

Использование катионных красителей в экстракционно-флуориметрическом анализе

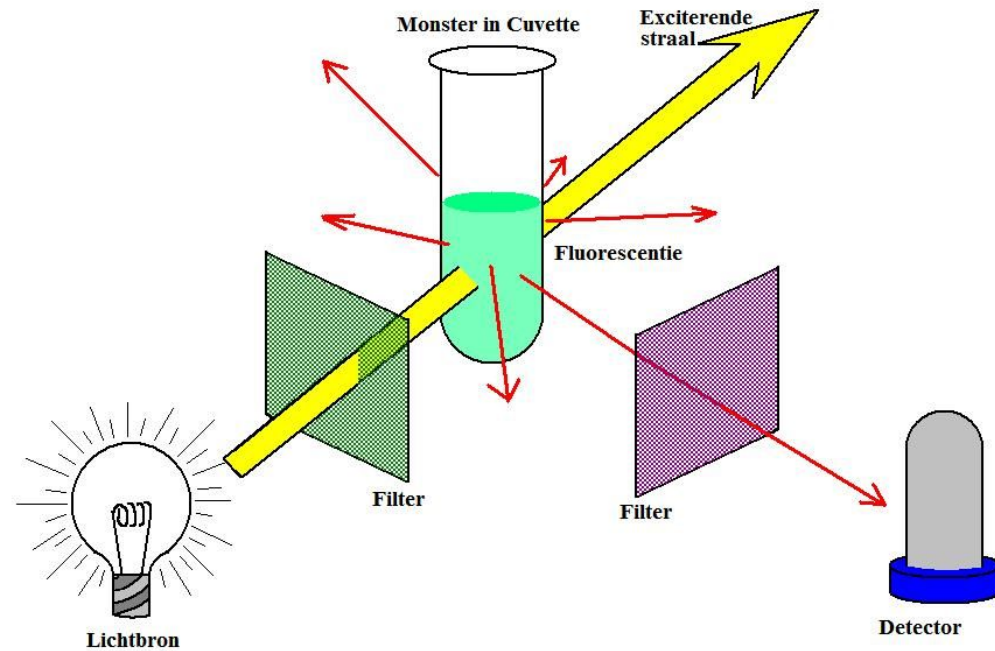
Морозов Юрий Дмитриевич,
студент 3 курса, специальность
«Научно-производственная
деятельность»

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.



