ОПТИМИЗАЦИЯ РАЗДЕЛЕНИЯ И ИДЕНТИФИКАЦИЯ КАТИОННЫХ И АМФОТЕРНЫХ ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ В СЫРЬЕ И МОЮЩИХ СРЕДСТВАХ МЕТОДАМИ ТСХ И ВЭЖХ

Дипломная работа

Выполнила студентка 5 курса 452 группы
Панова Эльвира Викторовна

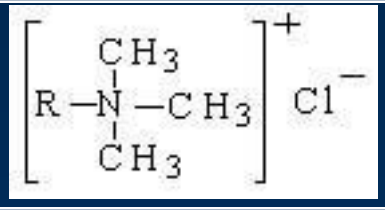
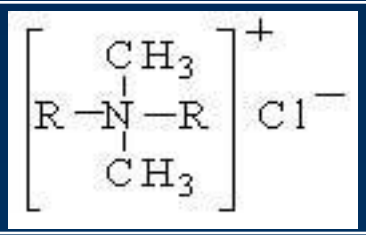
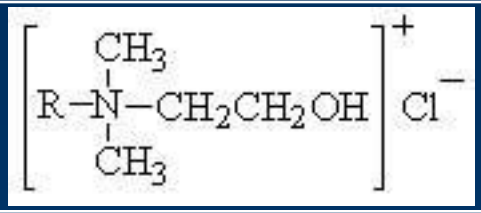
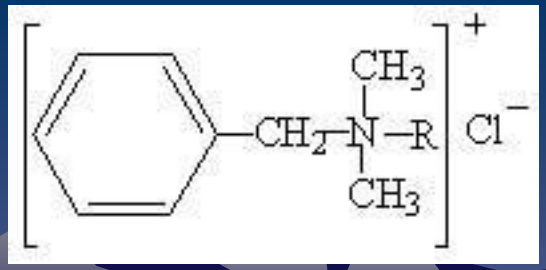
Научные руководители:
к.х.н., доцент Лобачёва И. В.,
аспирант Колотвин А. А

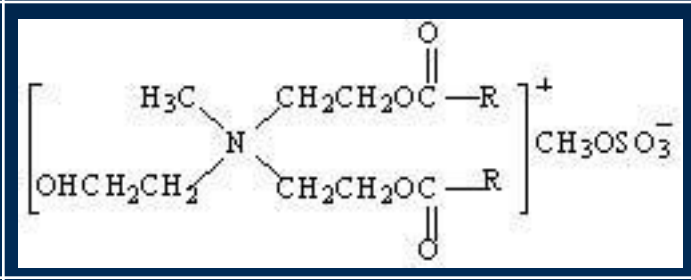
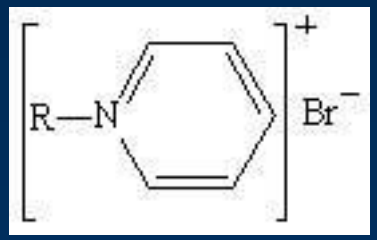
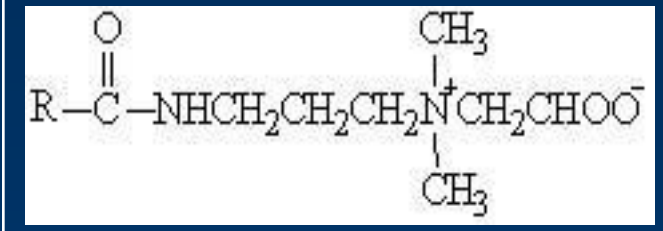
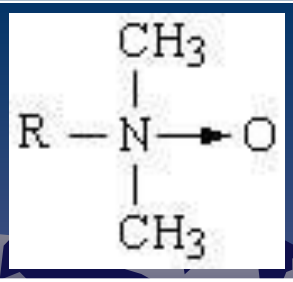
PuriColor
VibraColor
Iragon

Целью настоящей дипломной работы являлось определение катионных и амфотерных ПАВ в композициях моющих средств и сырье методами ТСХ и ВЭЖХ.

Таблица 1

Анализируемые образцы сырья КПАВ и АМФПАВ

название	Структурная формула	Торговое название, фирма производитель
1	2	3
Алкилтриметиламмоний хлорид (АТА)	 R=C_{12}, C_{14}, C_{16}	«Алкапав (С12/С14)» г. Волгодонск, НИИ ПАВ «Алкапав (С16)» г. Волгодонск, НИИ ПАВ
Диалкилдиметиламмоний хлорид (ДДА)	 R=C_{16}, C_{18}	“Prapagen WK” (Германия, Hoechst)
Алкилдиметил(2-гидроксиэтил) аммоний хлорид (АДГА)	 R=C_{12}, C_{14}	“Катинол” (г. Волгодонск, НИИПАВ)
Алкилдиметилбензиламмоний хлорид (АДБА)	 R=C_{12}, C_{14}	“Катапав-12.50” (г. Волгодонск, НИИПАВ)

1	2	3
N-метил-ди (алкилкарбоксиэтил) -2- гидроксиэтиламмоний (МАГА)		“Rewoquat WE 18” (Норвегия, Degussa)
Алкилпиридиний хлорид (АП)	 $R=C_{12}$	FLUKA
Амидпропилбетаин кокосового масла (АПБ)	 $R=C_8 – – C_{18}$	“Hansateric CAPB 45” (Германия, Hansa Chemie AG)
Алкилдиметиламиноксид (ААО)	 $R=C_{12}, C_{14}, C_{16}$	“HANSAMIN AO-L”(ГЕРМАНИЯ, HANSA CHEMIE AG)

