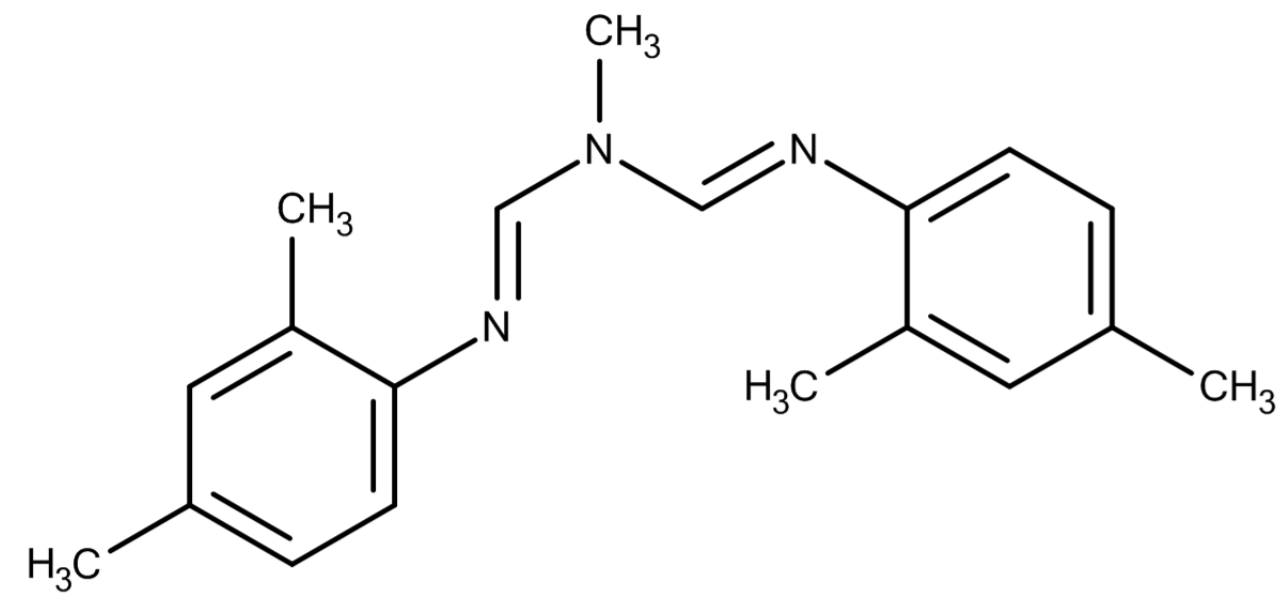




АЦЭНЬВАННЕ КАНСТАНТ РАЗМЕРКАВАННЯ АМІТРАЗУ І ЯГО МЕТАБАЛІТАЎ ДЛЯ ЭКСТРАКЦЫЙНЫХ СІСТЭМ ВОДНАЯ ФАЗА – АРГАНІЧНЫ РАСТВОРАЛЬНІК

Паланевіч Г.Г., Ляшчоў С.М., Булгакава В.А., Белышава Л.Л.