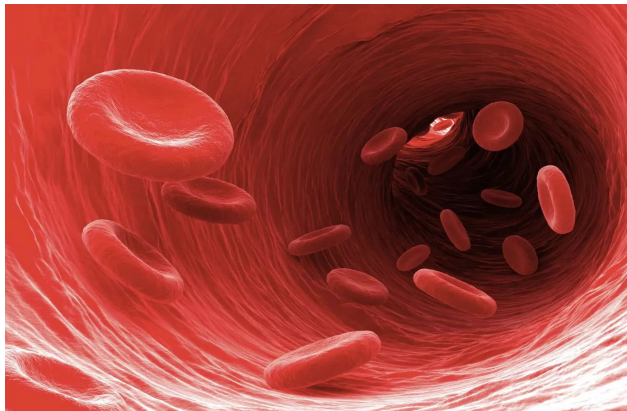
Нахождение жирных кислот в природе



Нефть



Сточные воды



Плазма крови

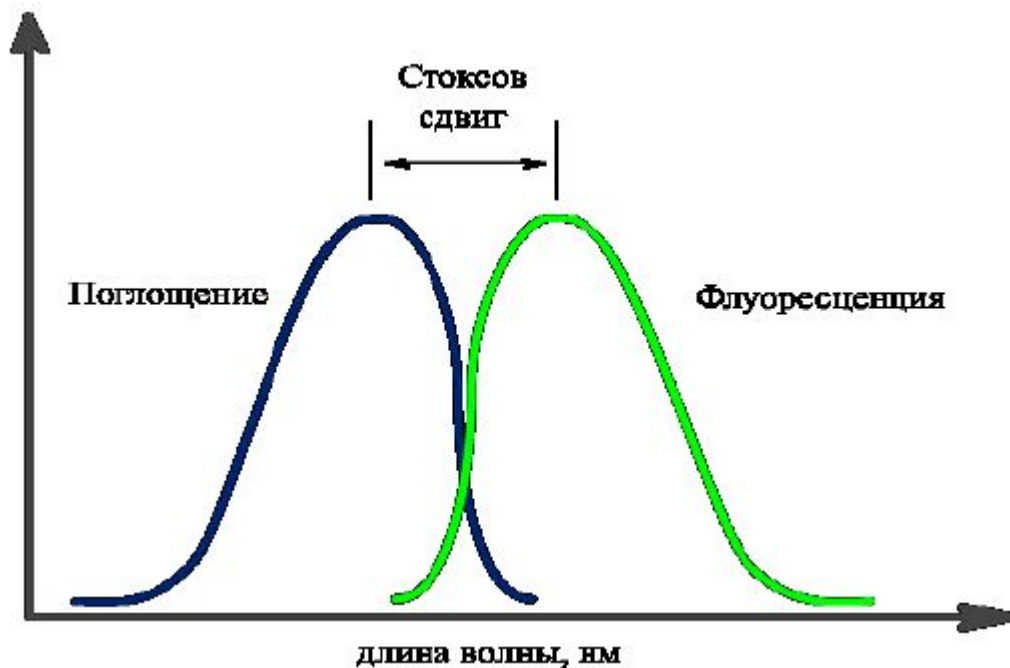


Молочные продукты

1.2 Важнейшие характеристики органических люминофоров

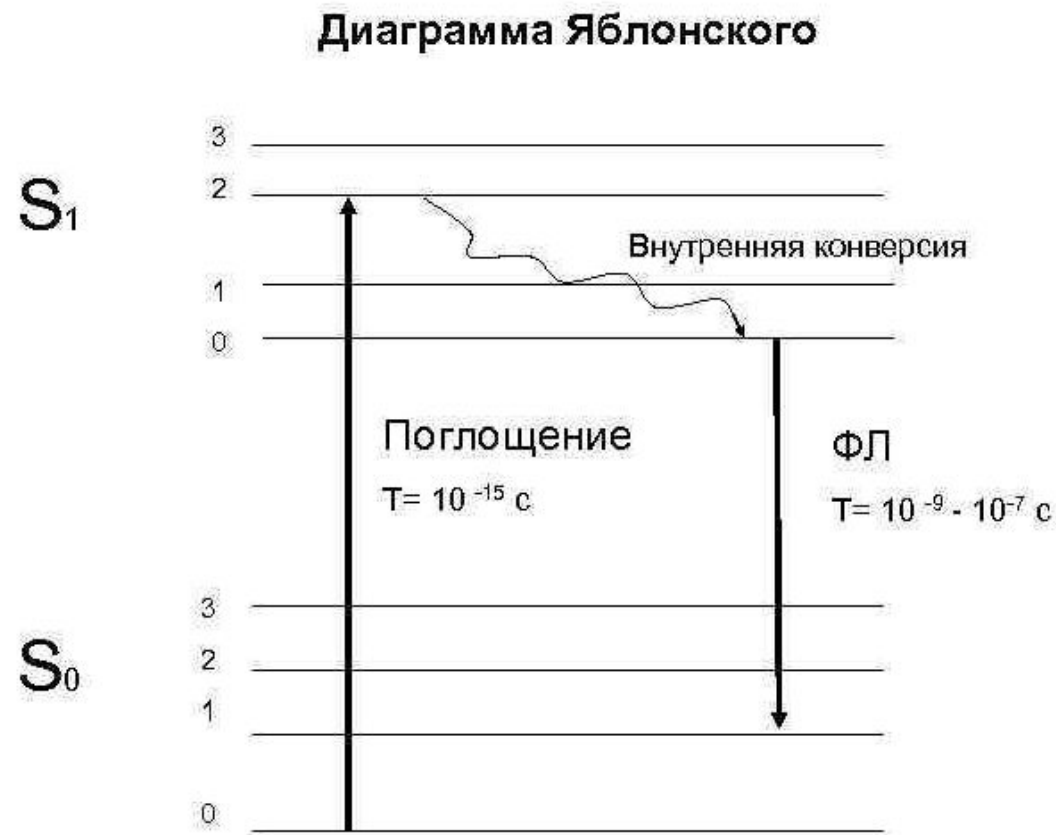
Спектры поглощения

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

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

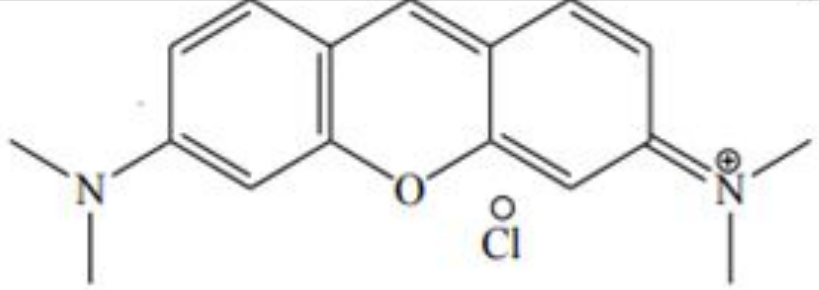
<u>Пиронин G</u>		[6-(<u>dimethylamino</u>)xanthen-3-ylidene]- <u>dimethylazanium</u> Chloride
------------------	------------------------------------------------------------------------------------	--------------------------------------------------------------------------------

