

# Использование катионных красителей в экстракционно-флуориметрическом анализе

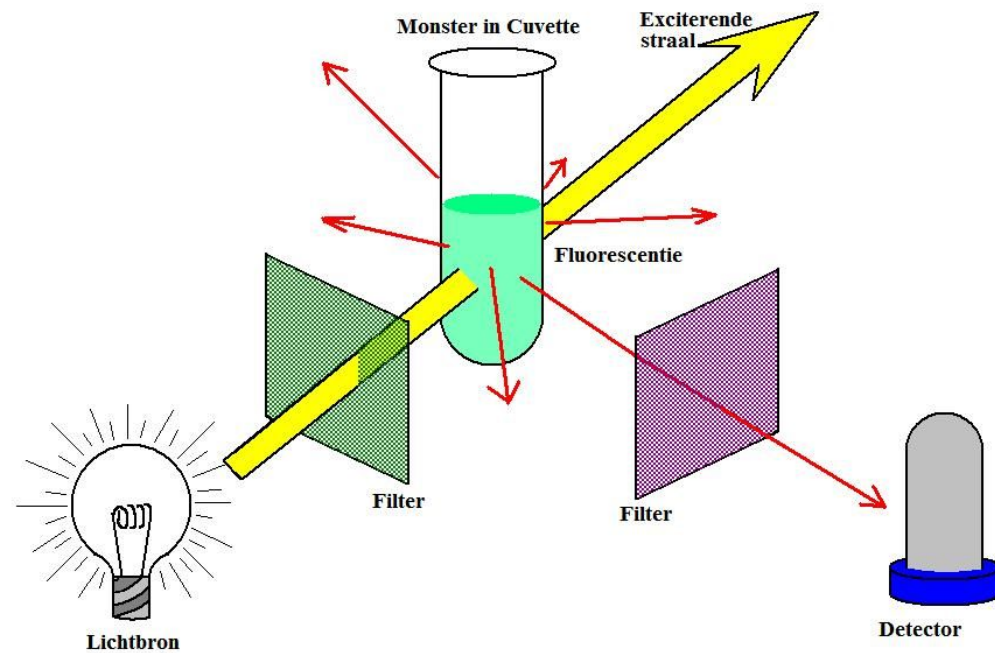
Морозов Юрий Дмитриевич,  
студент 3 курса, специальность  
«Научно-производственная  
деятельность»

Научный руководитель: доцент  
кафедры аналитической химии  
Жилко Вячеслав Владимирович

# ГЛАВА 1 ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР

## 1.1 Объекты исследования

Флуориметрия — метод люминесцентного анализа, основанный на измерении спектров флуоресценции. Пределы обнаружения веществ флуориметрическим методом составляют  $10^{-9}$  -  $10^{-4}$  М.