ТФЭ

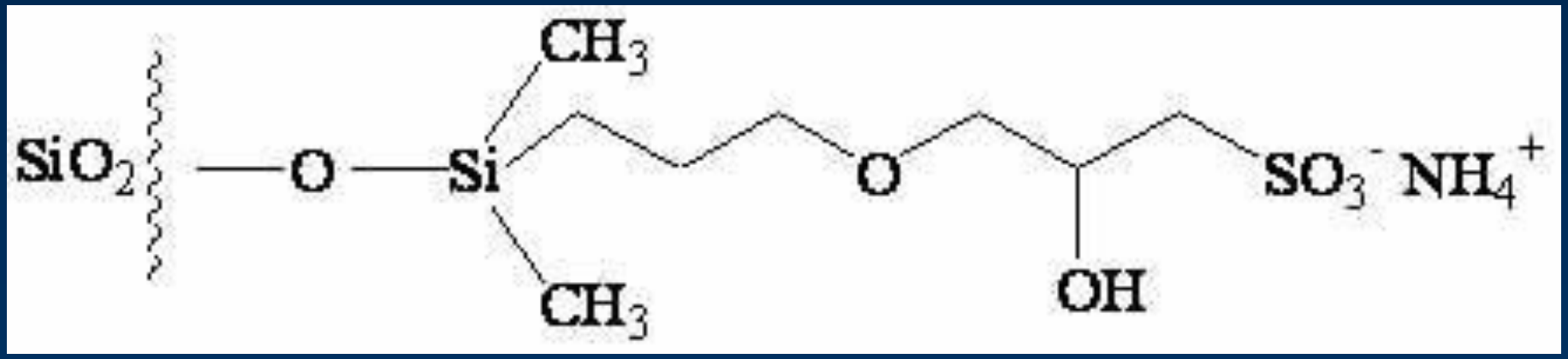
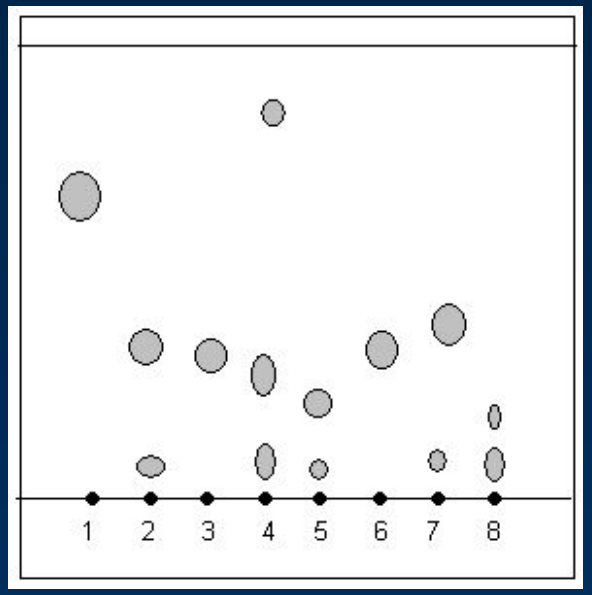
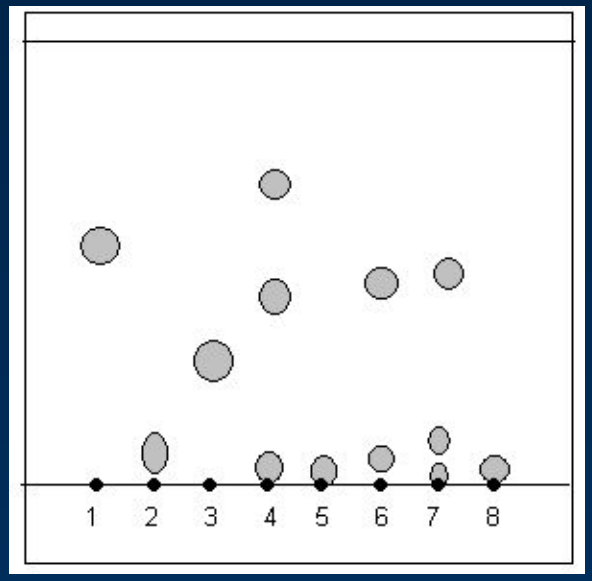


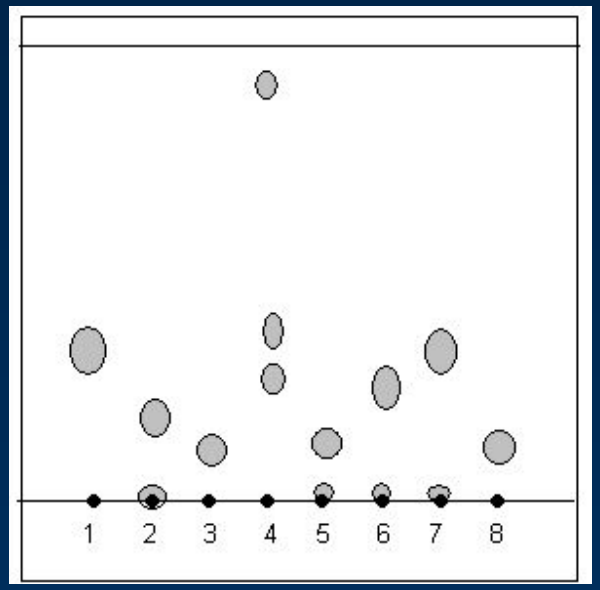
Рис. 1. Химическая структура сорбента Диасорб -130-сульфо



А) ПФ ТСХ: i-пропанол/хлороформ/метанол/раствор аммиака 40/40/20/10 на алюминиевой подложке



Б) ПФ ТСХ: i-пропанол/хлороформ/метанол/раствор аммиака 40/40/40/10 на алюминиевой подложке



В) ПФ ТСХ: Хлороформ/метанол/вода 75/23/3 на полимерной подложке

Рис.2. Схемы ТСХ хроматограмм КПАВ в различных ПФ, где 1 – ААО, 2 – АП, 3 – АПБ, 4 – МАГА, 5 – АТА, 6 – АДБА, 7 – ДДА, 8 – АДГА.

Хроматографическая система Perkin-Elmer (Series 200, США)

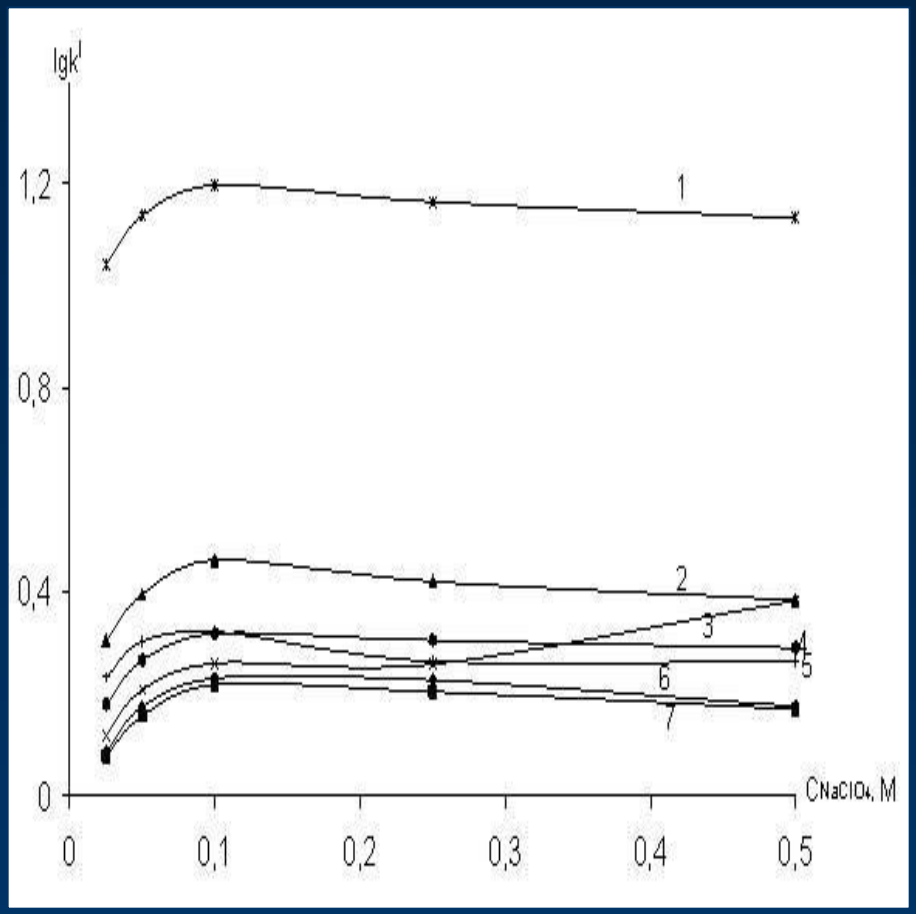


Рис. 3. Влияние концентрации перхлората натрия на фактор удерживания (k) компонента КПАВ на колонке C_{18}. 1 – МАГА, 2 – АДБА, 3 – АП, 4 – ААО (C_{12}), 5 - АПБ, 6 – АТА, 7 – АДГА.

