

Министерство образования и науки Российской Федерации

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«САРАТОВСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ Н. Г. ЧЕРНЫШЕВСКОГО»

Кафедра аналитической химии и химической экологии

**МИЦЕЛЛЯРНО–ЭКСТРАКЦИОННОЕ ИЗВЛЕЧЕНИЕ И
ЦВЕТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ
n-АМИНОБЕНЗОЙНОЙ КИСЛОТЫ**

АВТОРЕФЕРАТ БАКАЛАВРСКОЙ РАБОТЫ

студентки 4 курса, 411 группы
направления 020100 «Химия»

Института химии

Соколовой Татьяны Алексеевны

Научный руководитель

профессор, д.х.н.

подпись, дата

С. Ю. Доронин

Зав. кафедрой

д.х.н., доцент

подпись, дата

Т. Ю. Русанова

Саратов 2017

ВВЕДЕНИЕ

Первичные ароматические амины (ПАА) широко применяются в промышленности и являются полупродуктами при синтезе множества органических соединений - пестицидов фармацевтических препаратов, взрывчатых веществ, каучуков, эпоксидных полимеров, азокрасителей, антиоксидантов, резиновых изделий. Кроме того, они образуются при сжигании растений и других органических материалов.

Многие ПАА обладают мощными токсикологическими свойствами, а также канцерогенной активностью. Комбинация потенциально высокого воздействия и высокой токсичности объясняет, почему использование этих химических веществ широко регулируется как в национальном, так и в европейском законодательстве.

Таким образом, существует очевидная необходимость в контроле ПАА на уровне ПДК и долей ПДК в биологических средах и объектах окружающей среды (величины ПДК находятся в интервале 0,05 – 0,1 мкг/мл).

Исходя из вышеизложенного, **целью** настоящего исследования явилась разработка высокочувствительного цветометрического метода определения ПАА, основанного на реакции мицеллярного катализа *n*-аминобензойной кислоты с *n*-диметиламинобензальдегидом и применением методологии экстракции в точке помутнения (cloud point, CP).

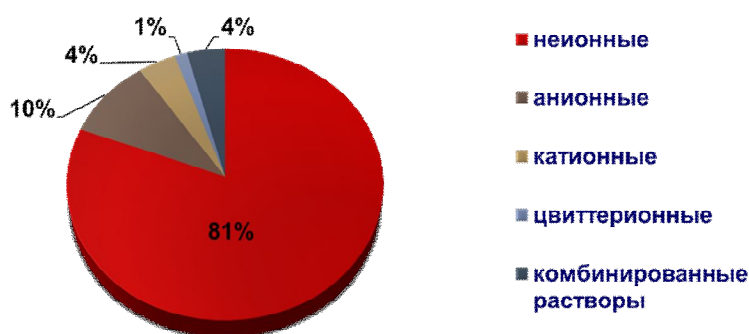
Актуальность работы. До настоящего времени в литературе отсутствовали данные о применении смешанных мицеллярных систем на основе анионных и неионных поверхностно-активных веществ для определения *n*-аминобензойной кислоты.

Структура работы. Бакалаврская работа общим объемом 52 страницы машинописного состоит из введения, двух основных глав: 1 глава – литературный обзор; 2 глава – экспериментальная часть (3 раздела) и заключения.

Основное содержание работы

Первый раздел – литературный обзор по мицеллярной экстракции в разделении, концентрировании и определении органических аналитов.

В аналитической практике для целей концентрирования, разделения и определения органических аналитов применяются практически все типы ПАВ и их смешанные композиции. Однако, наибольшее применение нашли неионные ПАВ, значительно реже используются анионные, катионные и цвиттер-ионные ПАВ в силу разных причин.



Второй раздел – экспериментальная часть, включает в себя следующие подразделы:

2.1. Реагенты и аппаратура

2.2. Спектрофотометрическое изучение реакции взаимодействия ДМАБА с *n*-АБК

2.2.1. Водная среда

2.2.2. Мицеллярная среда ДДС

2.3. Цветометрическое исследование системы: *n*-АБК – ДМАБА – ДДС – Тритон X-114

2.3.1. Выбор оптимальных условий фазового разделения

2.3.1.1. Влияние массовой доли NaCl

2.3.1.2. Оценка формирования двухфазных систем при различных концентрациях Тритона X-114