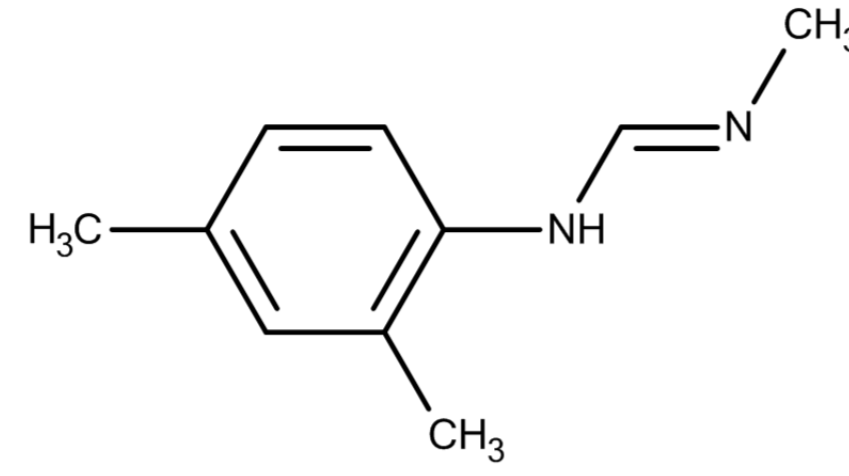
АМІТРАЗ



Канстанты асноўнай іанізацыі (MarvinSketch)
 $pK_1 = 8.3$ $pK_2 = 9.0$

ДМФФ

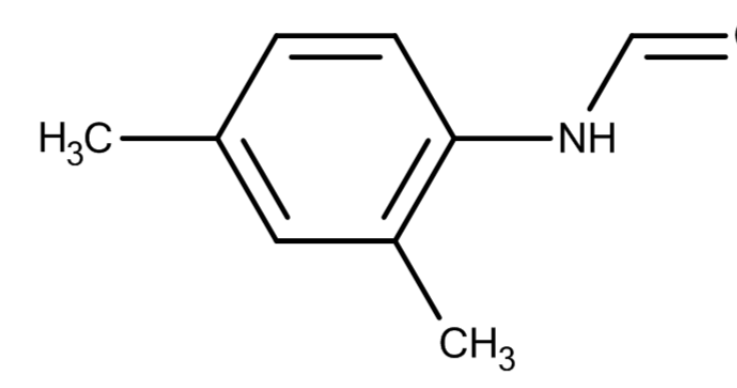
N-(2,4-дыметылфеніл)-N'-метылформамідзін



Канстанта асноўнай іанізацыі (MarvinSketch)
 $pK = 8.8$

ДМФ

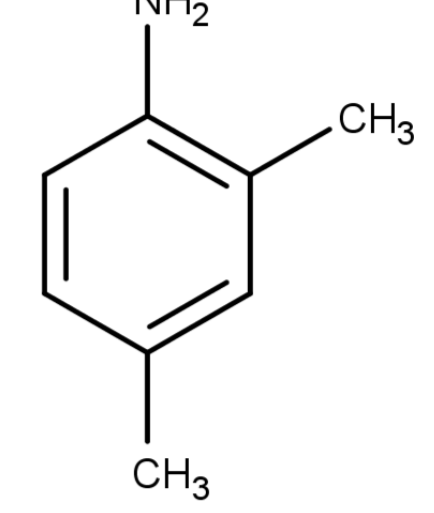
2,4-дыметылформамідзін



Канстанта асноўнай іанізацыі (MarvinSketch)
 $pK = 16.1$

ДМА

2,4-дыметыланілін



Канстанта асноўнай іанізацыі (MarvinSketch)
 $pK = 4.9$

ВЫЗНАЧЭННЕ КАНСТАНТ РАЗМЕРКАВАННЯ МЕТАБАЛІТАЎ АМІТРАЗУ

- Экстракцыйныя сістэмы водны раствор – арганічны растваральнік.
- Адносіны аб'ёмаў воднай і арганічнай фаз $r = 1 \div 40$.
- **арганічная фаза**
n-гексан, талуол, дыхлорметан, хлараформ.
- **водная фаза**
Канцэнтрацыя ДМФФ, ДМФ, ДМА: 100 нг/мл (ад 0.62 да 0.83 мкМ/л).
Растваральнік: 100 мМ водны раствор аміяку, рН 10.9.
Растворы рабілі непасрэдна перад пачаткам эксперыменту.
- **Вымярэнне** водных раствораў рэчываў метадам ВЭВХ–МС/МС.
- **Разлік канстанты размеркавання Р** па змяншэнню канцэнтрацыі рэчываў у воднай фазе:

$$P = \frac{[B]_{\text{арг}}}{[B]_{\text{вад}}} = \frac{(c_0 - [B]_{\text{вад}}) \times \frac{V_{\text{вад}}}{V_{\text{арг}}}}{[B]_{\text{вад}}}$$

- $[B]_{\text{арг}}$ – раўнаважная канцэнтрацыя ў арганічнай фазе, нг/мл;
- $[B]_{\text{вад}}$ – раўнаважная канцэнтрацыя ў воднай фазе, нг/мл;
- c_0 – канцэнтрацыя ў сыходным водным раствору, нг/мл;
- $V_{\text{вад}}$ – раўнаважны аб'ём воднай фазы, мл;
- $V_{\text{арг}}$ – раўнаважны аб'ём арганічнай фазы, мл.