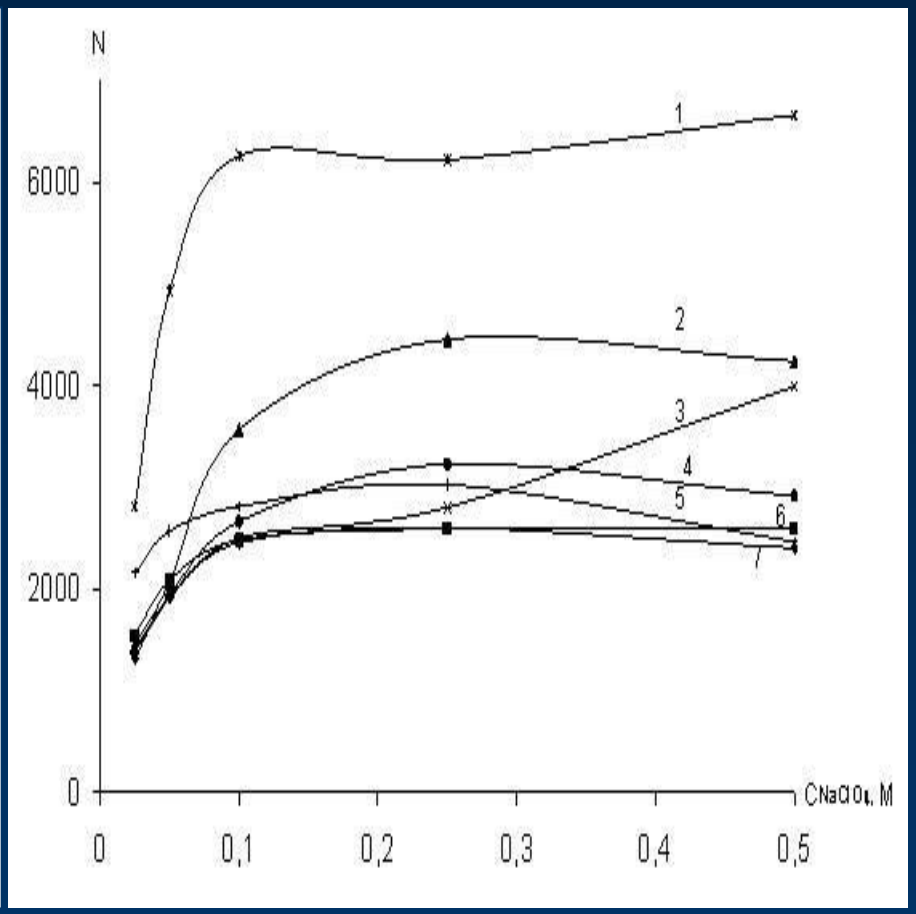
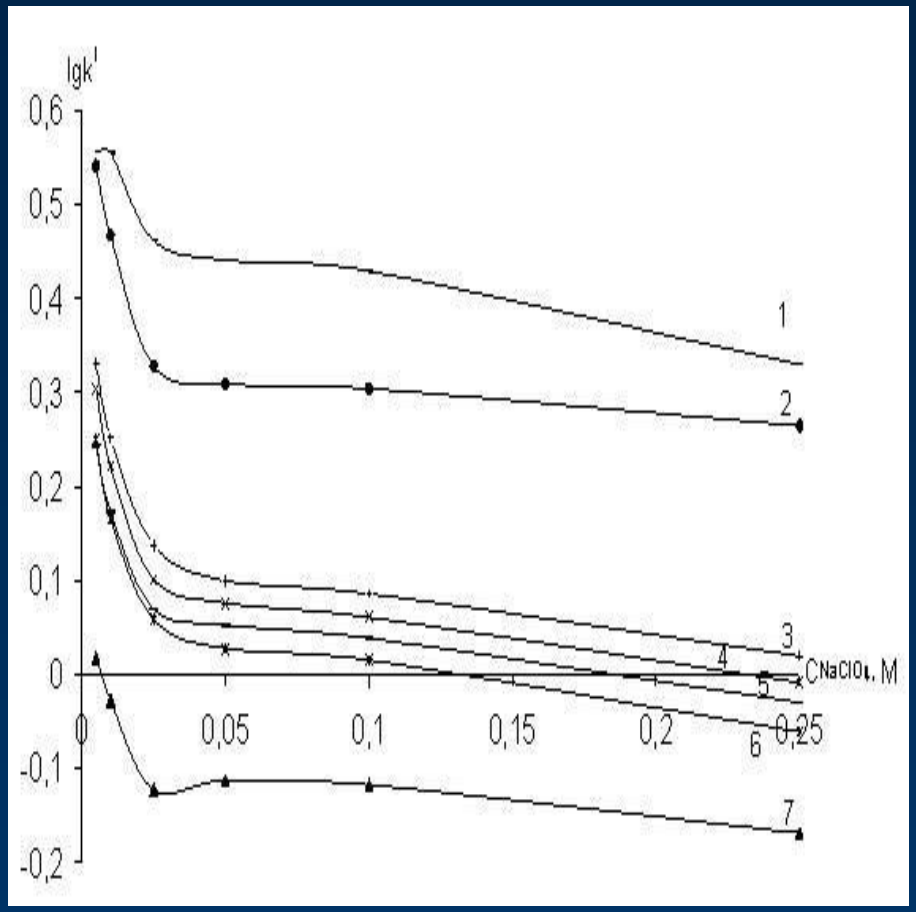


Рис.4. Влияние концентрации перхлората натрия на число теоретических тарелок (N) компонента КПАВ на колонке C_{18}. 1 – МАГА, 2 – АДБА, 3 – АП, 4 – ААО (C_{12}), 5 - АПБ, 6 – АДГА, 7 – АТА.