2.3.1.3. Варьирование концентрации ДДС

2.3.1.4. Влияние концентрации ДМАБА

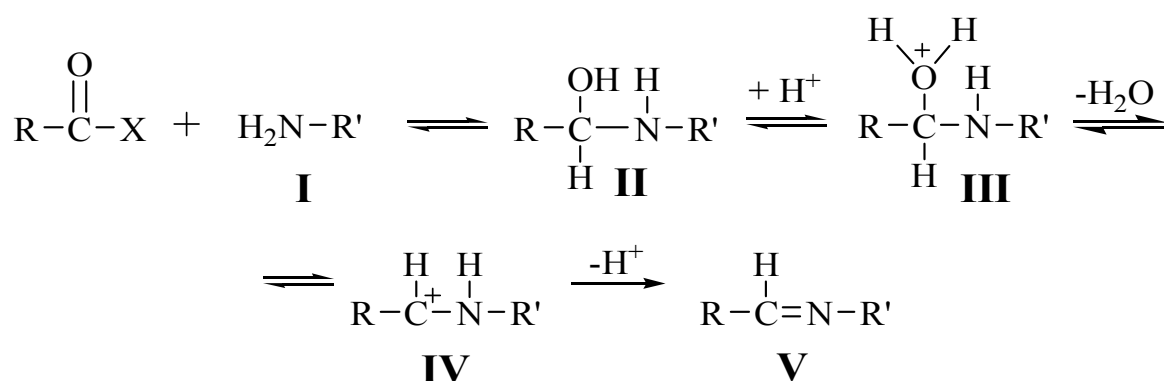
2.3.1.5. Зависимость цветометрических параметров мицеллярно насыщенных фаз от pH

2.3.2. Определение количественных характеристик мицеллярной экстракции *n*-АБК

2.3.3. Оценка правильности методики цветометрического определения *n*-АБК в водных средах

Спектрофотометрическое изучение реакции взаимодействия ДМАБА с *n*-АБК

Реакция конденсации первичных ароматических аминов с альдегидами, согласно данным литературы, подчиняется общим закономерностям реакций нуклеофильного присоединения слабоосновных соединений (схема 1) и протекает в две стадии: присоединение с образованием интермедиата (аминоспирта); дегидратация аминспирта:



2.2.1. Водная среда

Для исследования реакции конденсации ДМАБА с *n*-АБК зарегистрированы спектры исходных водных растворов реагентов ($c = 5 \cdot 10^{-5}$ М), а также их смеси в среде цитратного буферного раствора (рН=3) (рисунок 1).

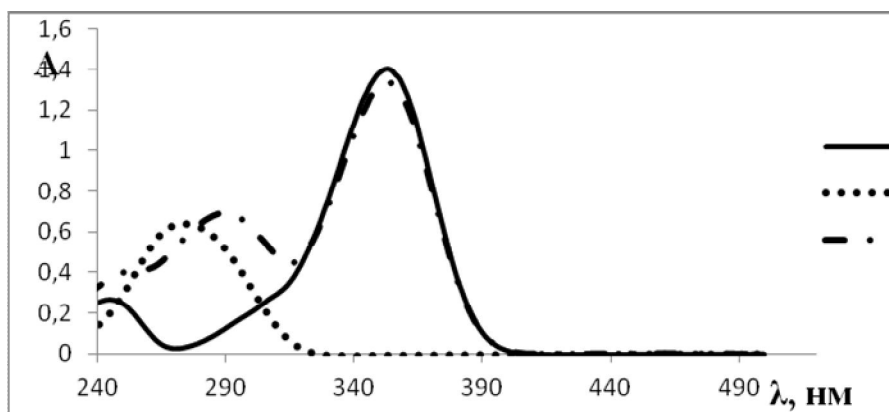


Рисунок 1 - Спектры поглощения: 1 – ДМАБА; 2 – *n*-АБК; 3 – система *n*-АБК – ДМАБА в ЦБ (рН=3); $c_{\text{реагентов}} = 5 \cdot 10^{-5}$ М

Как видно из рисунка 1, электронный спектр водного раствора ДМАБА имеет выраженный максимум поглощения при $\lambda_{\max} = 353$ нм, электронный спектр водного раствора *n*-АБК имеет максимум поглощения при $\lambda_{\max} = 274$ нм, а их реакционная смесь имеет два выраженных максимума поглощения при $\lambda_{\max 1} = 290$ нм и $\lambda_{\max 2} = 353$ нм. Электронный спектр смеси и водного раствора ДМАБА имеют одинаковые максимумы поглощения и идентичную форму спектра, что свидетельствует о неизменности состояния реагента в смеси и отсутствии продукта реакции в этих условиях. Это свидетельствует о низкой скорости реакции при данных концентрациях реагентов ($C = 5 \cdot 10^{-5}$ М).