ВЫЗНАЧЭННЕ КАНСТАНТ РАЗМЕРКАВАННЯ АМІТРАЗУ

- Канстанты размеркавання амітразу $P \gg 1000$:
=> іх прамое ацэньванне немагчыма,
=> вызначалі Р толькі для сістэмы вада – *n*-гексан праз ацэнкі растваральнасці.
 - **Гравіметрычнае вызначэнне растваральнасці амітразу ў *n*-гексане**
1. Рабілі насычаны раствор амітразу ў *n*-гексане.
 2. Цэнтрыфугавалі раствор 30 хв, 10000 зв/хв, 20 °С.
 3. Упарвалі аліквоту насычанага раствору ў віяле да пастаяннай масы сухога астатку.
 4. Вызначалі масу амітразу па розніцы мас пустой віялы і віялы з амітразам.
 5. Разлічвалі растваральнасць амітразу ў *n*-гексане:
 $S_{\text{ГК}} = 3.0 \cdot 10^4$ мкг/мл.
- **Вызначэнне растваральнасці амітразу ў вадзе**
1. Рабілі насычаны раствор амітразу ў 50 мМ водным р-ры NH_3 . Дадатак аміяку для забеспячэння знаходжання аналіту ў малекулярнай форме.
 2. Цэнтрыфугавалі раствор 30 хв, 10000 зв/хв, 20 °С.
 3. Адбіралі аліквоту супернатанту і паслядоўна разбаўлялі.
 4. Вызначалі канцэнтрацыю амітразу ў разбаўленым раствору метадам ВЭВХ–МС/МС.
 5. Разлічвалі растваральнасць амітразу ў вадзе:
 $S_{\text{вад}} = 0,24$ мкг/мл.

- **Разлік канстанты размеркавання Р**

$$P = \frac{S_{\text{ГК}}}{S_{\text{вад}}}$$

Табліца. Лагарыфмы канстант размеркавання амітразу і яго метабалітаў у экстракцыйных сістэмах вада – арганічны растваральнік

Рэчыва	lgP			
	<i>n</i> -гексан	талуол	дыхлорметан	хлараформ
Амітраз	5.1	.*	.*	.*
ДМФФ	0.93	2.0	2.4	2.5
ДМФ	-0.40	1.0	1.7	1.9
ДМА	1.0	1.8	2.2	2.3

* Перабольшваюць значэнне для сістэмы вада – *n*-гексан.

ВЫСНОВЫ

- Парадак павелічэння экстракцыйнай здольнасці растваральнікаў: *n*-гексан, талуол, дыхлорметан, хлараформ.
- **Гексан.** Самы селектыўны экстрагент для амітразу. Прыдатны для ДМФФ. Выцягвае ДМА, але пры канцэнтраванні гексанавых раствораў ўпарваннем назіраюцца значныя згубы ДМА праз лятучасць. Для экстракцыі ДМФ не пасуе.
- **Талуол.** Больш эфектыўны экстрагент для ўсіх рэчываў праз π-π узаемадзеянні. Дастаткова добра выцягвае ўсе рэчывы, але патрабуе значнага награвання для упарвання экстрактаў, што непажадана праз нестабільнасць амітразу і лятучасць ДМА.
- **Дыхлорметан, хлараформ.** Самыя эфектыўныя экстрагенты праз узаемадзеянне электрадонных груп аналітаў і «кіслых» пратонаў растваральнікаў. Невысокая тэмпература кіпення дыхлорметану і няздольнасць выцягвасць большасць матрычных кампанентаў мёду робіць яго найбольш аптымальным экстрагентам амітразу і яго метабалітаў з мёду.



Рэспубліканскае ўнітарнае прадпрыемства
«Навукова-практычны цэнтр гігіены»
г. Мінск, Беларусь

