Использование катионных красителей в экстракционно-флуориметрическом анализе

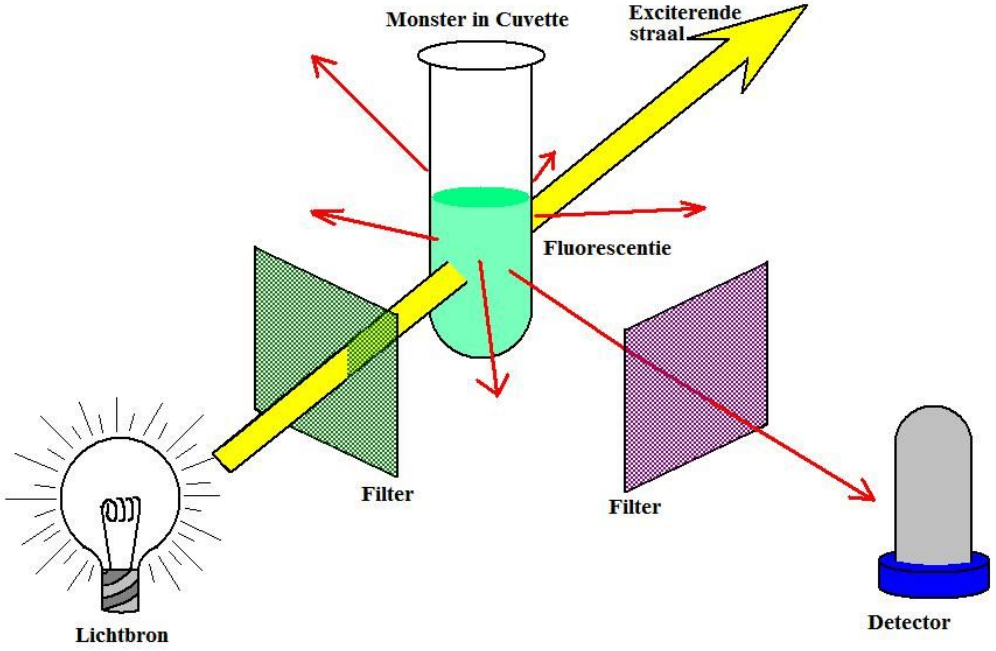
Морозов Юрий Дмитриевич,
студент 3 курса, специальность
«Научно-производственная
деятельность»

Научный руководитель: доцент
кафедры аналитической химии
Жилко Вячеслав Владимирович

ГЛАВА 1 ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР

1.1 Объекты исследования

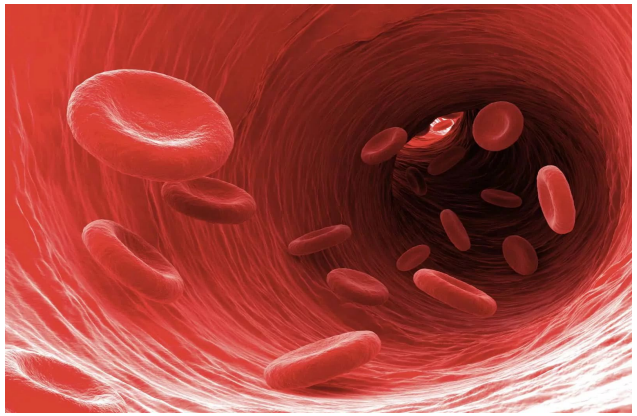
Флуориметрия — метод люминесцентного анализа, основанный на измерении спектров флуоресценции. Пределы обнаружения веществ флуориметрическим методом составляют 10^{-9} -10^{-4} М.



