

И.С. Щемелев, А.В. Староверова, Н.Б. Ферапонтов, А.В.Иванов
(Химический факультет МГУ имени М.В. Ломоносова)

ОПРЕДЕЛЕНИЕ САХАРОЗЫ В РАСТВОРАХ МЕТОДОМ ОПТИЧЕСКОЙ МИКРОМЕТРИИ С ПРИМЕНЕНИЕМ НОВОГО КОМПОЗИТА “ПОЛИВИНИЛОВЫЙ СПИРТ - МАГНЕТИТ”

Композиционные материалы, включающие в себя структуры нано- или субмикронного размера, вызывают возрастающий интерес, поскольку при их образовании суммируются свойства составляющих компонентов, и вместе с тем возникают новые заданные качества материала. Особое внимание сейчас обращается к композитам "полимер-металл" или "полимер-оксид металла" благодаря их перспективному применению для решения медицинских и биологических задач; такие материалы уже применяются в химическом анализе в качестве матриц для ион-селективных электродов, вольтамперометрических, кондуктометрических и пьезоэлектрических сенсоров, оптиковолоконных датчиков, голографических и других оптических сенсоров, сорбентов для разделения и концентрирования веществ, а также неподвижных фаз в газовой хроматографии и ВЭЖХ.

Подобные материалы могут быть использованы в качестве чувствительного элемента в методе оптической микрометрии, позволяющем определять концентрацию растворенных в воде веществ. Метод оптической микрометрии основан на изменении степени набухания полимерных гранул при их перемещении из чистого растворителя в раствор пробы. Экспериментальная установка для определения концентрации растворенных веществ состоит из оптического микроскопа с установленной в него цифровой видеокамерой, подключенной к персональному компьютеру, снабженному пакетом программ, позволяющих регистрировать и обрабатывать экспериментальные данные. Степень набухания полимерных гранул зависит не только от концентрации, но и от природы растворенного вещества, поэтому возможно проведение анализа сложных по составу растворов.

В ранних работах [1–3] влияние природы и концентрации растворенных веществ изучали при выдерживании гранул в растворе до достижения равновесной степени набухания. Однако данная процедура значительно увеличивает время анализа. С целью достижения экспрессности в работе предложено осуществлять определение концентрации растворенных веществ с помощью кинетических кривых, которые получаются при непрерывном контроле степени набухания гра-

нулы с заданной периодичностью. Получающиеся в ходе эксперимента зависимости подвергаются обработке математической моделью, основанной на гетерофазой модели строения полимерных гелей [4]. С помощью получаемых в результате кинетических коэффициентов возможно определение концентрации растворенного вещества в любой момент времени. Это позволяет значительно сократить общее время анализа.

Определение сахарозы – один из ключевых этапов установления качества таких объектов, как мед, молочные продукты, кондитерские изделия и напитки. Наиболее широко для данной цели используют методы окислительно-восстановительного титрования, спектрофотометрии, поляриметрии, ИК-спектроскопии, а также газовой хроматографии, ВЭЖХ и капиллярного электрофореза. Однако во всех приведенных случаях требуется достаточно сложная и длительная пробоподготовка, связанная с необходимостью проведения кислотной инверсии сахарозы, либо возникает необходимость применения дорогостоящего оборудования. Метод оптической микрометрии обладает такими достоинствами, как простота выполнения анализа, низкая стоимость оборудования, экспрессность, высокая точность, а в ряде случаев и отсутствие пробоподготовки.

В качестве чувствительного элемента для определения сахарозы методом оптической микрометрии нами предложено использовать композит состава «поливиниловый спирт (ПВС) – магнетит» [5]. Данный материал был получен путем осаждения частиц магнетита Fe_3O_4 из раствора солей Fe^{3+} и Fe^{2+} (молярное соотношение 2:1) в гранулах сшитого ПВС. Внедрение частиц магнетита позволяет неподвижно зафиксировать гранулу ПВС в ячейке с помощью магнита, расположенного под ячейкой, что особенно важно при получении данных на начальном участке кинетической кривой. Кроме того, полученные гранулы имеют темно-коричневый цвет, интенсивность которого зависит от количества осажденного магнетита. Все это упрощает процесс съемки и последующей обработки изображений.

Исследование набухания полимера проводили из водных растворов сахарозы с концентрациями 0,1, 0,2 и 0,5 моль/дм³. Изучено влияние концентрации раствора сахарозы и размера гранул композита на кинетику их набухания. Также проведено исследование методики на воспроизводимость. Ниже представлены кинетические кривые, полученные для гранул «ПВС - Fe_3O_4 » в изученных растворах.