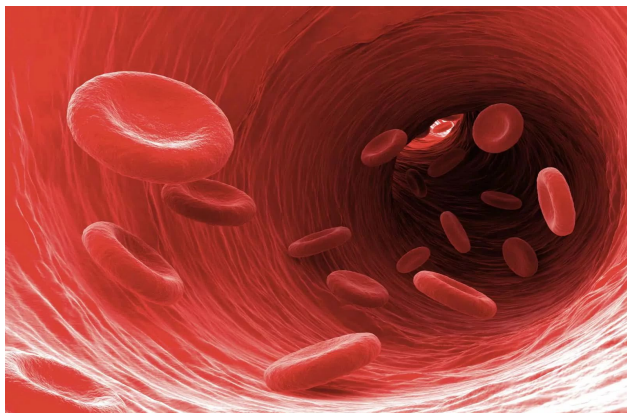
# Нахождение жирных кислот в природе



Нефть



Сточные воды



Плазма крови

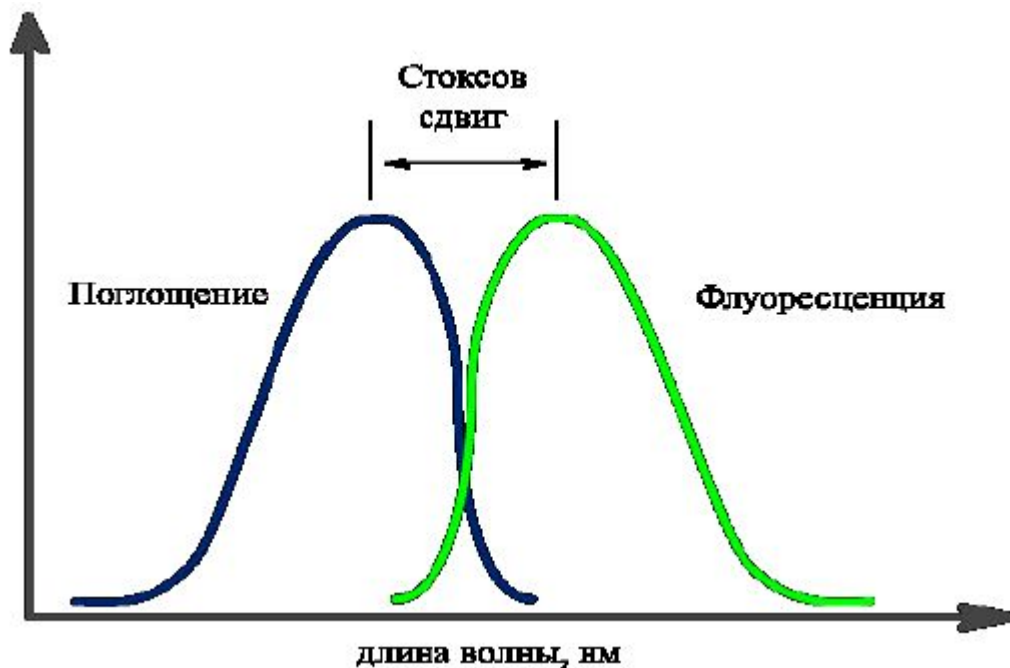


Молочные продукты

# 1.2 Важнейшие характеристики органических люминофоров

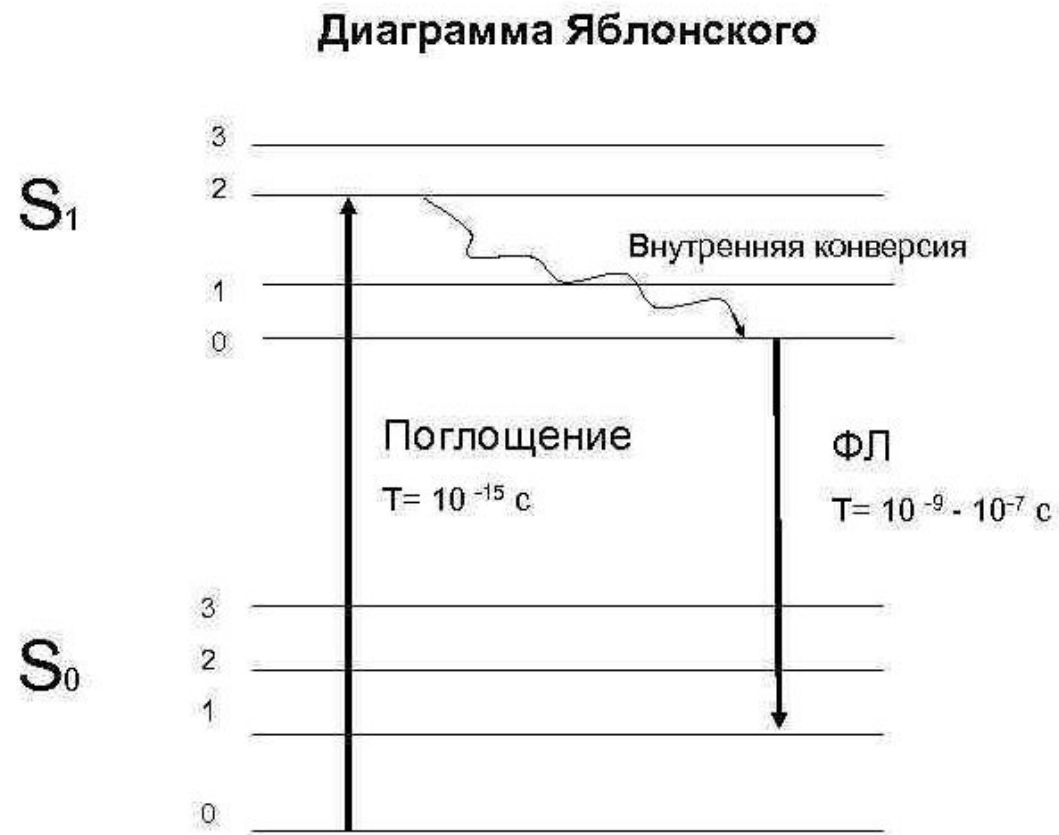
## Спектры поглощения

В случае свечения дискретных центров спектры поглощения характеризуют непосредственно излучающий центр. Они связаны с его составом, структурой и состоянием. В частности, спектр указывает на заполнение различных колебательных уровней невозбуждённого состояния.