Таблица 2

Зависимость эффективности разделения (N) компонентов КПАВ и АМФПАВ (C_{12}) от концентрации перхлората натрия на колонке C_{18}

НАЗВАНИЕ КОМПОНЕНТОВ	КОНЦЕНТРАЦИЯ ПЕРХЛОРАТА НАТРИЯ В ПФ				
	0.025	**0.05**	**0.1**	**0.25**	**0.5**
АТА	1321,249	1910,343	2457,618	2599,917	2398,989
АДГА	1544,81	2083,608	2483,404	2590,167	2589,512
АДБА	1434,19	2066,487	3562,193	4451,403	4234,246
АП	1400,781	1922,487	2497,56	2802,323	3987,045
МАГА	2807,16	4932,075	6254,596	6214,802	6655,023
ААО	1376,83	1932,998	2660,594	3222,871	2910,507
АПБ	2155,52	2567,289	2811,52	3025,687	2463,81



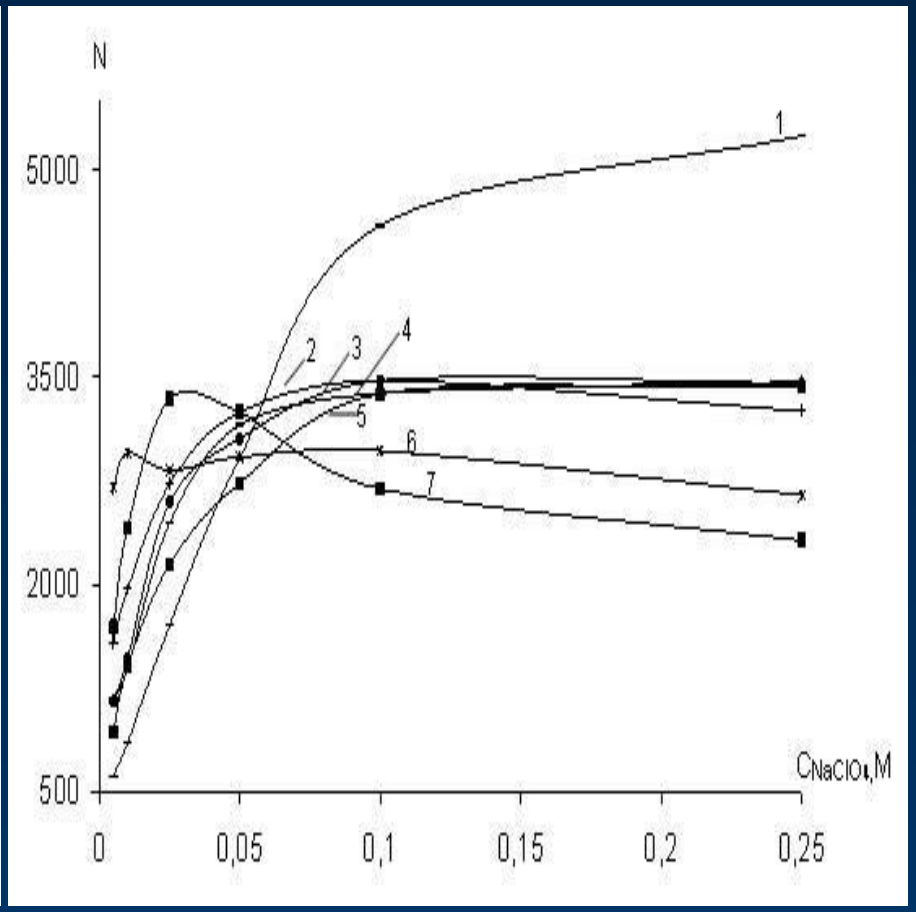


Рис. 5. Влияние концентрации перхлората натрия на фактор удерживания (k) компонента КПАВ на колонке C_{CN}. 1 – МАГА, 2 – АДБА, 3 – АП, 4 – АТА, 5 – ААО (C_{12}), 6 – АДГА, 7 – АПБ.

Рис. 6. Влияние концентрации перхлората натрия на число теоретических тарелок (N) компонента КПАВ на колонке C_{CN}. 1 – АДБА, 2 - АДГА ,3 – АТА, 4 – ААО, 5 – АП (C_{12}), 6 – АПБ, 7 – МАГА.

Таблица 3

Зависимость эффективности разделения (N) компонентов КПАВ и АМФПАВ (C_{12}) от концентрации перхлората натрия на колонке C_{CN}

НАЗВАНИЕ КОМПОНЕНТОВ	КОНЦЕНТРАЦИЯ ПЕРХЛОРАТА НАТРИЯ В ПФ					
	0.005	**0.01**	**0.025**	**0.05**	**0.1**	**0.25**
АПБ	2695,92	2954,31	2825,53	2923,87	2967,67	2647,76
АТА	1151,04	1457,12	2594,37	3055,87	3474,81	3455,8
АДГА	1581,05	1965,27	2727,01	3247,37	3475,33	3256,39
АДБА	610,41	849,1	1701,25	2912,54	4600,63	5249,7
АП	933,68	1399,74	2145,03	2730,59	3378,44	3427,74
МАГА	1690,73	2407,19	3341,64	3245,01	2693,75	2316,57
ААО	1165,59	1378,38	2444,06	3153,1	3382,4	3465,63