Мицеллярная среда ДДС

Для исследования реакции конденсации ДМАБА с *n*-АБК зарегистрированы спектры исходных водных растворов реагентов ($c = 5 \cdot 10^{-5}$ М), а также их смеси в среде цитратного буферного раствора (рН=3) в мицеллярной фазе ДДС ($c = 7 \cdot 10^{-3}$ М) - рисунок 2.

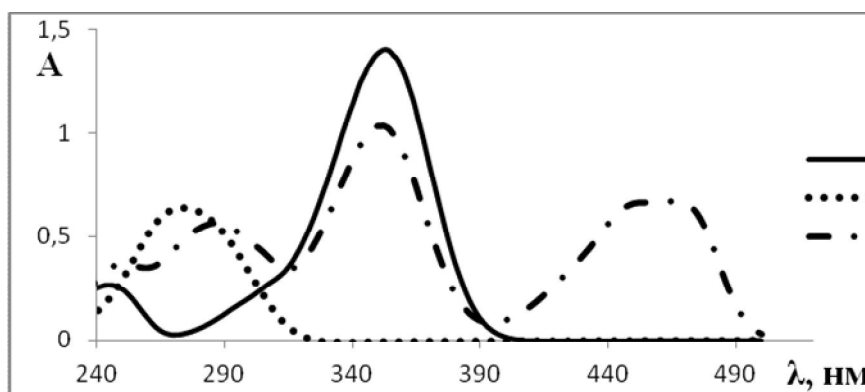


Рисунок 2 - Спектры поглощения: 1 – ДМАБА; 2 – *n*-АБК; 3 – система *n*-АБК – ДМАБА в ДДС. $c_{\text{реагентов}} = 5 \cdot 10^{-5}$ М, $c_{\text{ДДС}} = 7 \cdot 10^{-3}$ М

Как видно из рисунка 2, в мицеллярном растворе ДДС регистрируется интенсивная полоса с $\lambda_{\max 1} = 287$ нм, $\lambda_{\max 2} = 352$ нм и $\lambda_{\max 3} = 464$ нм. В отличие от спектров системы *n*-АБК – ДМАБА в воде, в присутствии ДДС наблюдается батохромный сдвиг на 110 нм, с выраженным гиперхромным

эффектом что свидетельствует об образовании продукта реакции и согласуется с ранее известными результатами.

Определение количественных характеристик мицеллярной экстракции *n*-АБК

Для расчета количественных характеристик мицеллярной экстракции *n*-АБК в мицеллярно-насыщенную фазу Тритона X-114 был построен градуировочный график зависимости оптической плотности от концентрации аналита, представленный на рисунке 3.

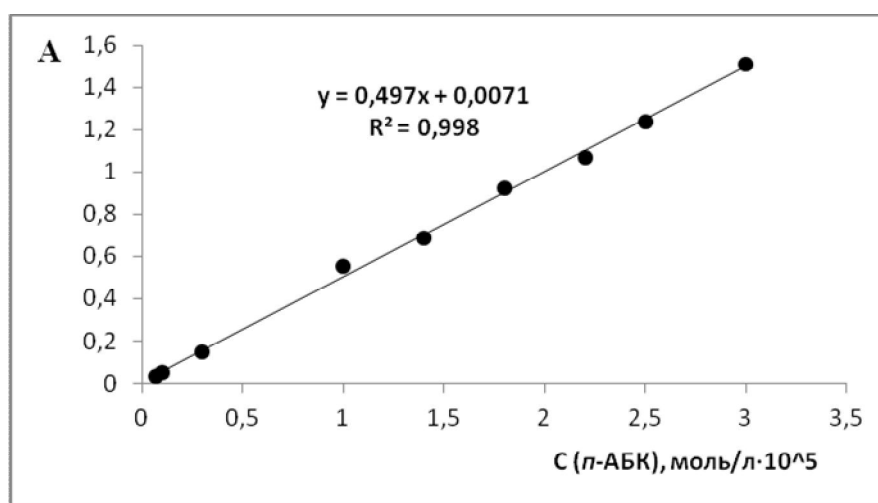


Рисунок 3– Градуировочный график А – С (*n*-АБК), моль/л·10⁻⁵

Рассчитаны количественные характеристики (коэффициент распределения, D и степень извлечения, R) экстракции *n*-АБК в исследуемой системе

Таблица – значения D и R *n*-АБК

С (<i>n</i> -АБК), М	D	R, %
$2 \cdot 10^{-5}$	156,93	89,2
$5 \cdot 10^{-6}$	134,23	87,6