# Длинноволновый сдвиг максимума люминесценции

Характеризует безызлучательные потери энергии в акте люминесценции.



# Квантовый выход

Существуют понятия квантового и энергетического выходов.

**Квантовым выходом** ( $B_{кв}$ ) флуоресценции называется отношение числа излученных квантов ( $N_u$ ) к числу поглощенных ( $N_n$ ):

$$B_{кв} = \frac{N_u}{N_n}$$

**Энергетическим выходом** ( $B_э$ ) называется отношение излученной энергии ( $E_u$ ) к энергии поглощенной ( $E_n$ ):

$$B_э = \frac{E_u}{E_n}$$

## Закон Вавилова. Определение 1

**Энергетический** выход люминесценции прямо пропорционален длине волны возбуждения (**обратно пропорционально частоте**)

## Закон Вавилова. Определение 2

**Квантовый** выход люминесценции не зависит от длины волны возбуждения (и является характеристикой вещества)

$$\begin{aligned}\varphi_K &= \varphi_E (\lambda_e / \lambda_a) = \\ &= k \lambda_a (\lambda_e / \lambda_a) = \\ &= k \lambda_e = \text{const}\end{aligned}$$

# 1.3 Методы количественного анализа для определения анионов

Интенсивность люминесценции  $I_{\text{люм}}$  пропорциональна числу поглощенных квантов возбуждающего света ( $N_{\text{погл}}$ ) и квантовому выходу люминесценции:

$$I_{\text{люм}} \approx 2,3k B I_0 \epsilon l c$$

$k$  – коэффициент пропорциональности

$B$  – квантовый выход люминесценции:

$$B = \frac{N_{\text{эм}}}{N_{\text{пээ}}}$$

$I_0$  – интенсивность возбуждающего света

$\epsilon$  – молярный коэффициент поглощения

$l$  – толщина поглощающего слоя

$c$  – концентрация аналита



# ГЛАВА 2 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

## 2.1 Аппаратура и условия измерения



**Solar 2203**

Для поддержания  
заданной  
температуры  
использовался  
встроенный  
термостат

## 2.2 Используемые вещества, их получение, очистка и анализ

Таблица 2.1 – Катионные красители, использующиеся в работе

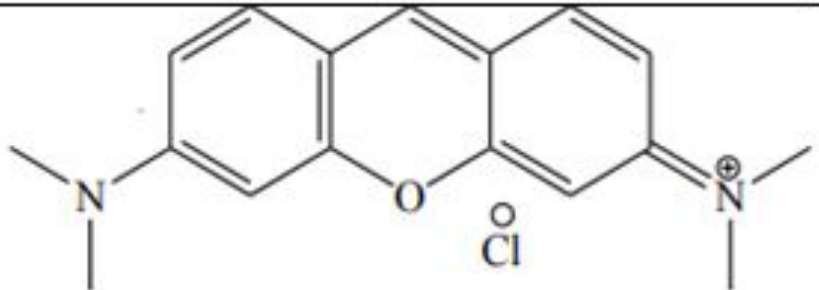
<u>Пиронин G</u>		[6-( <u>dimethylamino</u> )xanthen-3-ylidene]- <u>dimethylazanium</u> Chloride
------------------	--	--

Таблица 2.2 - Используемые высшие карбоновые кислоты

Название кислоты	Номенклатурное название	Химическая формула
Пальмитиновая	<u>Гексадекановая</u>	$C_{15}H_{31}COOH$
Стеариновая	Октадекановая	$C_{17}H_{35}COOH$

## 2.3 Критерии для проведения экстракции и флуориметрического определения высших карбоновых кислот

1. Стабильность при высоких рН
2. Высокая степень экстракции
3. Устойчивость при данных условиях во времени
4. Высокий коэффициент экстинкции