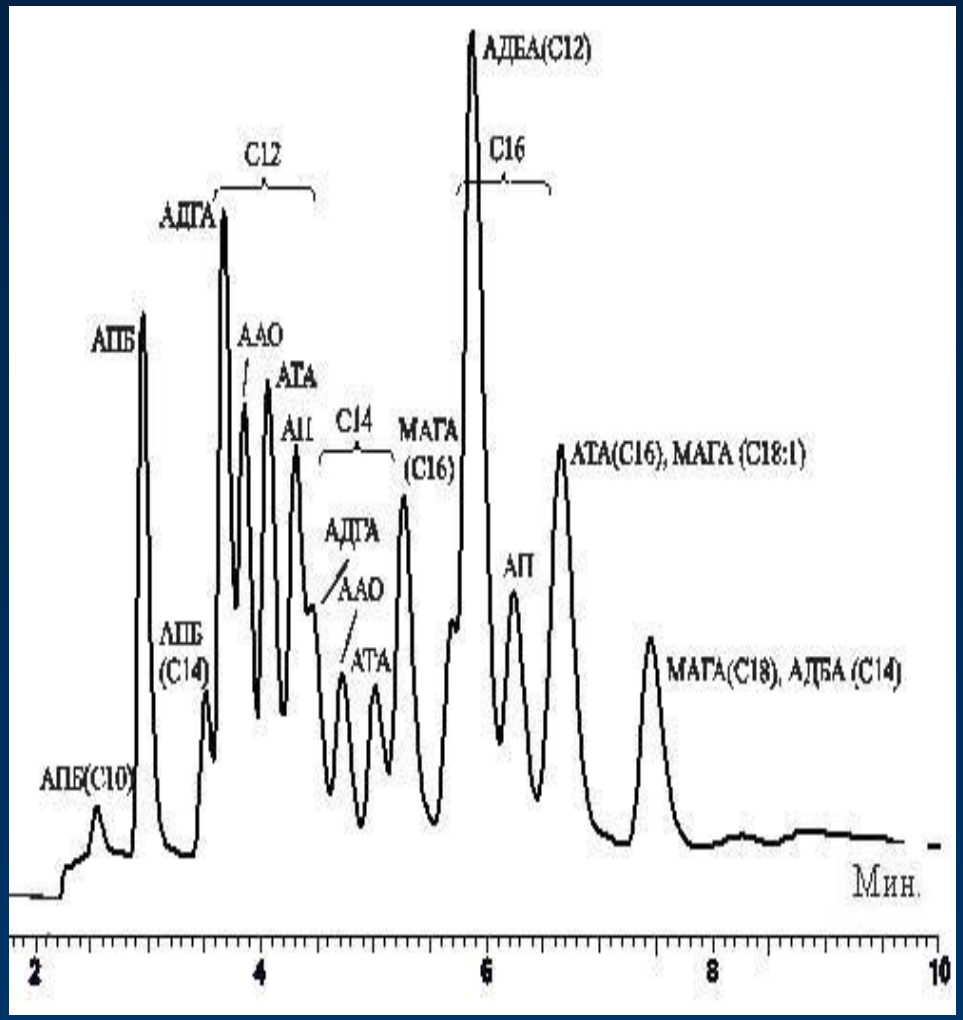


Рис. 7. Хроматограммы разделения модельных смесей КПАВ на колонке C_{CN} в ПФ – 6 (MeCN – H_2O (48 : 52, об. %))

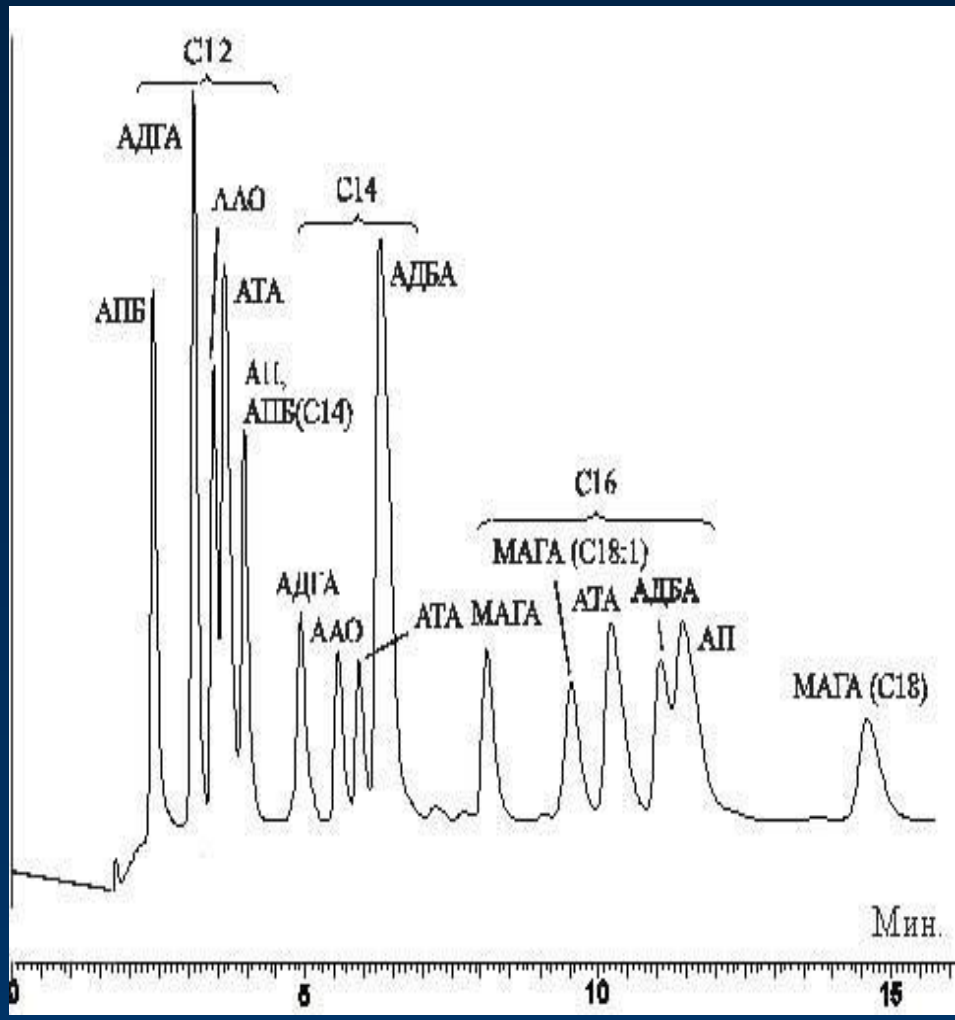
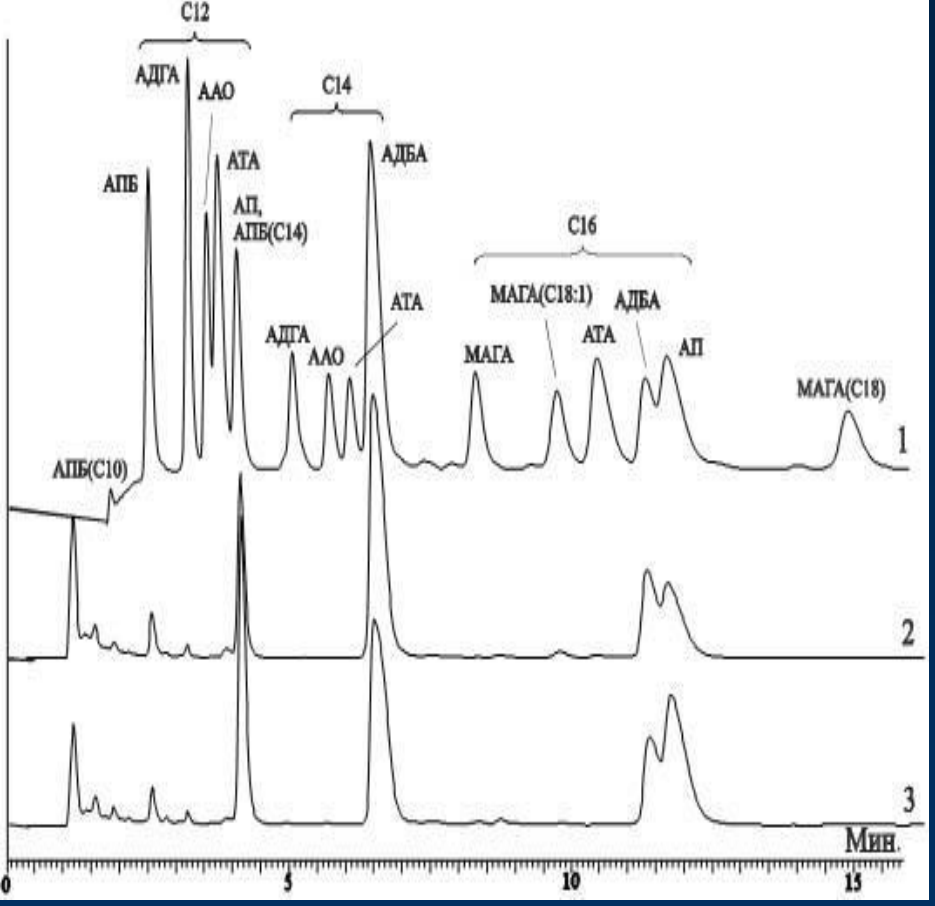
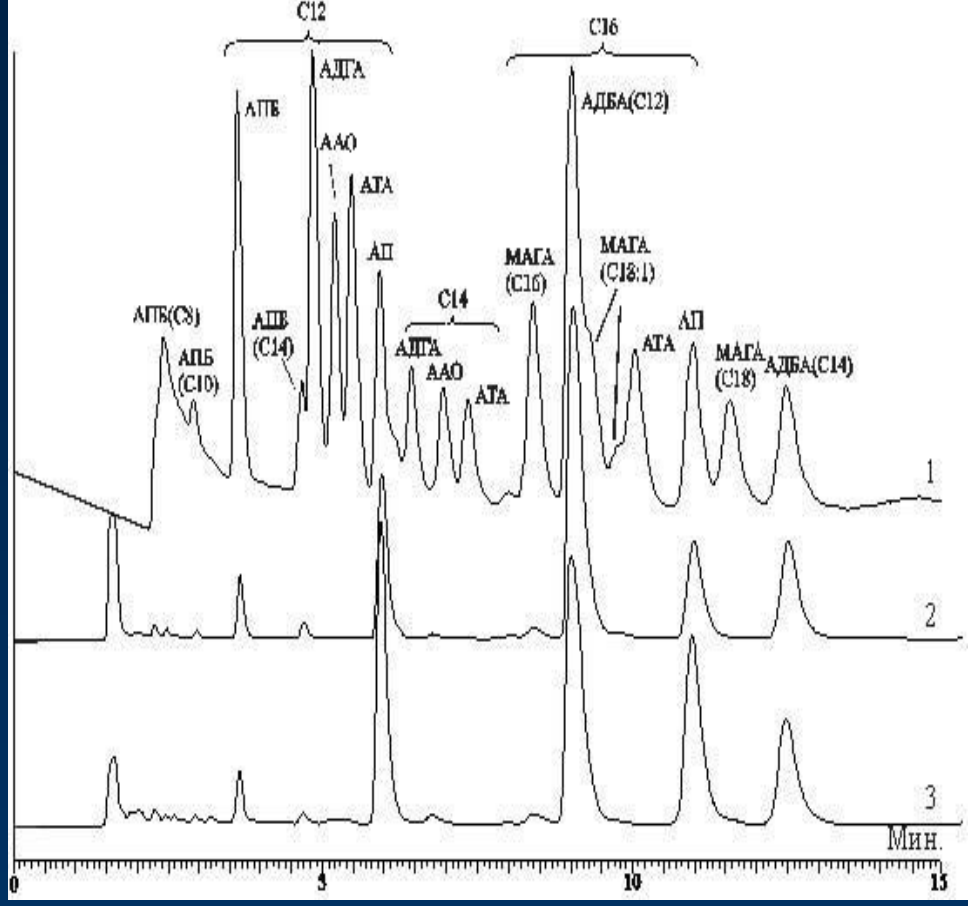


