

Министерство образования и наук Российской Федерации
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«САРАТОВСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ Н.Г.ЧЕРНЫШЕВСКОГО»

Кафедра аналитической химии и химической экологии

**Применение наночастиц магнетита для выделения доксициклина
из растворов**

АВТОРЕФЕРАТ БАКАЛАВРСКОЙ РАБОТЫ

студентки 4 курса 411 группы
направления 04.03.01 «Химия»

Института химии

Камалетдиновой Найли Медарисовны

Научный руководитель

д.х.н., профессор, доцент

Т.Д.Смирнова

Зав.кафедрой

д.х.н., доцент

Т.Ю. Русанова

Саратов 2017

СОКРАЩЕНИЯ И ОБОЗНАЧЕНИЯ

МНЧ – магнитные наночастицы;

МТФЭ – магнитная твердофазная экстракция;

ЦТАБ – бромид цетилтриметиламмония;

ПЭИ – полиэтиленимин ;

ДЦ – доксициклин;

Fe_3O_4 – магнетит;

ПАВ – поверхностно-активные вещества;

ПЭМ(РЕМ) – просвечивающей электронной микроскопии.

КРАТКОЕ СОДЕОЖАНИЕ ДИПЛОМНОЙ РАБОТЫ

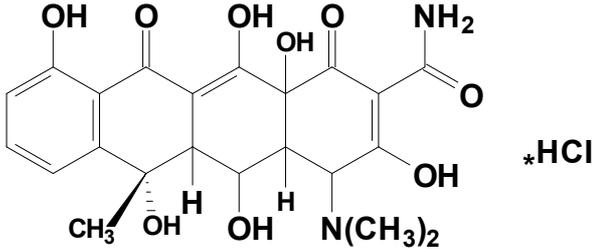
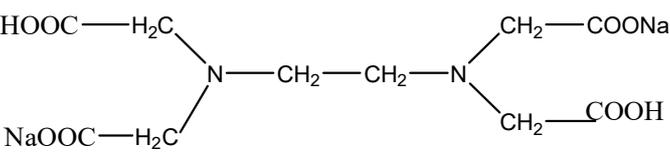
Во введении сформулированы цель и задачи исследования.

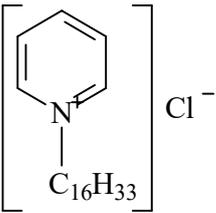
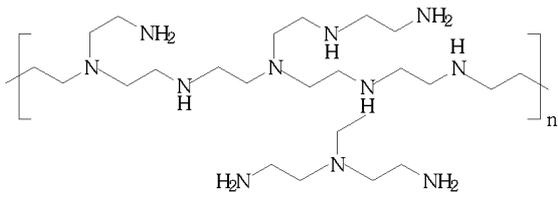
В обзоре литературы (глава 1) рассмотрены виды свойства МНЧ и методы синтеза, также описана технология поверхностной стабилизации различными стабилизаторами.

В главе 2 описывается экспериментальная часть работы. Это используемые реагенты, объекты исследования (табл. 1), а также аппаратура. Приведены градуировочные зависимости ДЦ для фотометрического и флуориметрического определения. Объекты исследования – антибиотик доксициклин. В качестве поверхностно-активных веществ (ПАВ) использовали катионные – цетилпиридиний хлорид (ЦПХ), полиэтиленимин (ПЭИ), цетилтриметиламмоний бромид (ЦТАБ).

Таблица 1.

Объекты исследования

Название	Формула	Молекулярная масса, г/моль
гидрохлорид докситетрациклина		496.9
Этилендиамин- $N_1N_1N'_1N'_1$ -тетрауксусной кислоты динатриевая соль (ЭДТА)		336,2

ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫЕ ВЕЩЕСТВА		
Цетилпиридиний хлорид (ЦПХ)		375,5
Полиэтиленимин (ПЭИ)		
Цетилтриметилам монийбромид (ЦТАБ)	$\text{H}_3\text{C}(\text{H}_2\text{C})_{15}-\overset{\text{CH}_3}{\underset{\text{CH}_3}{\text{N}^+}}-\text{Br}^-$	364.45

В третьей главе приведены результаты и их обсуждения. В этой главе описаны методики синтеза нестабилизированных магнитных наночастиц магнетита, а также методики модификации магнитных наночастиц двумя разными стабилизаторами полиэтиленимином и цетилтриметиаммонием. Синтез проводят путем химического осаждения смешанных растворов двух- и трехвалентного железа в отсутствие кислорода.