Беларускі дзяржаўны ўніверсітэт

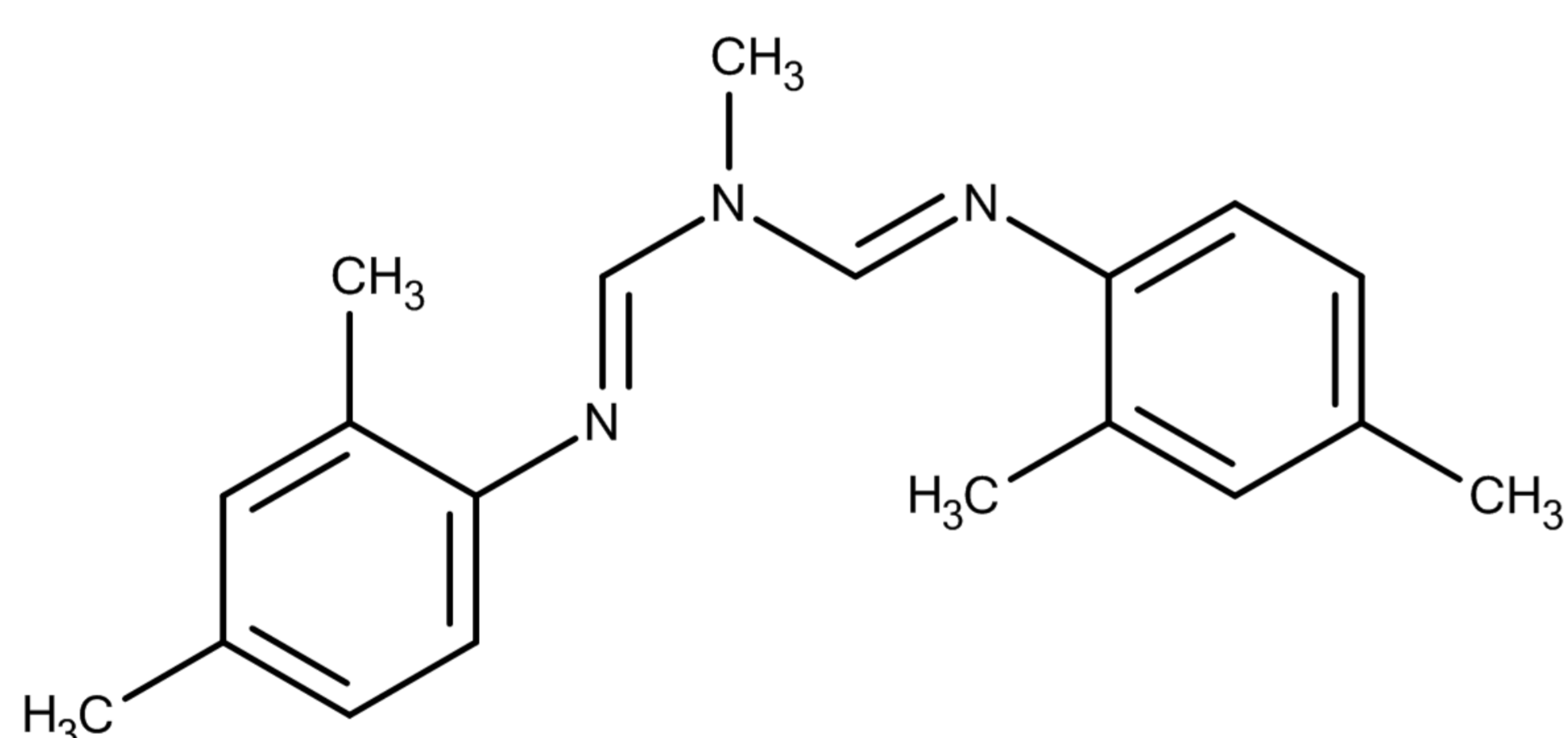
г. Мінск, Беларусь



АЦЭНЬВАННЕ КАНСТАНТ РАЗМЕРКАВАННЯ АМІТРАЗУ І ЯГО МЕТАБАЛІТАЎ ДЛЯ ЭКСТРАКЦЫЙНЫХ СІСТЭМ ВОДНАЯ ФАЗА – АРГАНІЧНЫ РАСТВОРАЛЬНІК

Паланевіч Г.Г., Ляшчоў С.М., Булгакава В.А., Белышава Л.Л.