Оценка правильности методики цветометрического определения *n*-АБК

Правильность определения *n*-АБК цветометрическим методом подтверждали методом введено-найдено. Результаты представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Результаты экстракционно-цветометрического определения *n*-АБК в системе *n*-АБК – ДДС – Тритон X-114 – NaCl ($n = 3, P = 0,95$)

	С, моль/л	Введено, мг/л	Найдено, мг/л	S _r
<i>n</i> -АБК	$2 \cdot 10^{-5}$	3,0	3,30	0,03
			3,15	
			3,15	
$2 \cdot 10^{-6}$	0,3	0,36	0,05	
		0,36		
		0,33		

С (*n*-АБК), М

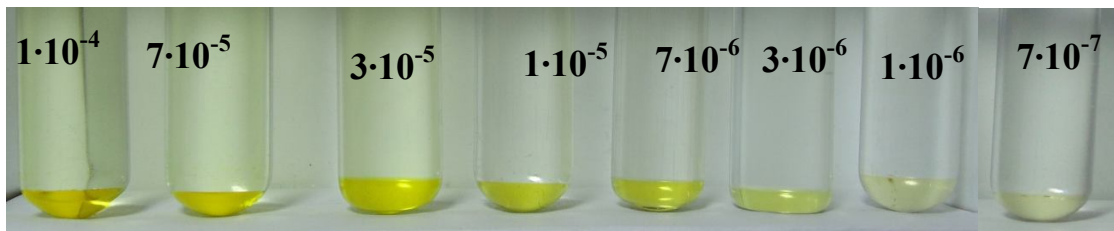


Рисунок 4 - Влияние концентрации *n*-АБК на характер фазового разделения в системе: *n*-АБК – ДДС – Тритон X-114 – NaCl;

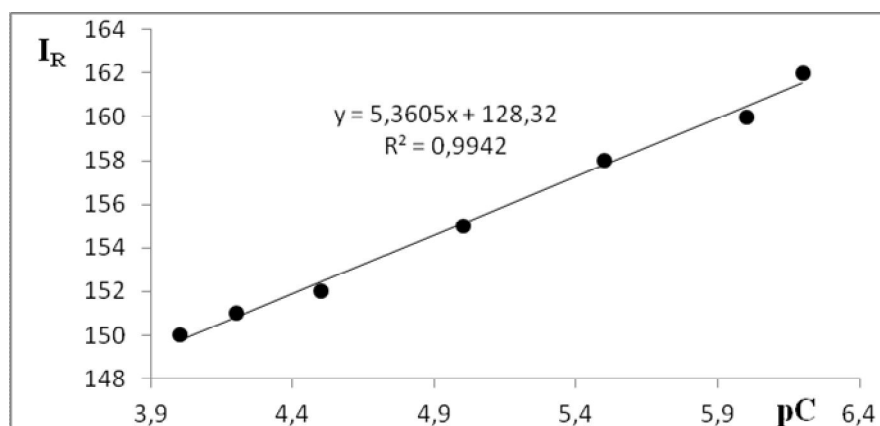


Рисунок 5 - Градуировочная зависимость интенсивности параметра цветности R от концентрации *n*-АБК в системе: *n*-АБК – ДМАБА - ДДС – Тритон X-114 – NaCl;

ВЫВОДЫ

1. Проведен анализ данных литературы по применению мицеллярной экстракции в разделении, концентрировании и определении органических аналитов глубиной в 25 лет.
2. Осуществлена оценка возможности применения смешанной мицеллярной системы на основе неионного (Тритон X-114) и анионного (додецилсульфат натрия, ДДС) ПАВ для эффективного концентрирования основания Шиффа – продукта реакции конденсации *n*-диметиламинобензальдегида с *n*-аминобензойной кислотой.
3. Спектрофотометрически и цветометрически изучено влияние анионных ПАВ (додецилсульфат натрия) на реакцию взаимодействия *n*-диметиламинобензальдегида с *n*-аминобензойной кислотой при варьировании рН, концентрации реактантов и ПАВ.
4. Найдены оптимальные условия фазового разделения в системе *n*-АБК – ДМАБА – ДДС – Тритон X-114 – NaCl
5. Рассчитаны количественные характеристики экстракции (коэффициенты распределения и степени извлечения) *n*-аминобензойной кислоты в мицеллярную фазу смешанного состава (Тритон X-114 и ДДС). Методом «введено-найденно» осуществлена оценка правильности определения *n*-АБК в воде.