



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **106178** (13) **C2**

(51) МПК (2014.01)

B01D 11/00

B01D 11/04 (2006.01)

G01N 33/02 (2006.01)

G01N 33/03 (2006.01)

G01N 30/02 (2006.01)

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

<p>(21) Номер заявки: а 2013 11129</p> <p>(22) Дата подання заявки: 18.09.2013</p> <p>(24) Дата, з якої є чинними права на винахід: 25.07.2014</p> <p>(41) Публікація відомостей про заяву: 25.04.2014, Бюл.№ 8</p> <p>(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 25.07.2014, Бюл.№ 14</p>	<p>(72) Винахідник(и): Осейко Микола Іванович (UA), Левчук Ірина Володимирівна (UA), Кіщенко Володимир Анатолійович (UA)</p> <p>(73) Власник(и): НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ХАРЧОВИХ ТЕХНОЛОГІЙ, вул. Володимирська, 68, м. Київ-33, 01601 (UA)</p> <p>(56) Перелік документів, взятих до уваги експертизою: СН 101598707 А, 09.12.2009 Методика виконання вимірювань № 3222-85. Унифицированная методика определения фосфорорганических пестицидов в продуктах растительного происхождения, лекарственных растениях, кормах, воде, почве хроматографическими методами, 11.03.85 ДСТУ 1528-1-2002. Продукти харчові жири. Визначення пестицидів і поліхлорованих біфенілів. – Офіц. вид. К. : Держспоживстандарт, 2003 Клишенко М.А. Методы определения микроколичеств пестицидов в продуктах питания, кормах и внешней среде: справочное издание / Мин. сельск. хоз-ва СССР, 1983 Bienvenida Gilbert-Lopez Sample treatment and determination of pesticide residues in fatty vegetable matrices. – 2009. – P. 109-128 Остроухова О.К. Идентификация и количественное определение пестицидов в растительных материалах хроматографическими методами: дис. ... канд. хим. наук: 03.05.05</p>
---	---

(54) СПОСІБ ОЧИЩЕННЯ ЕКСТРАКТІВ МАТРИЦЬ ПРИ ХРОМАТОГРАФІЧНОМУ ВИЗНАЧЕННІ ПЕСТИЦИДІВ

(57) Реферат:

Винахід стосується способу очищення екстрактів матриць при хроматографічному визначенні пестицидів і може бути використаний у харчовій, зокрема в олієжировій, ефіроолійній і суміжних галузях промисловості та АПК, який включає твердофазне очищення екстрактів матриць олій, олієжирових та олієжировмісних продуктів на колонці з адсорбентом і елюювання сумішшю

UA 106178 C2

органічних розчинників поетапно, де елювання виконують сумішшю діетилового ефіру і гексану при співвідношенні 20: 80 і 60: 40 та сумішшю діетилового ефіру і ацетону при співвідношенні 70:30, а твердофазне очищення виконують на колонці зі співвідношенням її довжини і діаметра 10:0,7.

Винахід належить до способу очищення екстрактів матриць при хроматографічному визначенні пестицидів і може бути використаний у харчовій, зокрема в олієжировій, ефіроолійній і суміжних галузях промисловості та АПК.

Відомий спосіб очищення екстрактів матриць з використанням скляної колонки довжиною 30 см, діаметром 18 мм, яка заповнена активованим вугіллем 2 г та 1 г безводного сульфату натрію. Із колонки елюють фосфорорганічні пестициди 100 мл ацетону /Методика виконання вимірювань № 3222-85 "Унифицированная методика определения фосфорорганических пестицидов в продуктах растительного происхождения, лекарственных растениях, кормах, воде, почве хроматографическими методами»/.

При очистці на колонці з комбінованим адсорбентом (активоване вугілля, оксид магнію, діатоміт у співвідношенні 1:2:4) фосфорорганічні пестициди елюють 150 мл дихлорметану /Клисенко М.А. Методы определения микроколичеств пестицидов в продуктах питания, кормах и внешней среде. - М., 1992. - Том 1, с. 59-80. - Том 2, с. 7-10/. Недоліком цих способів є недостатньо ефективне відділення фосфорорганічних пестицидів з матриць у присутності інших пестицидів за рахунок різних фізико-хімічних властивостей цих сполук.