Рис. 8. Хроматограммы разделения модельных смесей КПАВ на колонке C_8 в ПФ – 6 (MeCN – H_2O (62 : 38, об. %))



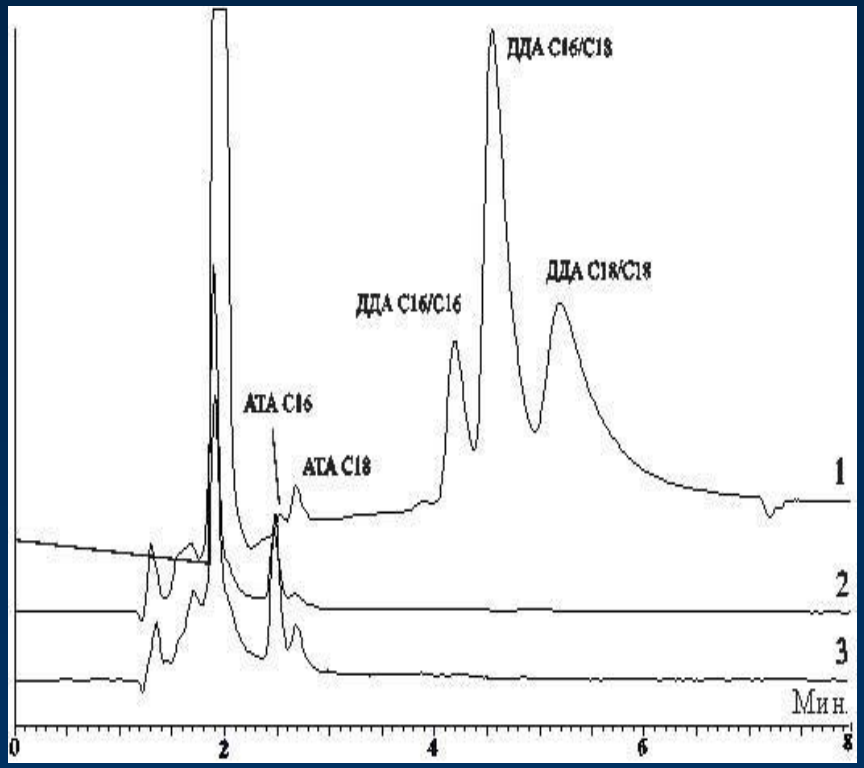
C_8
MeCN – H_2O (62 / 38, об. %)



C_{CN}
MeCN – H_2O (42 / 58, об. %)

Примечание: 1-РМД, 2-ДМД (λ=210 нм), 3-ДМД (λ=225 нм)

Рис. 9. сравнение разделительной способности колонок C_{CN} и C_8 при уменьшении содержания ацетонитрила в ПФ – 6