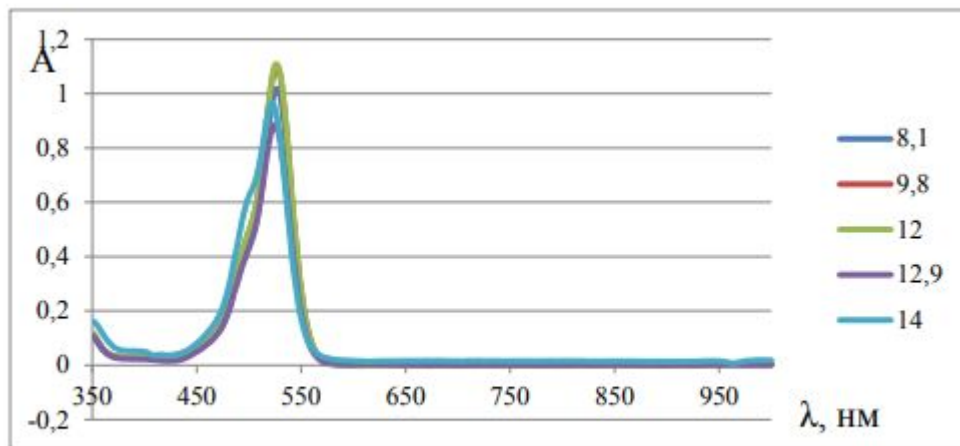


Рисунок 2.1. – Спектр поглощения катионного красителя Пиронин G

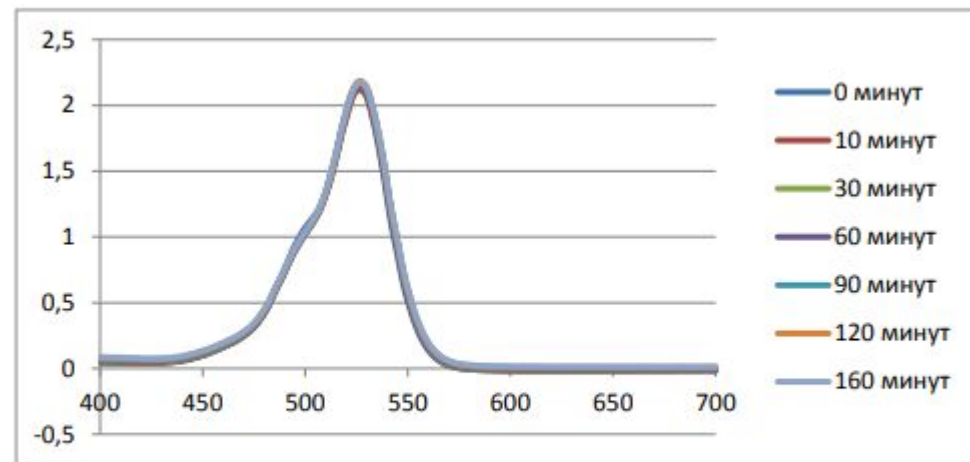


Рисунок 2.2. – Устойчивость катионного красителя Пиронин G во времени

## 2.4 Методика количественного определения высших карбоновых кислот в молоке с помощью Пиронина G

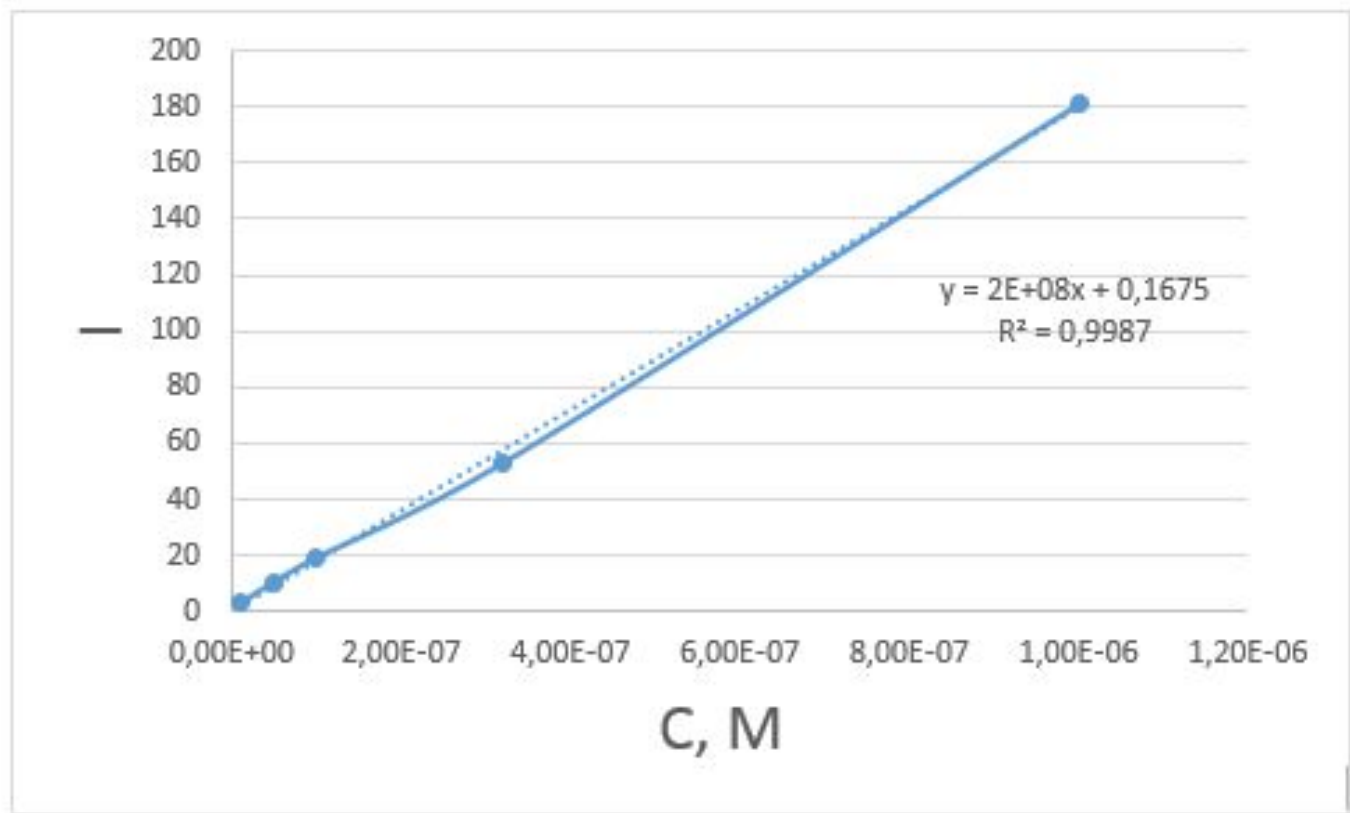


Рисунок 2.3 – Градуировочный график зависимости интенсивности флуоресценции от концентрации пальмитиновой кислоты

Таблица 2.3 – Растворы пальмитиновой кислоты в гептане

V, см <sup>3</sup>	№0	№1	№2	№3	№4	№5	№6
C <sub>15</sub> H <sub>31</sub> COOH	-	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,65
C <sub>8</sub> H <sub>17</sub> OH / C <sub>7</sub> H <sub>16</sub>	4,35	4,35	4,35	4,35	4,35	4,35	4,35
C <sub>7</sub> H <sub>16</sub>	0,65	0,55	0,45	0,35	0,25	0,15	-
<u>Пиронин G</u>	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35
Глициновый буфер	2	2	2	2	2	2	2
Вода	2,65	2,65	2,65	2,65	2,65	2,65	2,65

Прозрачная верхняя фаза была внесена в экстракционную систему описанную выше вместо пальмитиновой кислоты.

Правильность методики была подтверждена методами добавок и разбавления