Сорбции антибиотиков на полученных частицах изучали с использованием градуировочных зависимостей, полученных методами фотометрии и флуориметрии. На рис. 1 представлен градуировочный график для фотометрического определения ДЦ, а на рис. 2 градуировочный график для флуориметрического определения тетрациклинов в мицеллах ЦПХ

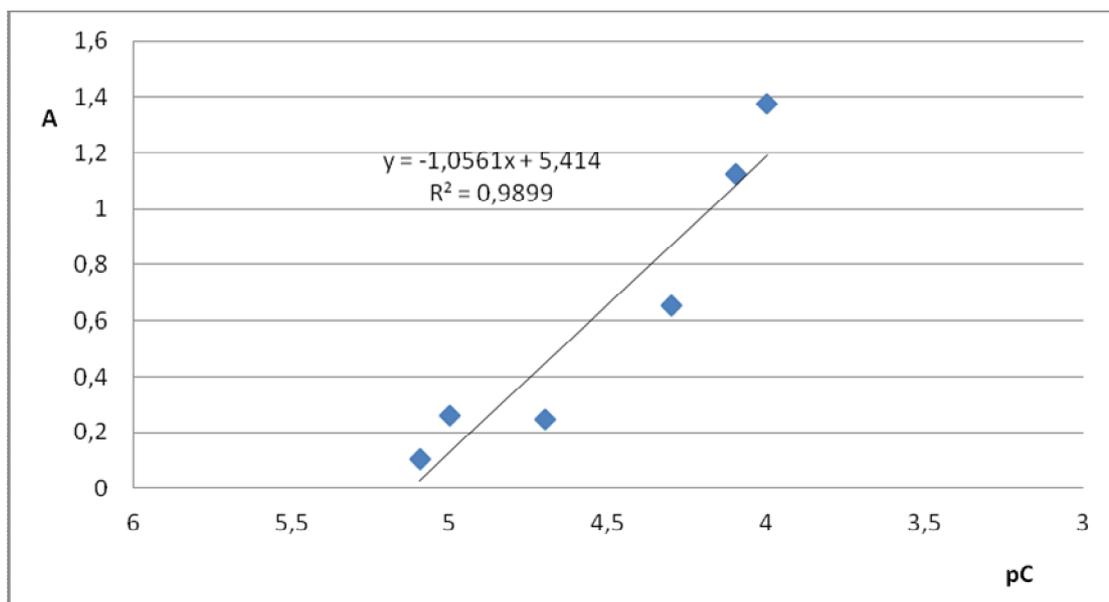


Рис. 1. Градуировочный график для фотометрического определения ДЦ

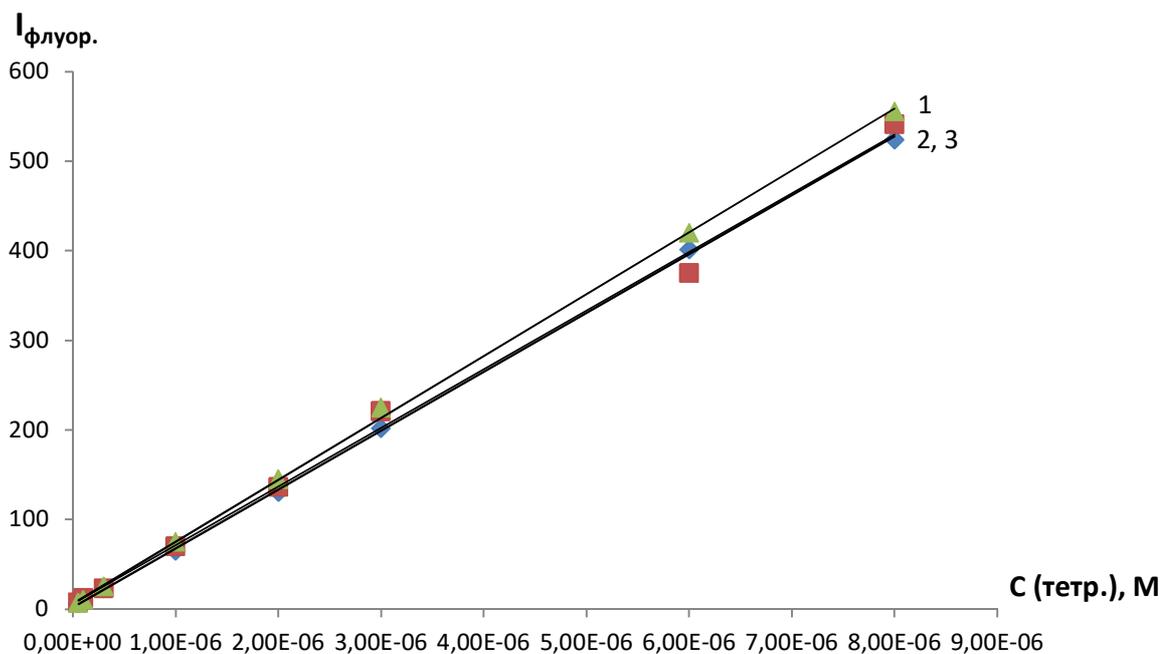


Рис. 2. Градуировочный график для флуориметрического определения тетрациклинов в мицеллах ЦПХ. $C_{Eu(III)} = 4 \lambda_{возб.} = 395 \text{ нм} \cdot 10^{-5} \text{ M}$, $C_{ЭДТА} = 1 \cdot 10^{-4} \text{ M}$, $C_{ПАВ} = 6.25 \cdot 10^{-3} \text{ M}$, pH 8.8, $\lambda_{фл.} = 615 \text{ нм}$.