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

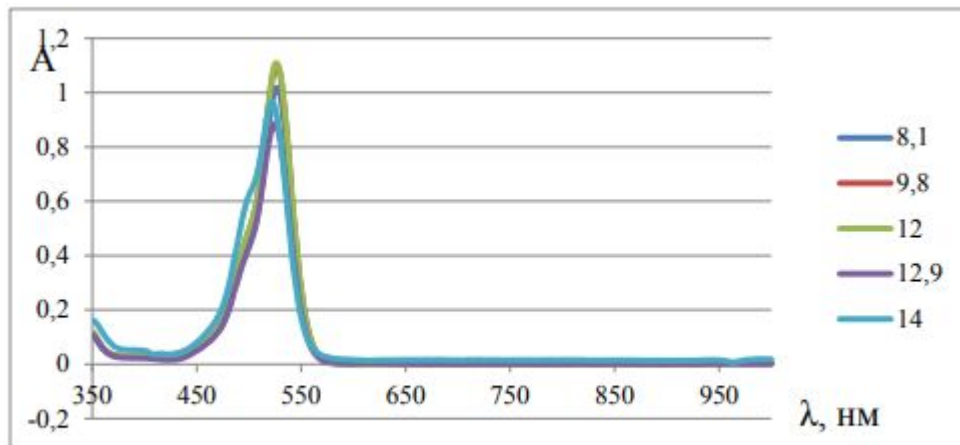


Рисунок 2.1. – Спектр поглощения катионного красителя Пиронин G

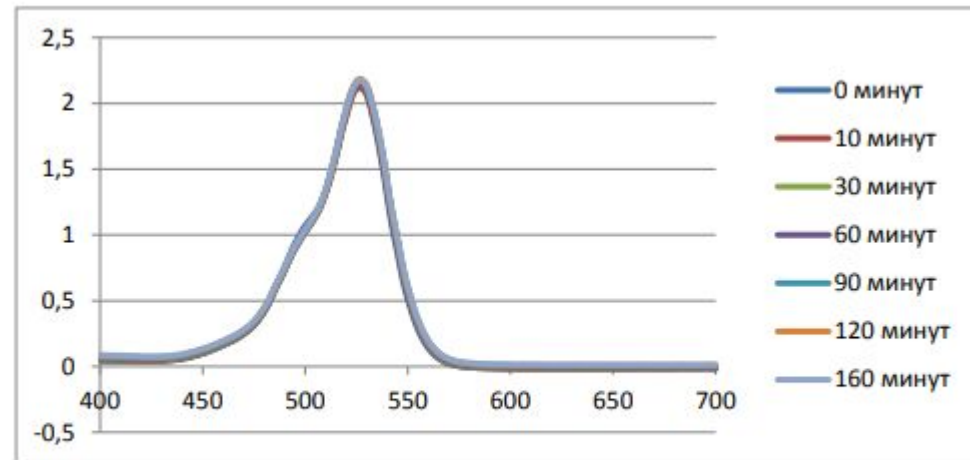


Рисунок 2.2. – Устойчивость катионного красителя Пиронин G во времени

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

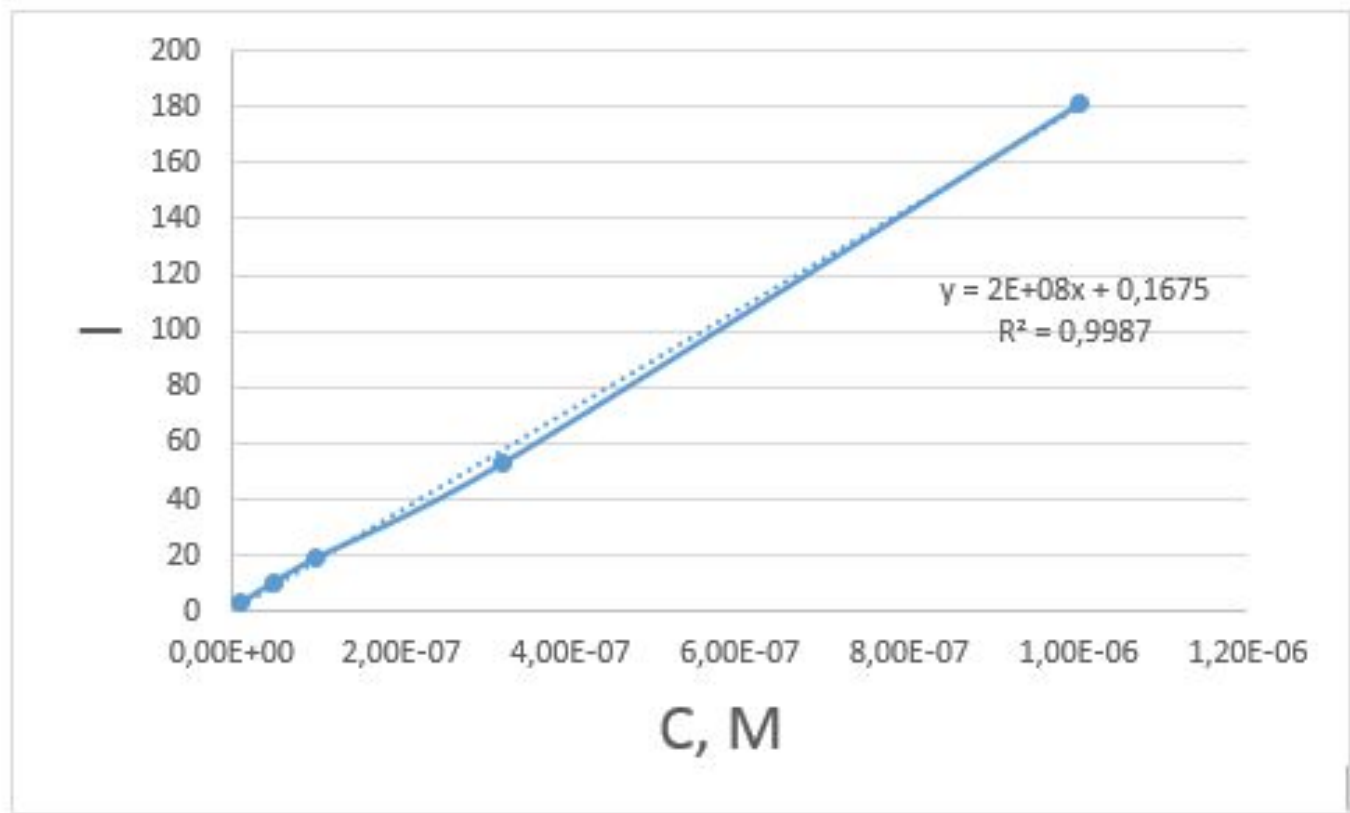


Рисунок 2.3 – Градуировочный график зависимости интенсивности флуоресценции от концентрации пальмитиновой кислоты

Таблица 2.3 – Растворы пальмитиновой кислоты в гептане

V, см 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 ₈ H ₁₇ OH / C ₇ H ₁₆	4,35	4,35	4,35	4,35	4,35	4,35	4,35
C ₇ H ₁₆	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».