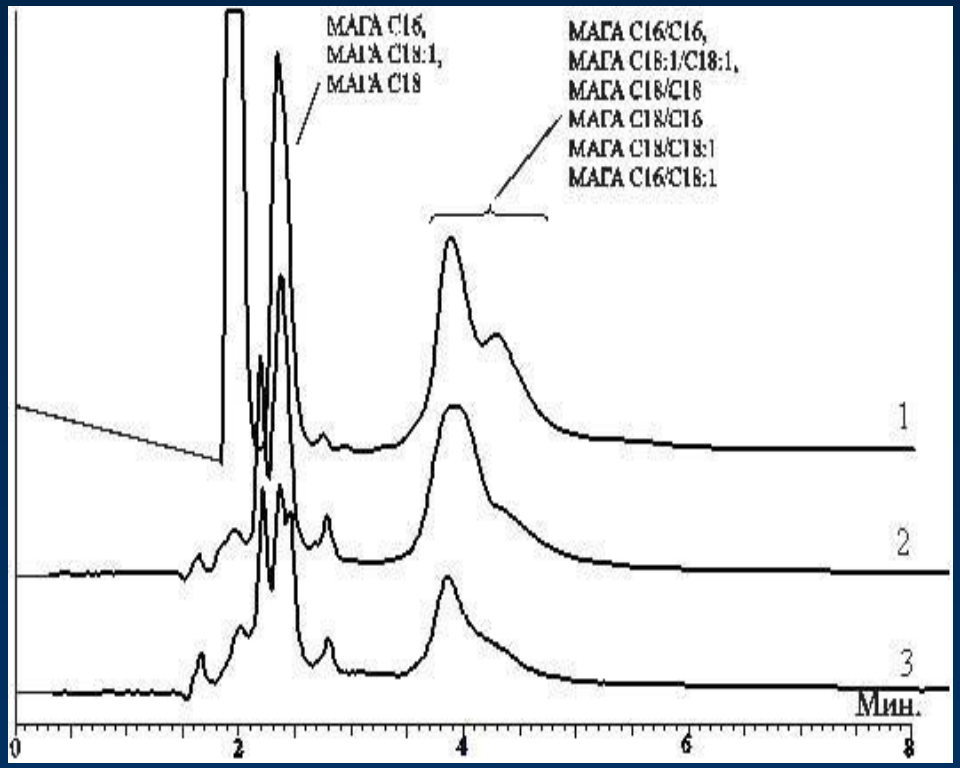


Рис. 10. Хроматограмма ВЭЖХ анализа (текстапав (НИИ ПАВ, г. Волгодонск) – ДДА)

Рис. 11. Хроматограмма ВЭЖХ анализа (rewoquat WE 18 – МАГА)

ПФ: MeCN – H_2O (65 / 35, об. %)

Таблица 4
Отношение площадей хроматографических пиков с детекторов ДМД и РМД

НАЗВАНИЕ ПАВ	ОТНОШЕНИЕ ПЛОЩАДЕЙ ПИКОВ, (N=15, P=0.95)		
	$S_{РМД}/S_{ДМД(\lambda1)}$	$S_{РМД}/S_{ДМД(\lambda2)}$	$S_{ДМД(\lambda2)}/S_{ДМД(\lambda1)}$
АДБА	0,015 ± 0,001	0,068 ± 0,005	4,678 ± 0,179
АПБ	0,112 ± 0,005	0,938 ± 0,075	8,386 ± 0,949
АП	0,018 ± 0,002	0,045 ± 0,002	2,7546 ± 0,090
МАГА	0,261 ± 0,020	2,097 ± 0,195	8,023 ± 0,369

Таблица 5
Значения идентификационные параметров ПАВ в модельных МС

МОДЕЛЬНАЯ СМЕСЬ	МЕТОД ТСХ			МЕТОД ВЭЖХ (N_C=12)								
						Отношение площадей пиков ДМД и РМД			Количественное определение, детектор РМД			
	R_f (сред.) ± Δ	УФ* (254нм)	Окраска зон	$k_{сред.}$ ± Δk	УФ* (190 – 400 нм)	$S_{РМД}/S_{ДМД}$ (λ1) сред. ± Δ	$S_{РМД}/S_{ДМД}$ (λ2) сред. ± Δ	$S_{ДМД}(λ2)/S_{ДМД}(λ1)$ сред. ± Δ	Идентиф. ПАВ	Введено %	Найдено, %	Относ. Погр. опред., (D, %)
1	0.02 ± 0.005	-	ярко-оранж	1,207 ± 0.02	-	-	-	-	АДГА	3.5	3.41± 0.042	2.64
	0.22 ± 0.02	-	ярко-оранж	0,661 ± 0.02	+	0,115 ± 0,005	0,904 ± 0,075	9,238 ± 0,949	АПБ	2.2	2.21 ± 0.04	0.45
2	0.02 ± 0.005	-	ярко-оранж	1,441 ± 0.02	-	-	-	-	АТА	5.4	5.35 ± 0.081	0.93
	0.37 ± 0.02	-	ярко-оранж	2,343 ± 0.02	+	0,016 ± 0,001	0,072 ± 0,005	4,542 ± 0,179	АДБА	2.5	2.49 ± 0.034	0.4
	0.06 ± 0.005 0.39 ± 0.05	-	ярко-оранж	4.48 ± 0.02	-	–	–	–	ДДА	4.3	4.24 ± 0.075	1.4

Таблица 6
Анализируемые образцы МС

№	НАЗВАНИЕ	R_F
1	“Luxus”	0.02, 0.38
2	“Lenor”	0.02, 0.34,
3	“Веснушка”	0.01, 0.08, 0.4
4	АТА	0.02
5	ДДА	0.01, 0.09, 0.41
6	МАГА	0.01, 0.39, 0.73