Модификацию проводят смешиванием полученной магнитной жидкости с раствором ПЭИ, получая МНЧ магнетита, покрытые ПЭИ по типу ядро–оболочка. Средний размер наночастиц, по данным ПЭМ, составил $10 \pm 2 \text{ нм}$, с толщиной оболочки $1,0 \pm 0,1 \text{ нм}$.

При модификации полученной магнитной жидкости раствором ЦТАБ (0,06 М), получают магнитные наночастицы магнетита, по типу ядро-оболочка (рис. 3).

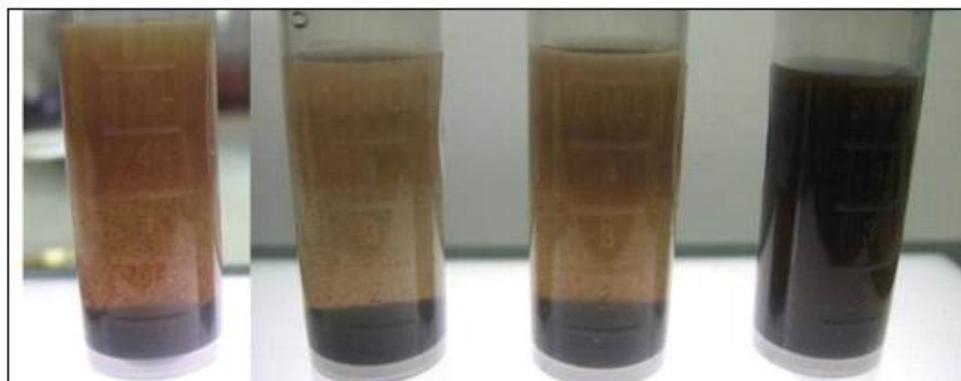


Рис.3. Полученные наночастицы магнетита

Средний размер МНЧ магнетита, покрытых ЦТАБ, по данным ПЭМ (просвечивающей электронной микроскопии) составил 8 ± 2 нм с толщиной оболочки $1,0\pm 0,1$ нм. Анализ микрофотографий магнетита модифицированных катионными ПАВ показал, что форма полученных частиц близка к сферической (рис. 4, 5).