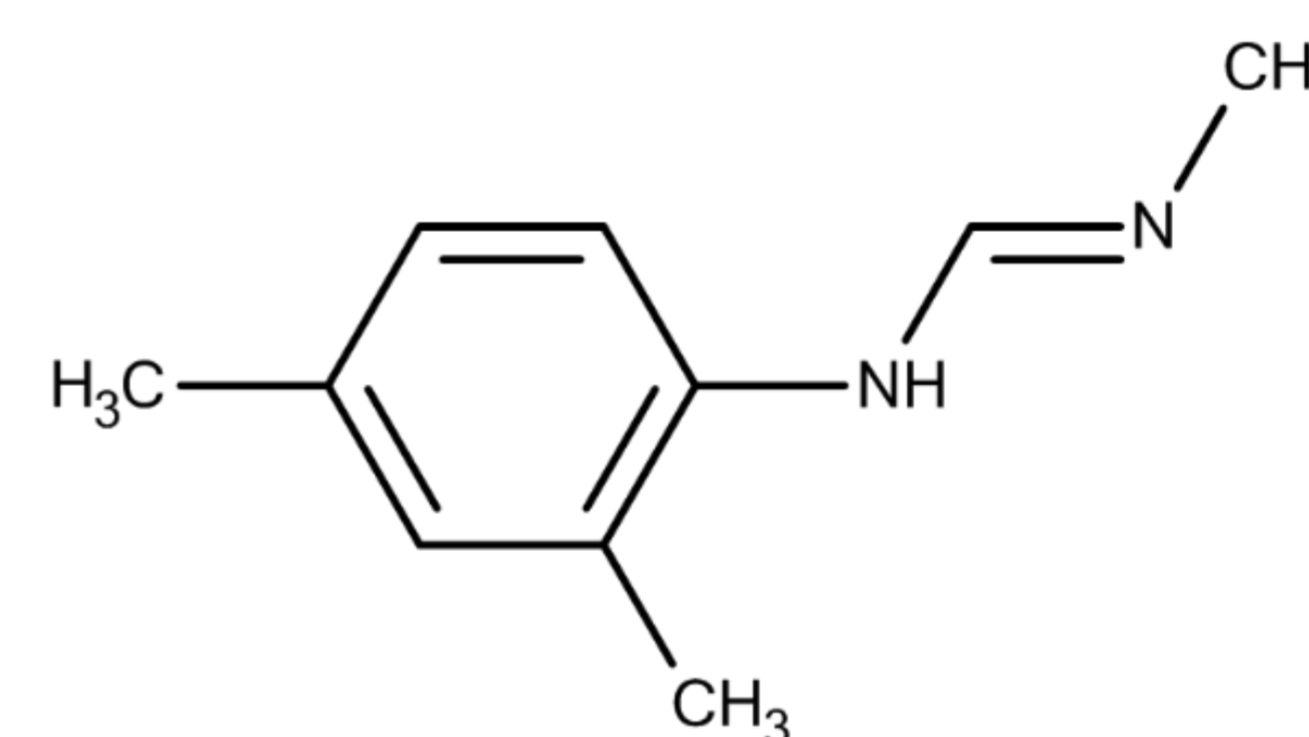
АМІТРАЗ



Канстанты асноўнай іанізацыі (MarvinSketch)
 $pK_1 = 8.3$ $pK_2 = 9.0$

ДМФФ

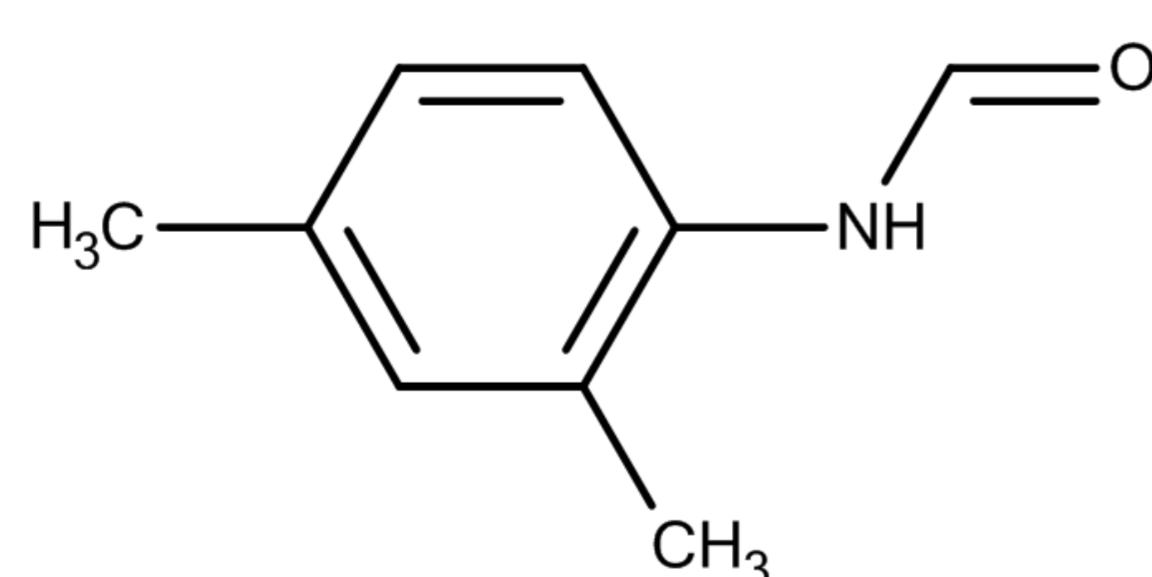
N-(2,4-дыметылфеніл)-N'-метылформагідзін



