

Микроколичественное определение
2,3-бутандиола для анализа
антирадикальной активности
фенольных соединений

Выполнила:

студентка гр.Ф-45

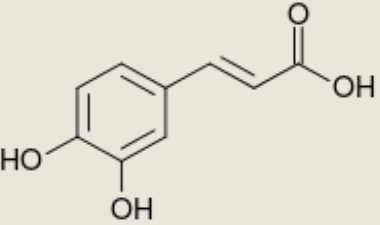
Федорова Л.В

Научный руководитель:

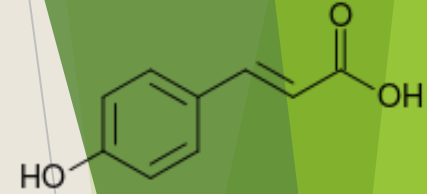
Фенин А.А

Николаева В.В

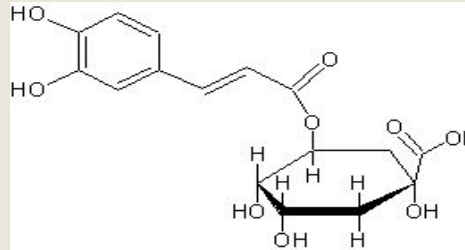
Моноядерные фенолы



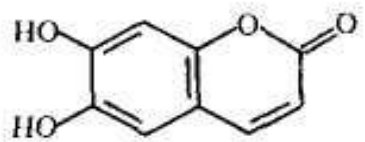
П- кумаровая кислота



Кофейная кислота



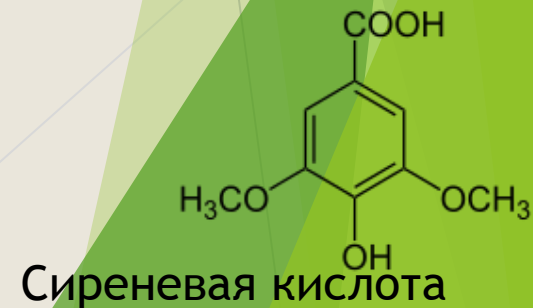
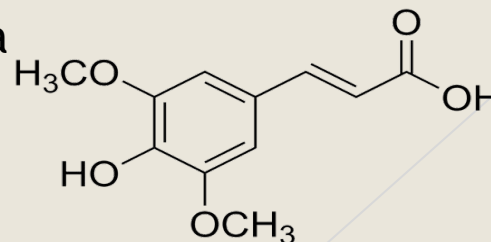
Хлорогеновая кислота



Эскулетин

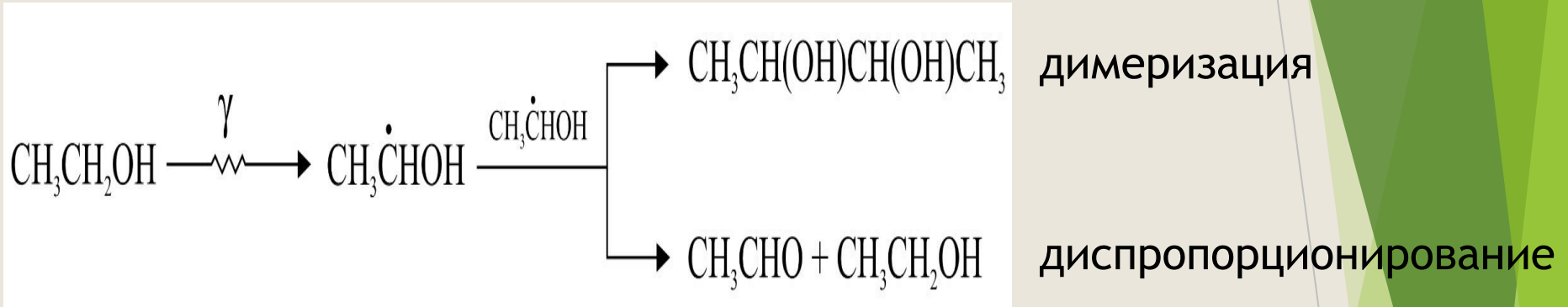


Синаповая кислота



Сиреневая кислота

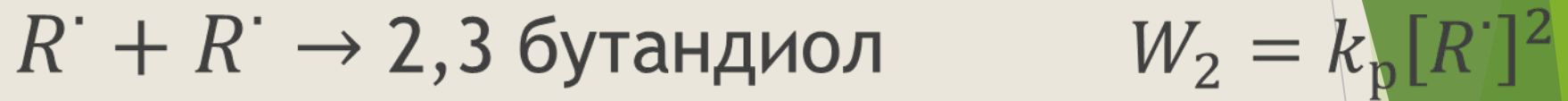
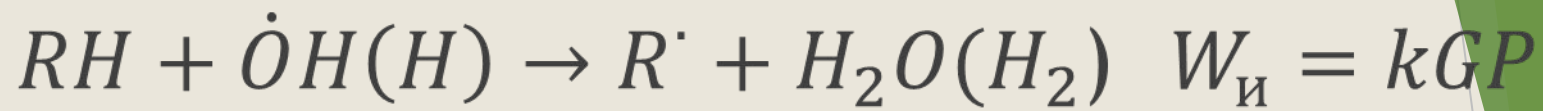
Основными молекулярными продуктами рекомбинации α -гидроксиэтильного радикала являются **ацетальдегид и 2,3-бутандиол**:



$$G(\text{ГЭР}) = G(\dot{O}H) + G(H) = 5,2 \frac{\text{радикалов}}{100\text{эВ}}$$



$$G(\text{диола}) = \frac{1}{4} G(\text{ГЭР}) = 1,3 \frac{\text{молекул}}{100\text{эВ}}$$



Зависимость расходования акцептора и накопления продуктов рекомбинации радикалов

Цель:

Микроколличественное определение 2,3-бутандиола для анализа антирадикальной активности фенольных соединений

Задачи:

1. Изучить литературные данные по теме исследования.
2. Подобрать оптимальные газохроматографические условия для инструментального анализа 2,3-бутандиола.

Методы исследования

- *Теоретические*

$$C = (G \cdot D \cdot M \cdot \rho_{см}) / (100 \cdot N_a \cdot 1,6 \cdot 10^{-19}),$$

где C - концентрация [г/л], N_a - число Авогадро, D - доза облучения [Гр], M - молярная масса [г/моль], $\rho_{см}$ - плотность смеси соответствующего состава [г/л].

При $D=1 - 100$ Гр

$C=0,01-1$ мкг/мл

- *Эмпирические*



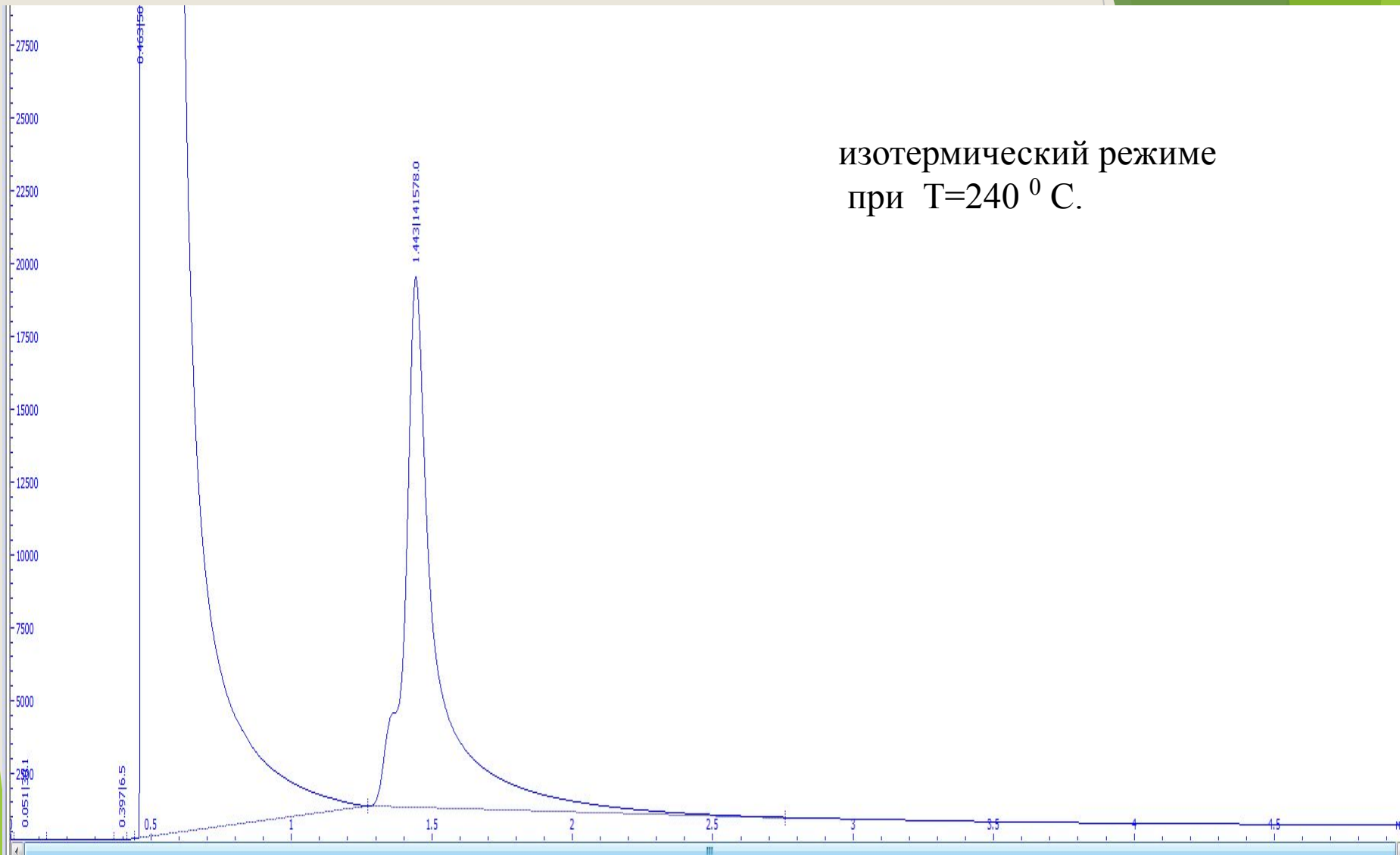
Определение 2,3БД методом адсорбционной ГХ