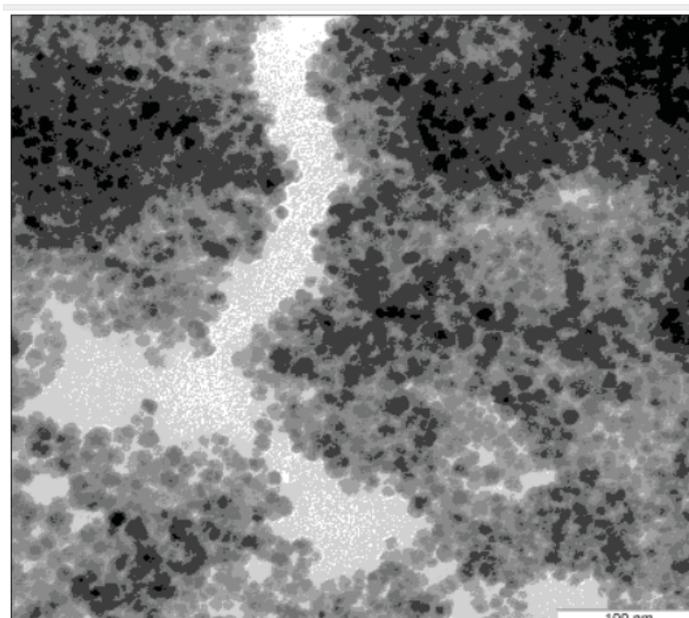


Рис. 4 Микрофотография МНЧ магнетита, модифицированного ПЭИ, полученная методом ПЭМ.

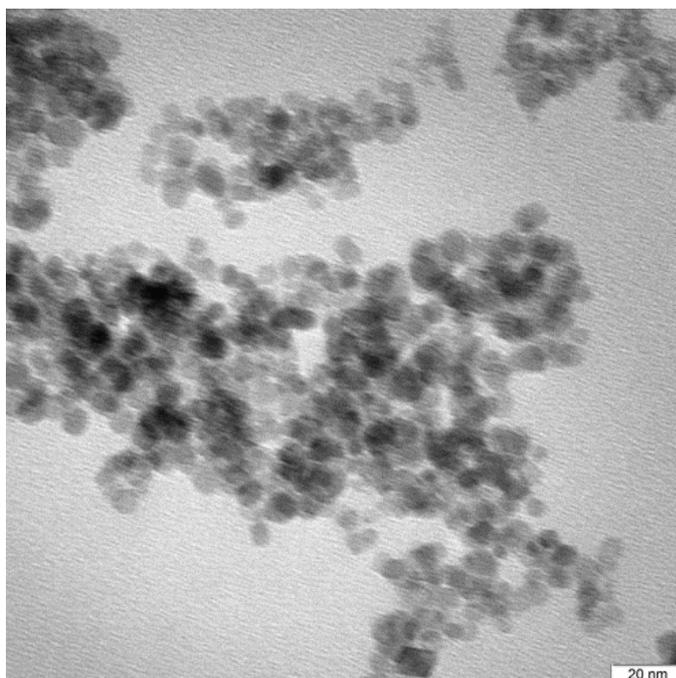


Рис. 5. Микрофотографии МНЧ магнетита, покрытые ЦТАБ

Далее была изучена сорбция антибиотика доксициклина магнитными наночастицами стабилизированными полиэтиленимином и цетилтриметиламмонием.

Степень извлечения рассчитывают по формуле:

$$R = \frac{C_1 - C_2}{C_1} \cdot 100\%$$

C_1 – концентрация ДЦ до сорбции (моль/л),

C_2 – концентрация ДЦ после сорбции (моль/л),

R – процентное извлечение (%).

На рис. 6-7 представлены зависимость степени извлечения ДЦ магнитными наночастицами от кислотности среды.

В табл. 2 даны количественные характеристики сорбции в зависимости от pH среды.