Канстанта асноўнай іанізацыі (MarvinSketch)
 $pK = 8.8$

ДМФ

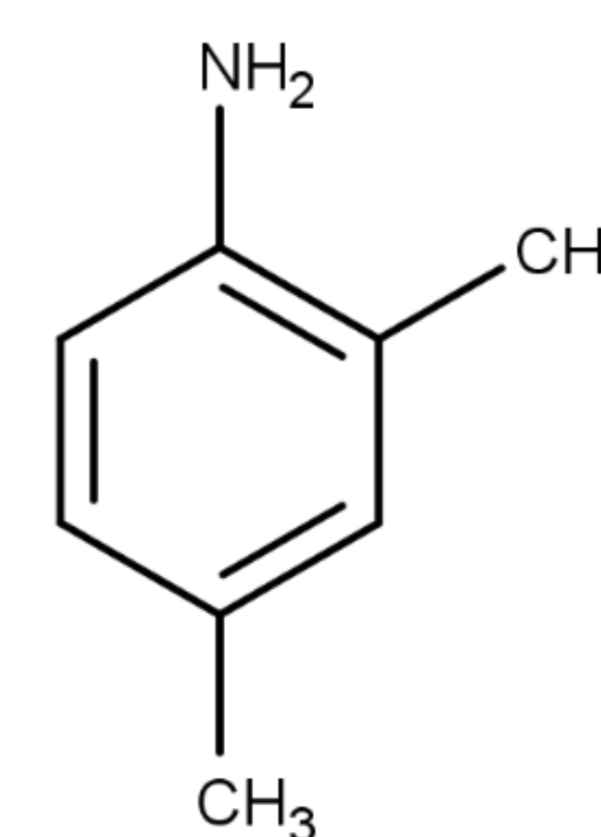
2,4-дыметылформагідзін



Канстанта асноўнай іанізацыі (MarvinSketch)
 $pK = 16.1$

ДМА

2,4-дыметыланілін



Канстанта асноўнай іанізацыі (MarvinSketch)
 $pK = 4.9$

ВЫЗНАЧЭННЕ КАНСТАНТ РАЗМЕРКАВАННЯ МЕТАБАЛІТАЎ АМІТРАЗУ

- Экстракцыйныя сістэмы
водны раствор – арганічны растваральнік.
- Адносіны аб'ёмаў воднай і арганічнай фаз $r = 1 \div 40$.
- **арганічная фаза**
n-гексан, талуол, дыхлорметан, хлараформ.
- **водная фаза**
Канцэнтрацыя ДМФФ, ДМФ, ДМА: 100 нг/мл
(ад 0.62 да 0.83 мкМ/л).
Растваральнік: 100 мМ водны раствор аміяку, рН 10.9.
Растворы рабілі непасрэдна перад пачаткам эксперыменту.
- **Вымярэнне** водных раствораў рэчываў метадам ВЭВХ–МС/МС.
- **Разлік канстанты размеркавання *P*** па змяншэнню канцэнтрацыі рэчываў у воднай фазе:

$$P = \frac{[B]_{\text{арг}}}{[B]_{\text{вад}}} = \frac{(c_0 - [B]_{\text{вад}}) \times \frac{V_{\text{вад}}}{V_{\text{арг}}}}{[B]_{\text{вад}}},$$

$[B]_{\text{арг}}$	– раўнаважная канцэнтрацыя ў арганічнай фазе, нг/мл;
$[B]_{\text{вад}}$	– раўнаважная канцэнтрацыя ў воднай фазе, нг/мл;
c_0	– канцэнтрацыя ў сыходным водным раствору, нг/мл;
$V_{\text{вад}}$	– раўнаважны аб'ём воднай фазы, мл;
$V_{\text{арг}}$	– раўнаважны аб'ём арганічнай фазы, мл.