Прототипом винаходу є спосіб очищення екстрактів матриць при хроматографічному визначенні пестицидів з використанням скляної колонки довжиною 30 см, діаметром 15 мм, яка заповнена адсорбентом Florisil (150-250 мкм). Із колонки елюють хлорорганічні пестициди та їх метаболіти сумішами екстрагентів:

А-петролейний ефір (40-60 °С): діетиловий ефір (94:6),
Б- петролейний ефір (40-60 °С): діетиловий ефір (85:15).
Загальний об'єм елюентів 140 мл /ДСТУ EN 1528-1-4:1997 "Продукты харчові жирові. Визначення пестицидів і поліхлорованих біфенілів (ПХБ)»/.

Основним недоліком прототипу є недостатньо ефективне вилучення фосфорорганічних пестицидів з матриць у присутності інших пестицидів та їх метаболітів за рахунок різних гідрофільно-ліпофільних властивостей цих сполук. Крім того для очищення використовується відносно збільшена кількість спеціального адсорбенту і загальна кількість елюентів. При хроматографічному визначенні фосфорорганічних пестицидів та їх метаболітів виявлено їхню кількість до 18.

Задачею запропонованого способу очищення екстрактів матриць при хроматографічному визначенні пестицидів є вилучення фосфорорганічних, хлорорганічних і інших пестицидів та їх метаболітів шляхом використання нової суміші органічних розчинників (екстрагентів), їхнього складу та етапності введення в колонку.

Поставлена задача вирішується тим, що спосіб очищення екстрактів матриць при хроматографічному визначенні пестицидів передбачає твердофазне очищення екстрактів матриць (олій, олієжирових та олієжировмісних продуктів) на колонці з адсорбентом і елювання сумішшю органічних розчинників поетапно. Згідно з винаходом елювання виконують сумішшю діетилового ефіру і гексану при співвідношенні 20:80 і 60:40 та сумішшю діетилового ефіру і ацетону при співвідношенні 70:30, а твердофазне очищення виконують на колонці зі співвідношенням її довжини і діаметра 10:0,7.

У способі очищення екстрактів матриць використовується скляна колонка довжиною 10 см, діаметром 7 мм, яка заповнена адсорбентом Florisil (150-250 мкм). Загальний об'єм елюентів 60 мл.

Причинно-наслідковий зв'язок між запропонованими в способі ознаками і очікуваним технічним результатом полягає в наступному.

Повсюдне використання пестицидів пред'являє жорсткіші вимоги до еколого-аналітичного контролю щодо їх залишкового вмісту у харчових продуктах і сировині, підвищуються вимоги до гігієнічних нормативів присутності екотоксикантів у воді, ґрунті і харчових продуктах. Це призводить до невідповідності, що постійно зростає, між відбором проб (матриць), способом пробопідготовки і фактичним отриманням інформації стосовно стану довкілля.

Запропонований спосіб очищення екстрактів матриць при хроматографічному визначенні пестицидів, а саме твердофазне очищення екстрактів матриць (олій, олієжирових та олієжировмісних продуктів) на колонці з адсорбентом забезпечує поетапне елювання сумішшю органічних розчинників. Елювання сумішшю діетилового ефіру і гексану при співвідношенні 20:80 і 60:40 та сумішшю діетилового ефіру і ацетону при співвідношенні 70:30. Для твердофазного очищення використовується колонка зі співвідношенням її довжини і діаметра 10:0,7. Наведені ознаки способу забезпечують вирішення поставленої задачі і технічний результат.