Нахождение жирных кислот в природе

Нефть

Сточные воды



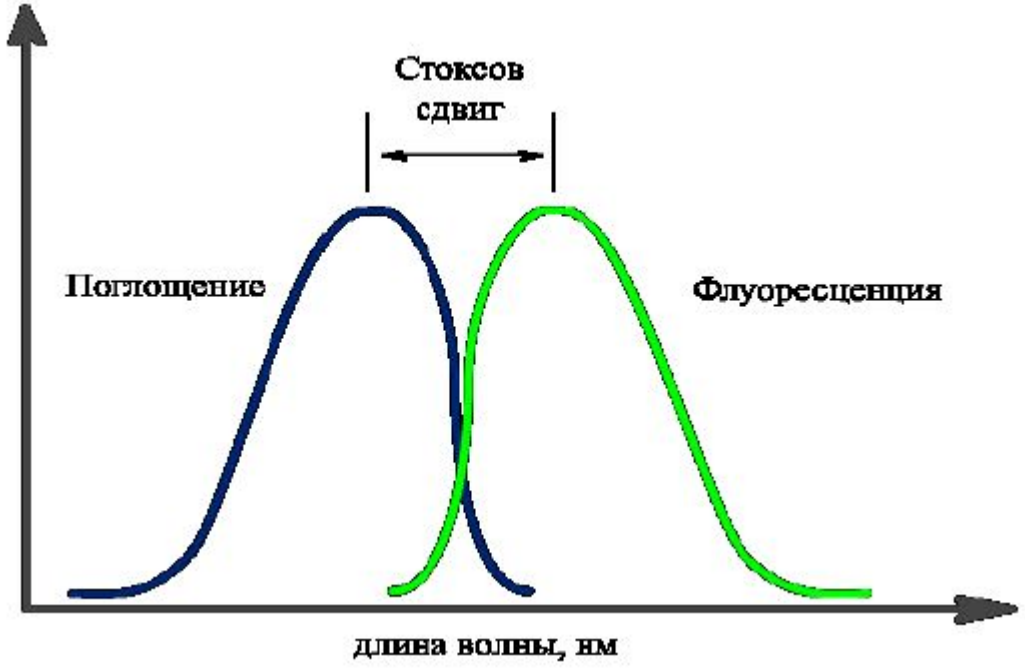
Плазма крови

Молочные продукты

1.2 Важнейшие характеристики органических люминофоров

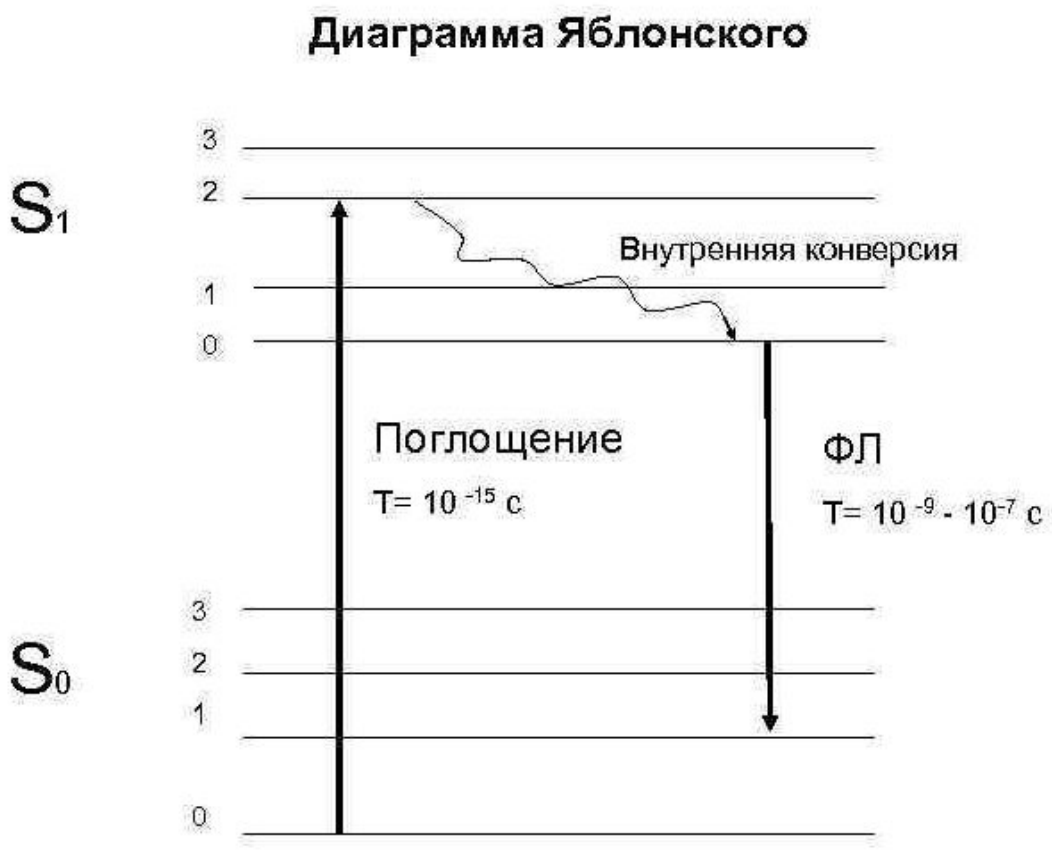
Спектры поглощения

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_h) к числу поглощенных (N_n):

$$B_{кв} = \frac{N_и}{N_п}$$

Энергетическим выходом ($B_э$) называется отношение излученной энергии ($E_и$) к энергии поглощенной ($E_п$):

$$B_э = \frac{E_и}{E_п}$$

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)

$$\varphi_K = \varphi_E (\lambda_e/\lambda_a) =$$
$$= k\lambda_a (\lambda_e/\lambda_a) =$$
$$= k\lambda_e = const$$