Таблица 2.4 - Результаты определения концентрации карбоновых кислот после однократной экстракции ( $P = 0,95$ ;  $n = 3$ )

Образец	Концентрация кислот в исходном образце, М	Концентрация кислот в образце с добавлением пальмитиновой кислоты, с поправкой на добавленные количества, М	Концентрация кислот в разбавленном в 2 раза образце, с поправкой на разбавление, М
Молоко детское «Депи» 3,2% жирн. (ГМЗ №1)	$(6,87 \pm 0,42) \cdot 10^{-4}$	$(6,54 \pm 1,02) \cdot 10^{-4}$	$(6,40 \pm 0,95) \cdot 10^{-4}$

# ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Обнаружено, что в отличие от других катионных красителей, в сильнощелочных средах Пиронин G хорошо экстрагируется в виде ионных ассоциатов с высшими карбоновыми кислотами. Установлено, что оптимальными значениями pH для экстракции ВКК с ПГ является pH~11,25. Найден состав органической фазы для определения ВКК в виде ионного ассоциата с ПГ.



На основании полученных результатов возможно осуществление внедрение в лабораторный практикум новой экстракционно-флуориметрической методики количественного определения высших карбоновых кислот по дисциплине «Безопасность продуктов питания», «Оптические методы анализа».