Из приведенных на рисунке 1 зависимостей видно, что размер гранулы композита влияет на степень ее набухания, причем это влияние становится более заметным с увеличением концентрации раство-

ра. Однако размер гранулы является априорной информацией, вводимой в базу данных прибора, следовательно, его влияние не затрудняет анализ растворов. Установлено, что метод обладает хорошей воспроизводимостью. На рисунке 2 изображены кинетические кривые, полученные при разных концентрациях сахарозы.

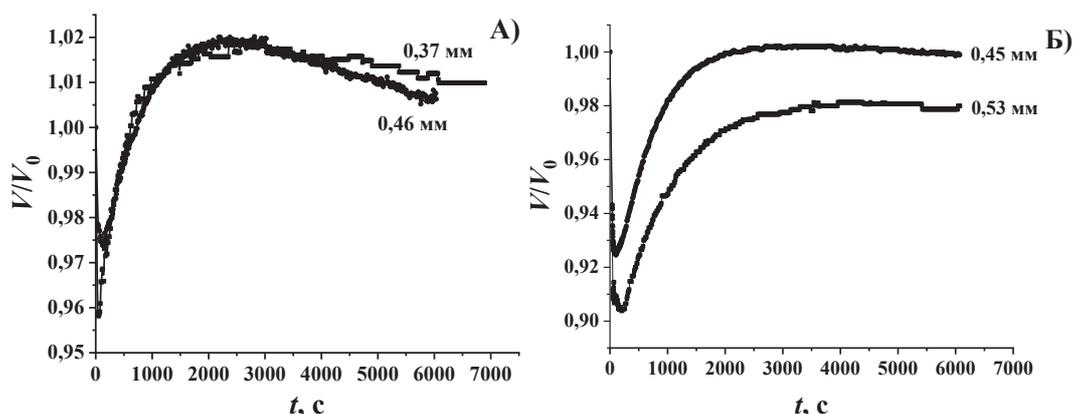


Рис. 1. Кинетические кривые изменения степени набухания гранул «ПВС – магнетит» в растворе сахарозы с концентрациями 0,1 (А) и 0,2 (Б) моль/дм³

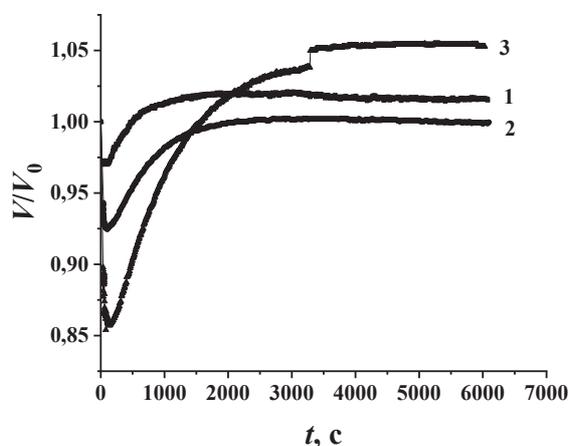


Рисунок 2. Кинетические кривые изменения степени набухания гранул «ПВС – магнетит» полученные при разных концентрациях сахарозы: 1 – 0,1 моль/дм³, 2 – 0,2 моль/дм³, 3 – 0,5 моль/дм³

Полученные зависимости позволяют определять концентрацию раствора сахарозы, не дожидаясь достижения равновесной степени набухания гранулы. При этом общее время анализа составляет не более 2 – 3 мин.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-03-00397.

ЛИТЕРАТУРА

1. Ферапонтов Н.Б., Ковалева С.С., Рубин Ф.Ф. // Журнал аналитической химии, 2007, Т. 62 (10), С. 1028–1033.
2. Бабаян И.И., Токмачев М.Г., Иванов А.В., Ферапонтов Н.Б. // Журнал аналитической химии, 2019, Т. 74 (8), С. 634–638.
3. Кудухова И.Г., Рудаков О.Б., Рудакова Л.В. Ферапонтов Н.Б. // Сорбц. хромат. процессы, 2010, Т. 10 (5), С. 759–761.
4. Токмачев М.Г., Ферапонтов Н.Б., Тробов Х.Т., Гавлина О.Т. // Учен. записки физич. фак-та Моск. ун-та, 2018, № 5, 1850303.
5. Иванов А.В., Смирнова М.А., Тиханова О.А., Токмачев М.Г., Гагарин А.Н., Ферапонтов Н.Б. // Химтехнология, 2020, Т. 21 (7), С. 301–308.