1.3 Методы количественного анализа для определения анионов

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

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

k –коэффициент пропорциональности

B – квантовый выход люминесценции:

$$B = \frac{N_{èñò}}{N_{ïîãë}}$$

I_0 _ интенсивность возбуждающего света

ε – 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

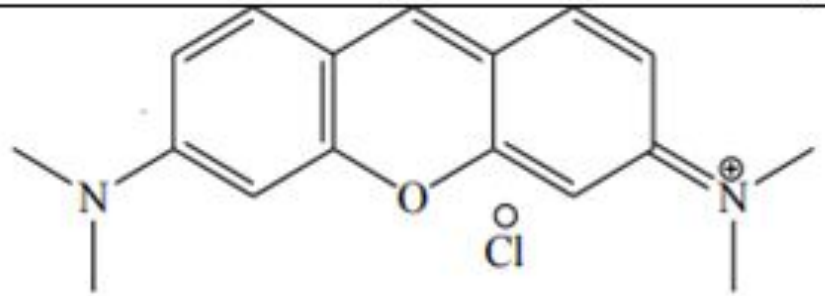
Пиронин G		[6-(dimethylamino)xanthen-3-ylidene]-dimethylazanium Chloride

Таблица 2.2 - Используемые высшие карбоновые кислоты

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

2.3 Критерии для проведения экстракции и флуориметрического определения высших карбоновых кислот