ВЫЗНАЧЭННЕ КАНСТАНТ РАЗМЕРКАВАННЯ АМІТРАЗУ

- Канстанты размеркавання амітазу $P \gg 1000$:
=> іх прамое ацэньванне немагчыма,
=> вызначалі *P* толькі для сістэмы вада – *n*-гексан праз ацэнкі растваральнасці.
 - **Гравіметрычнае вызначэнне растваральнасці амітазу ў *n*-гексане**
 1. Рабілі насычаны раствор амітазу ў *n*-гексане.
 2. Цэнтрыфугавалі раствор 30 хв, 10000 зв/хв, 20 °С.
 3. Упарвалі аліквоту насычанага раствору ў віяле да пастаяннай масы сухога астатку.
 4. Вызначалі масу амітазу па розніцы мас пустой віялы і віялы з амітазам.
 5. Разлічвалі растваральнасць амітазу ў *n*-гексане: $S_{\text{ГК}} = 3.0 \cdot 10^4$ мкг/мл.
 - **Вызначэнне растваральнасці амітазу ў вадзе**
 1. Рабілі насычаны раствор амітазу ў 50 мМ водным р-ры NH_3 .
Дадатак аміяку для забеспячэння знаходжання аналіту ў малекулярнай форме.
 2. Цэнтрыфугавалі раствор 30 хв, 10000 зв/хв, 20 °С.
 3. Адбіралі аліквоту супернатанту і паслядоўна разбаўлялі.
 4. Вызначалі канцэнтрацыю амітазу ў разбаўленым раствору метадам ВЭВХ–МС/МС.
 5. Разлічвалі растваральнасць амітазу ў вадзе: $S_{\text{вад}} = 0,24$ мкг/мл.
 - **Разлік канстанты размеркавання *P***

$$P = \frac{S_{\text{ГК}}}{S_{\text{вад}}}$$

Табліца. Лагарыфмы канстант размеркавання амітразу і яго метабалітаў у экстракцыйных сістэмах вада – арганічны растваральнік

Рэчыва	lgP			
	<i>n</i> -гексан	талуол	дыхлорметан	хлараформ
Амітраз	5.1	.*	.*	.*
ДМФФ	0.93	2.0	2.4	2.5
ДМФ	-0.40	1.0	1.7	1.9
ДМА	1.0	1.8	2.2	2.3

* Перабольшваюць значэнне для сістэмы вада – *n*-гексан.

ВЫСНОВЫ

- Парадак павелічэння экстракцыйнай здольнасці растваральнікаў: *n*-гексан, талуол, дыхлорметан, хлараформ.
- **Гексан.** Самы селектыўны экстрагент для амітразу. Прыдатны для ДМФФ. Выцягвае ДМА, але пры канцэнтраванні гексанавых раствораў ўпарваннем назіраюцца значныя згубы ДМА праз лятучасць. Для экстракцыі ДМФ не пасуе.
- **Талуол.** Больш эфектыўны экстрагент для ўсіх рэчываў праз π-π узаемадзеянні. Дастаткова добра выцягвае ўсе рэчывы, але патрабуе значнага награвання для упарвання экстрактаў, што непажадана праз нестабільнасць амітразу і лятучасць ДМА.
- **Дыхлорметан, хлараформ.** Самыя эфектыўныя экстрагенты праз узаемадзеянне электрадонных груп аналітаў і «кіслых» пратонаў растваральнікаў.
- **Дыхлорметан** Невысокая тэмпература кіпення дыхлорметану і няздольнасць выцягвасць большасць матрычных кампанентаў мёду робіць яго найбольш аптымальным экстрагентам амітразу і яго метабалітаў з мёду.