

## ВИЗНАЧЕННЯ АНІЛІНУ ТА ФЕНОЛУ У ВОДІ ТА МОДЕЛЬНИХ СЕРЕДОВИЩАХ МЕТОДОМ ГАЗОРІДИННОЇ ХРОМАТОГРАФІЇ

Бойко Н.І., Ісаєва С.С., Кругляк Т.І., Левицька В.М., Марусяк Т.М., Харченко Т.Ф.

*ДП «Науковий центр превентивної токсикології, харчової та хімічної безпеки імені академіка Л.І. Медведя МОЗ України», м. Київ, Україна*

При конструюванні і виробництві медичних виробів використовують різні полімерні матеріали, такі як: силіконова гума, поліуретан, поліетилен, полівінілхлорид, поліамід та ін. Вироби з гуми займають значне місце в асортименті медичних товарів. Найчастіше використовують синтетичний поліізопреновий каучук (СКІ), що близький за властивостями до натурального каучуку. Гуми з СКІ відрізняються високою механічною міцністю і еластичністю. У виробництві трубок для переливання крові, протезів (наприклад, штучних клапанів серця) застосовуються кремнійорганічні каучуки, або силіконові каучуки.

У процесі експлуатації і зберігання гумові/латексні медичні вироби піддаються дії різних факторів: механічним впливам, процесам деструкції, дії стерилізуючих і езинфікуючих агентів, контакт біосередовища (тканини і рідини організму). Тому, в контактуюче середовище з виробів можливе виділення як і продуктів деструкції, такі окремих інгредієнтів полімерної композиції, а при порушенні чи недосконалої технологічного процесу ще й допоміжних продукти виробництва.

Усі ці речовини несуть потенційну небезпеку здоров'ю людини і чистоті навколишнього середовища. Найбільш поширенішими напівпродуктами у виробництві гум та інших полімерних матеріалів медичного призначення є анілін і фенол.

Фенол та його сполуки теж широко застосовують як стабілізатори та антиоксиданти у виробництві різного виду синтетичних каучуків. Серед стабілізаторів класу фенолів налічується більше 400 хімічних сполук, а класу амінів - більше 300.

Анілін і фенол високотоксичні речовини, тому потребують контролю за їх міграцією з полімерної та іншої продукції до контактуючих середовищ.

Для визначення аніліну чи фенолу переважно використовують наступні аналітичні методи: фотометричний метод, метод тонкошарової та газової хроматографії кількісного аналізу.

За газовою хроматографією зберігається перевага у порівнянні з іншими способами розділення сумішей. Перевагою газової хроматографії як методу аналізу є універсальність; визначення складу складних сумішей, швидкість, висока чутливість і можливість перетворення хроматографічних даних в електричні або пневматичні сигнали, які необхідні для систем автоматичного контролю. Тому найбільш близьким по технічній суті до заявленого рішення є газохроматографічний метод визначення аніліну і фенолу.

Висока токсичність аніліну і фенолу в поєднанні з проявом фізіологічної активності при низьких концентраціях потребує їх визначення на рівні значно нижче ГДК.

При безпосередньому бромованні аніліну у водному середовищі аналітичний сигнал можна отримати тільки при значних концентраціях даних речовин, так як молекулярний бромом виступає не як бромуючий реагент, а як сильний окисник аніліну. Якщо перед хімічною модифікацією до водної проби додати як підкислювач розчин сірчаної кислоти у кількості 2 % від проби, бромуючий реагент не проявить окислювальних властивостей, а забезпечить кількісне визначення 2,4,6-триброманіліну/2,4,6-трибромфенолу.

Внесення у молекулу аніліну/фенолу атомів броду зменшує їх розчинність у воді, що забезпечує при наступній екстракції ефективно вилучення трибромпохідних анілін та фенолу з водної матриці в органічну масу.

Розроблена методика роздільного визначення аніліну і фенолу у водному середовищі включає три етапа:

1. Хімічна модифікація аніліну/фенолу – додавання до водного зразка бромата розчину сірчаної кислоти. Отримана аналітична форма стійка у воді, органічних розчинниках та в умовах хроматографічного аналізу.

2. Рідинна екстракція трибромпохідних аніліну/фенолу гексаном. Це необхідно для переведення трибромпохідних аніліну/фенолу в більш зручну для подальшого хроматографування фазу, збільшення їх концентрації в екстракті та відокремлення компонентів, що можуть заважати.

3. Аналіз екстракту методом газової хроматографії з детектором електронного захоплення (ДЕЗ). Галогенселективний ДЕЗ забезпечує максимально можливе по чутливості газохроматографічне визначення трибромпохідних аніліну/фенолу. Розділення проводиться в режимі прогрімування температури колонки.

Хід аналізу: водного зразка об'ємом 10 см<sup>3</sup> додають 0,2 мл розчину соляної кислоти у співвідношенні 1:3, 0,5 мл бромного реагенту та проводять бромовання протягом 3 хв. Бром нейтралізують додаванням 0,2 мл розчину сірчаноокислого натрію (10%). Екстрагують трибромпохідні аніліну/фенолу 1,0 см<sup>3</sup> гексаном протягом 5 хв. при постійному перемішуванні. Екстракт аналізують на газовому хроматографі з ДЕЗ («ShimadzuGC-2014»). Розділення компонентів проби проводять на скляній набивній колонці (L= 100 см, d = 0.3 см, нерухома фаза 3% SE-30).

Ідентифікацію трибромпохідних аніліну/фенолу в аналізує мій пробі проводилась за відносним часом утримання. Розрахунок результатів вимірювання масової концентрації аніліну (мг/дм<sup>3</sup>) проводять за формулою:

$$\rho = \frac{y - a}{b},$$

де коефіцієнти  $a$  і  $b$  визначені методом регресійного аналізу.

Метод, що пропонується, дає можливість оцінити ступінь міграцій до контактуючих середовищ аніліну і фенолу при їх сумісній присутності, використовувати невеликий об'єм проби, чутливість методу дозволяє виявляти незначні концентрації вищевказаних речовин.