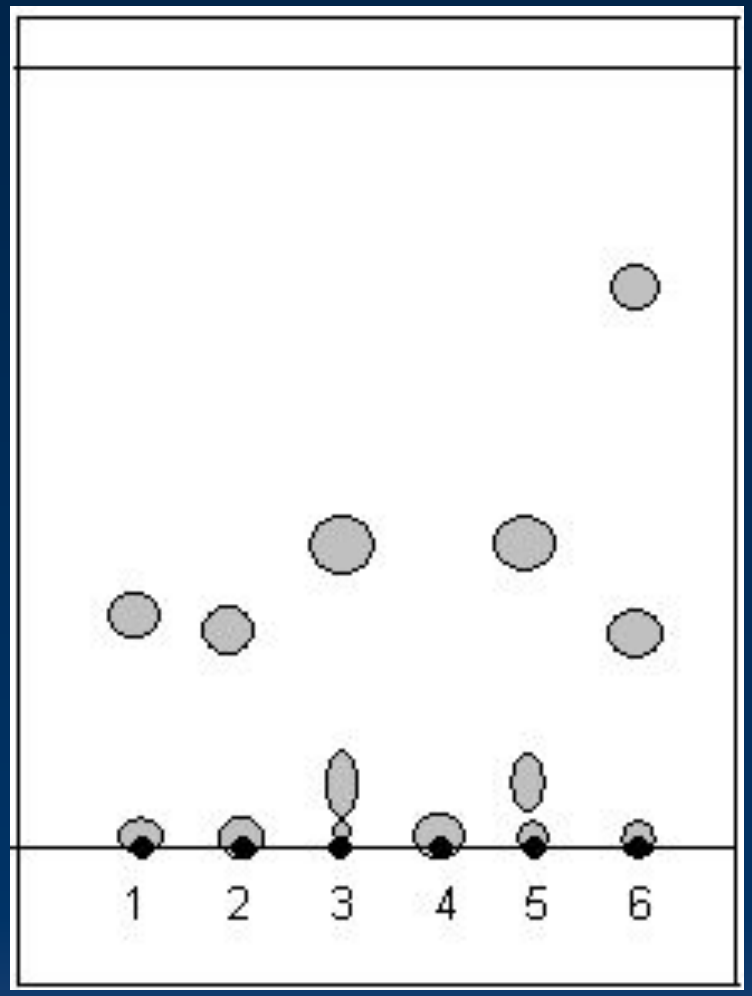
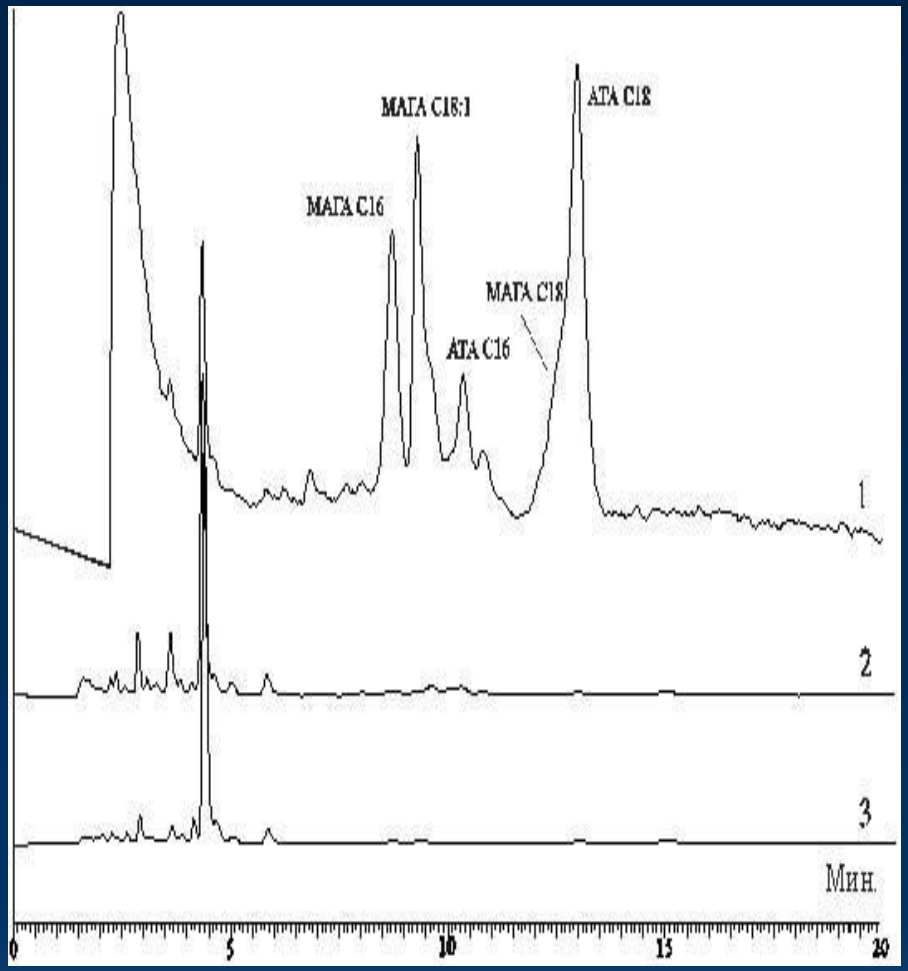


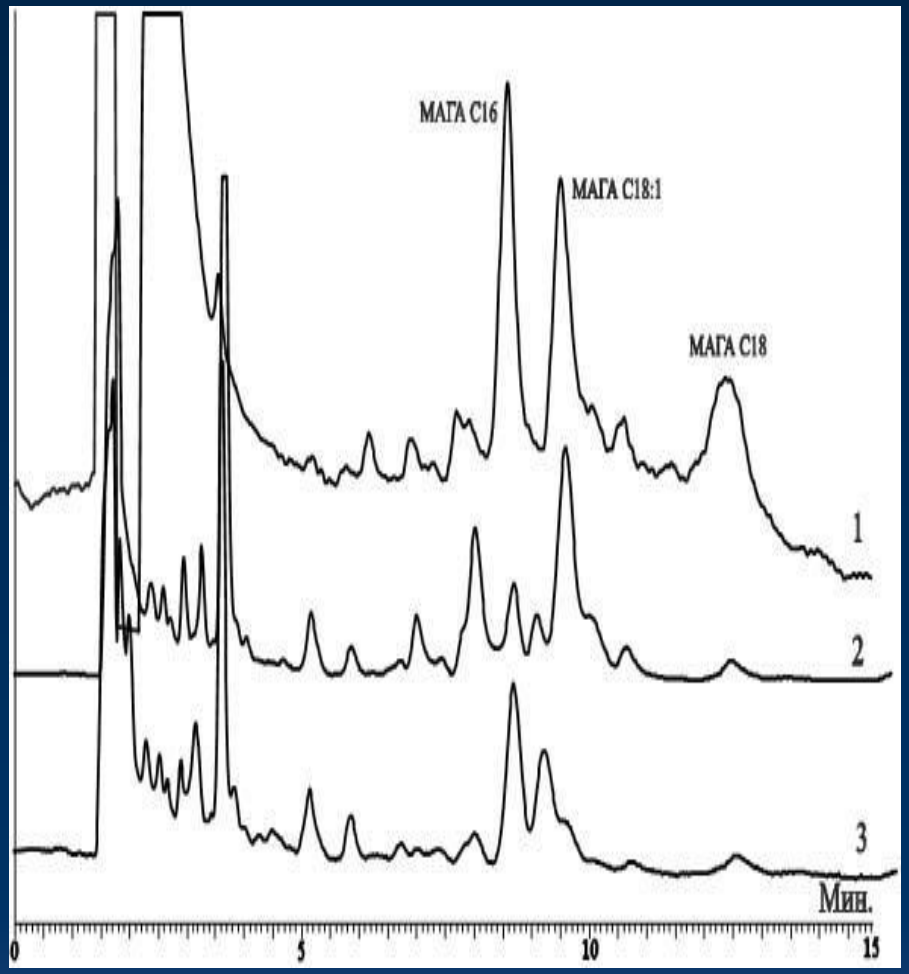
Рис. 12. Хроматограмма ТСХ анализа МС

Таблица 7
Количественное определение КПАВ и АМФПАВ в МС

НОМЕР ОБРАЗЦА	X_I, %				X	S_R	S	$X \pm \Delta X$
	Название ПАВ	1	2	3				
1	МАГА	12,10	12,11	12,10	12,10	0,0005	0,0058	12,10 ± 0,02
2	ДДА	2,21	2,19	2,21	2,20	0,0052	0,0116	2,20 ± 0,04
	МАГА	7,95	7,90	8,1	8,0 (R*)	0,0129	0,1026	8,0 ± 0,31
	АТА	0,97	0,99	975	0,98	0,0106	0,0141	0,98 ± 0,01
3	ДДА	4,082	4,079	4,091	4,083	0,0015	0,0062	4,083 ± 0,02
	АТА	0,17	0,18	0,167	0,17	0,0477	0,0081	0,17 ± 0,02



Lenor



LUXUS

Рис 13. Хроматограммы ВЭЖХ исследованных МС

спасибо за внимание!