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

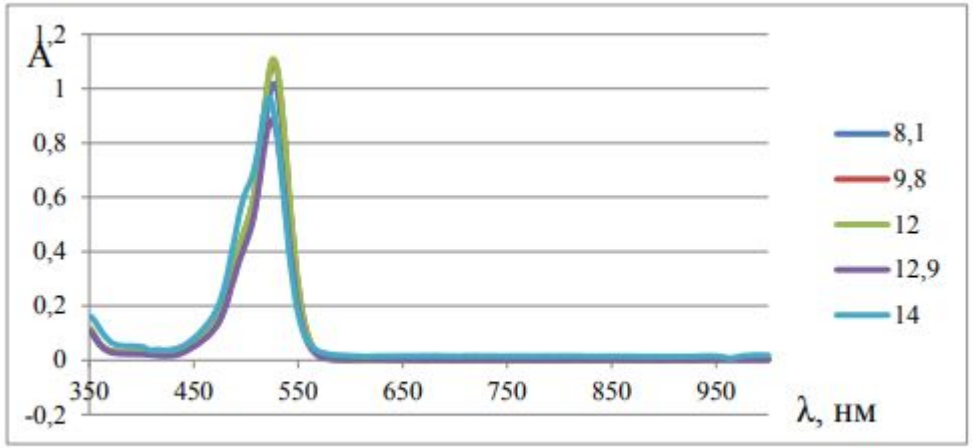


Рисунок 2.1. – Спектр поглощения катионного красителя Пиронин G

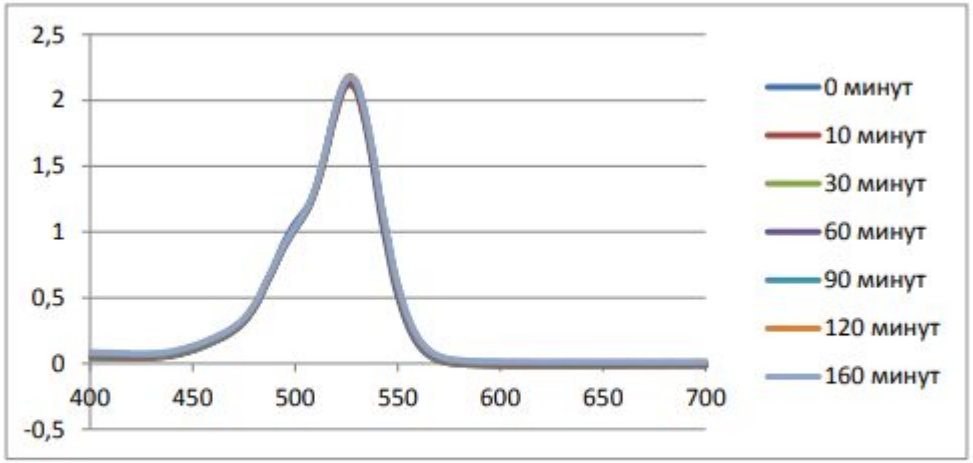


Рисунок 2.2. – Устойчивость катионного красителя Пиронин G во времени

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

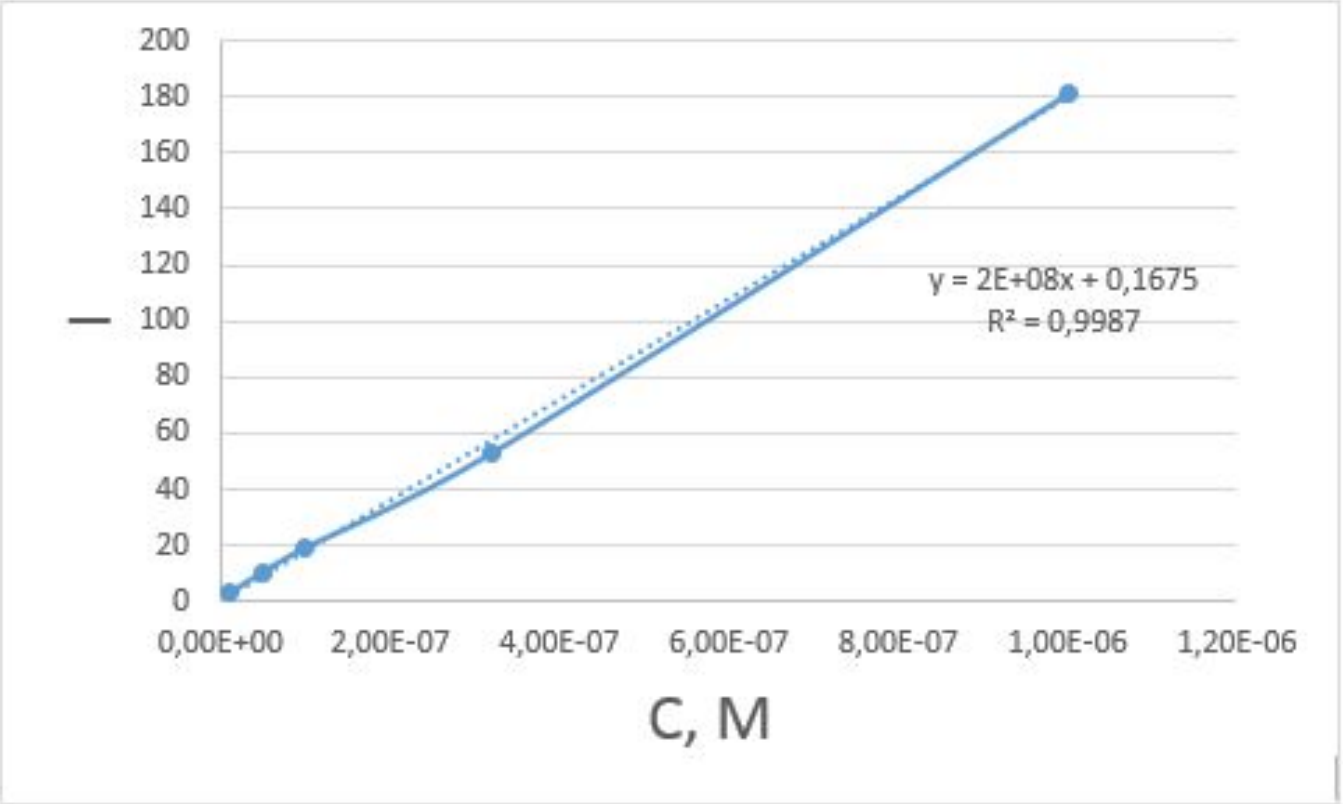


Рисунок 2.3 – Градуировочный график зависимости интенсивности флуоресценции от концентрации пальмитиновой кислоты

Таблица 2.3 – Растворы пальмитиновой кислоты в гептане

V, см^3	№0	№1	№2	№3	№4	№5	№6
$C_{15}H_{31}COOH$	-	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,65
$C_8H_{17}OH$ / C_7H_{16}	4,35	4,35	4,35	4,35	4,35	4,35	4,35
C_7H_{16}	0,65	0,55	0,45	0,35	0,25	0,15	-
Пиронин G	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 (Р = 0,95; п = 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)	$(6,87\pm0,42)\cdot10^{-4}$	$(6,54\pm1,02)\cdot10^{-4}$	$(6,40\pm0,95)\cdot10^{-4}$

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 ПG является pH~11,25. Найден состав органической фазы для определения ВКК в виде ионного ассоциата с ПG.

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».