При зменшенні вмісту у сумішах розчинників першого компонента (діетилового ефіру) зменшується селективність вилучення гідрофільної групи пестицидів та їх метаболітів, зокрема

частини хлорорганічних. При збільшенні вмісту у сумішах розчинників другого компонента (гексану та ацетону) збільшується селективність вилучення ліпофільної групи пестицидів та їх метаболітів, зокрема фосфорорганічних, але втрачається частина гідрофільних пестицидів. При збільшенні висоти або зменшенні діаметра колонки ускладнюються умови процесу, збільшуються витрати та тривалість.

Опис способу. Процес очищення екстрактів матриць виконується на скляній колонці довжиною 10 см, діаметром 7 мм. Колонка заповнюється адсорбентом Florisil фракцією 150-250 мкм і у верхню частину вноситься матриця (зразок). Елюювання сумішами розчинників виконують поетапно. Спочатку елюють сумішшю діетилового ефіру і гексану при співвідношенні 20:80 і 60:40 і далі сумішшю діетилового ефіру і ацетону при співвідношенні 70:30. Загальний об'єм елюентів 60 мл. Отриманий очищений екстракт матриці досліджується на хроматографічному комплексі.

Приклади здійснення способу наведено в таблиці. Здійснення способу в оптимальних умовах (приклад 4) забезпечує комплексне очищення екстрактів матриць. При хроматографічному визначенні виявлено до 50 ліпофільних та гідрофільних пестицидів різних хімічних груп.

Таблиця

Вплив співвідношення розчинників у сумішах і співвідношення довжини колонки і діаметра на повноту очищення екстрактів матриць

№ прикладу	Співвідношення:				Висновки
	діетилового ефіру і гексану	діетилового ефіру і гексану	діетилового ефіру і ацетону	довжини колонки і діаметра	
1	15:80	60:40	70:30	10:0.7	Не повне очищення екстрактів матриць. Втрачається частина гідрофільних пестицидів
2	20:80	50:40	70:30	10:0.7	Не повне очищення екстрактів матриць. Втрачається частина гідрофільних пестицидів
3	20:80	60:40	60:30	10:0.7	Не повне очищення екстрактів матриць. Втрачається частина гідрофільних пестицидів
4	<u>20:80</u>	<u>60:40</u>	<u>70:30</u>	<u>10:0.7</u>	Забезпечується комплексне очищення екстрактів матриць. При хроматографічному визначенні виявлено ліпофільні та гідрофільні пестициди різних хімічних груп
5	20:90	60:40	70:30	10:0.7	Не повне очищення екстрактів матриць. Втрачається частина гідрофільних пестицидів
6	20:80	60:50	70:30	10:0.7	Не повне очищення екстрактів матриць. Втрачається частина гідрофільних пестицидів
7	20:80	60:40	70:40	10:0.7	Не повне очищення екстрактів матриць. Втрачається частина гідрофільних пестицидів
8	20:80	60:40	70:30	12:0.7	Збільшуються витрати та тривалість процесу очищення екстрактів матриць
9	20:80	60:40	70:30	10:0.5	Збільшуються тривалість і вартість процесу очищення екстрактів матриць

- Технічним результатом є розробка способу очищення екстрактів матриць при хроматографічному визначенні пестицидів. Це дає змогу екстрагування пестицидів та їх метаболітів при їх сумісній присутності у матриці (зразку). Спосіб дозволяє при комплексному хроматографічному дослідженні виявити пестицидів різних хімічних груп до 50, у тому числі фосфорорганічних 21, хлорорганічних 17, синтетичні піретроїди 6 та симтріазини.

ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

- 10 Спосіб очищення екстрактів матриць при хроматографічному визначенні пестицидів, що включає твердофазне очищення екстрактів матриць олій, олієжирових та олієжировмісних продуктів на колонці з адсорбентом з елююванням сумішшю органічних розчинників поетапно, який **відрізняється** тим, що елюювання виконують сумішшю діетилового ефіру і гексану при співвідношенні 20:80 і 60:40 та сумішшю діетилового ефіру і ацетону при співвідношенні 70:30, а
- 15 твердофазне очищення виконують на колонці зі співвідношенням її довжини і діаметра 10:0,7.

Комп'ютерна верстка Д. Шеверун

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601