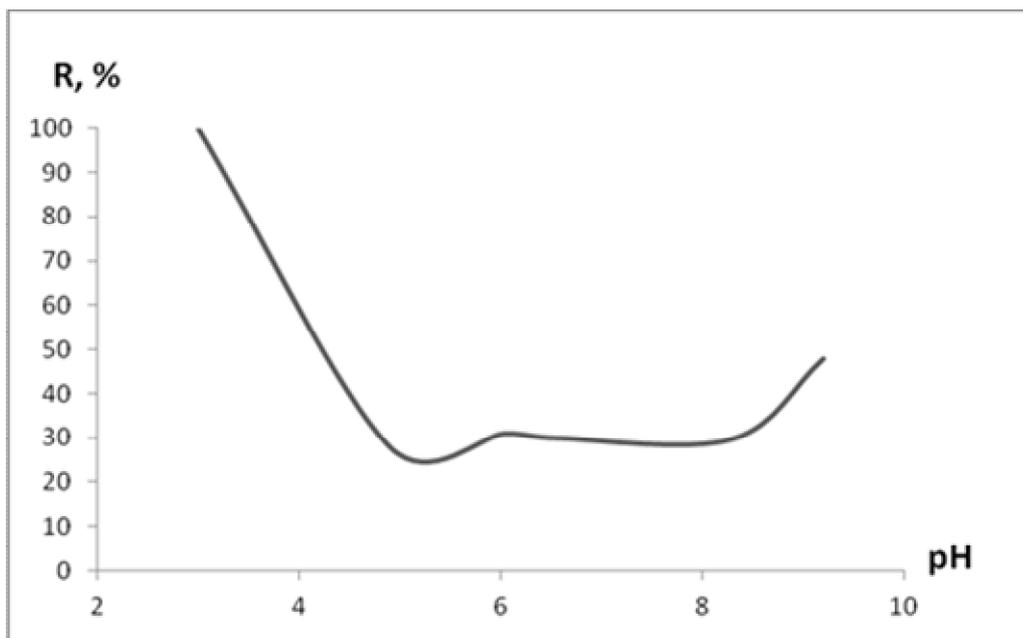


Рис. 6. Зависимость степени извлечения ДЦ магнитными наночастицами от кислотности среды (стабилизатор – ПЭИ).

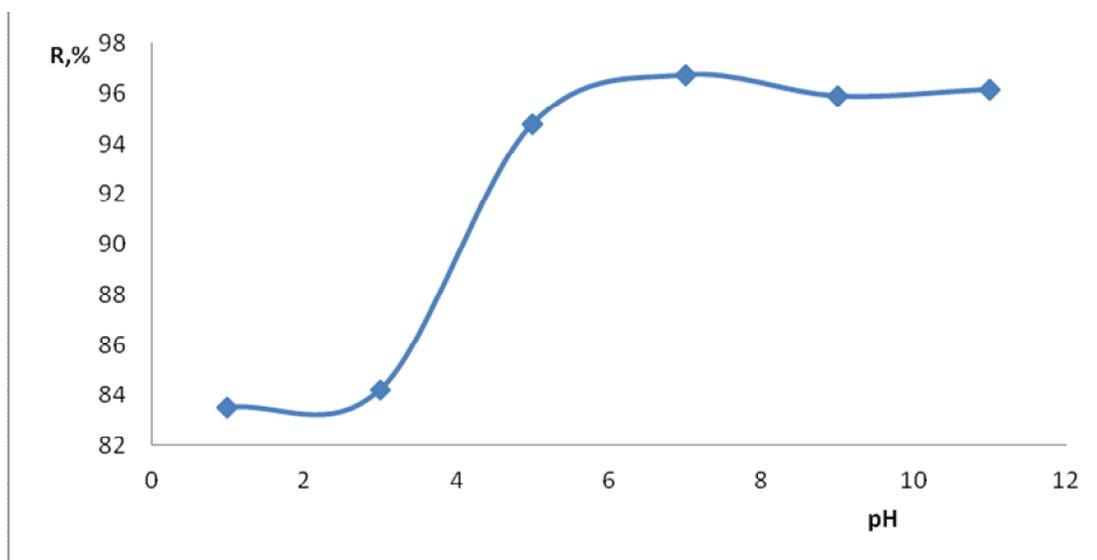


Рис. 7. Зависимость сорбции ДЦ магнитными наночастицами от кислотности среды.

Таблица 2. Зависимость степени сорбции от рН среды.

рН	1	3	5	7	9	11
R, %	83,5	84,2	94,8	96,7	95,9	96,2

Наибольшая степень извлечения наблюдалась при рН 5-11 при стабилизаторе ЦТАБ, а при ПЭИ – рН менее 5.

ВЫВОДЫ:

1. Синтезированы наночастицы магнетита методом химического осаждения из смешанного раствора солей двух- и трехвалентного железа по методике Массарта
2. Освоена технология поверхностной модификации наночастиц магнетита ПЭИ и ЦТАБ. Распределение по размерам наночастиц изучено методом ПЭМ.
3. Изучены свойства коллоидных растворов магнетита: размер 8 ± 2 нм, наибольший заряд при рН 3 равен 43 мВ. В качестве стабилизатора выступает ЦТАБ. При использовании стабилизатора полиэтилеимина средний размер составил 10 ± 2 нм, наибольший заряд 39,9 мВ.
4. Изучена сорбция антибиотика доксициклина на стабилизированных ПЭИ и ЦТАБ наночастицах магнетита.