Хроматограмма раствора 2.3 БД на насадочной колонке с полистиролом

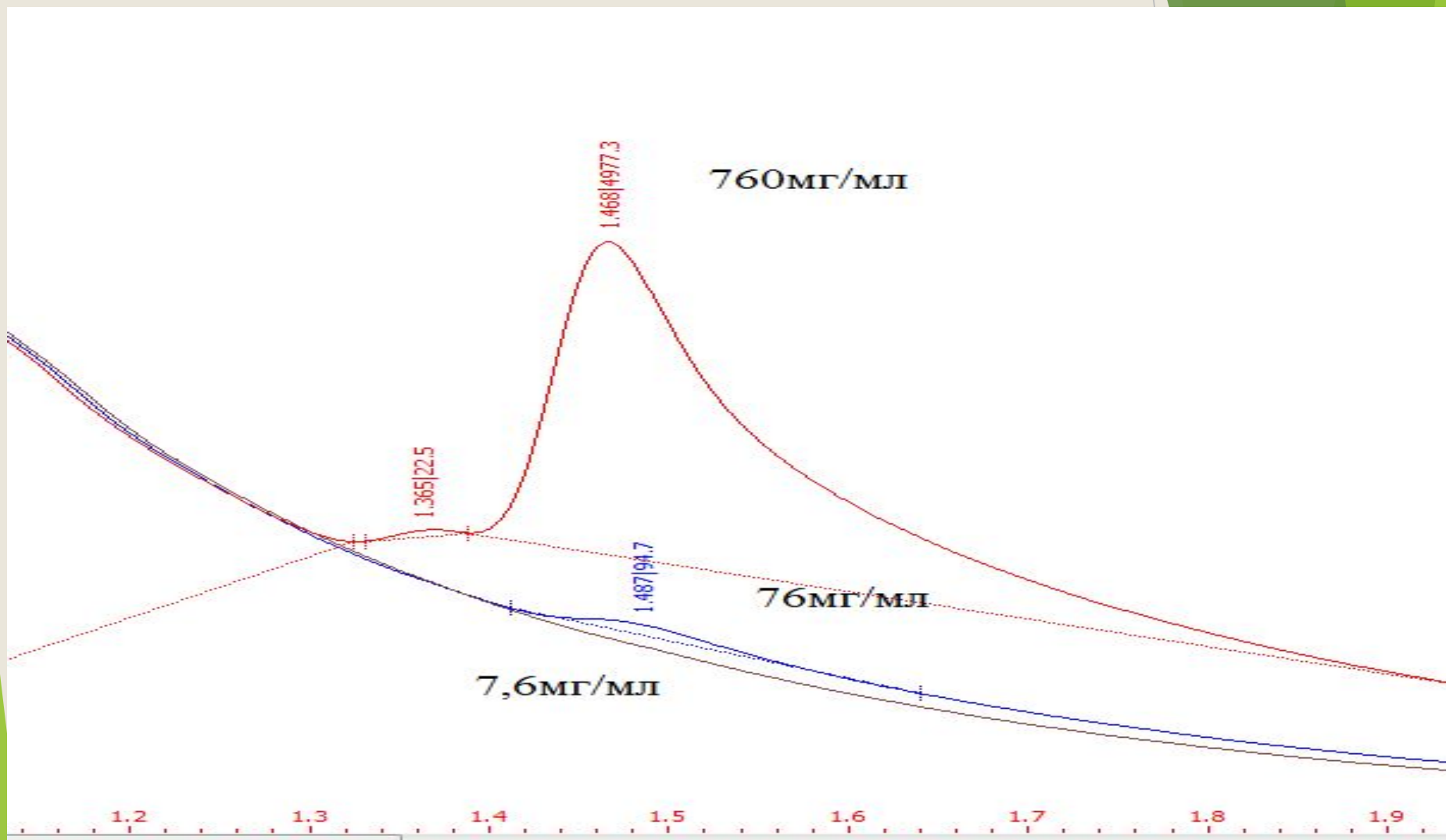
Подбор оптимальных условий ГХ

изотермический режим
при $T=240^{\circ}\text{C}$.



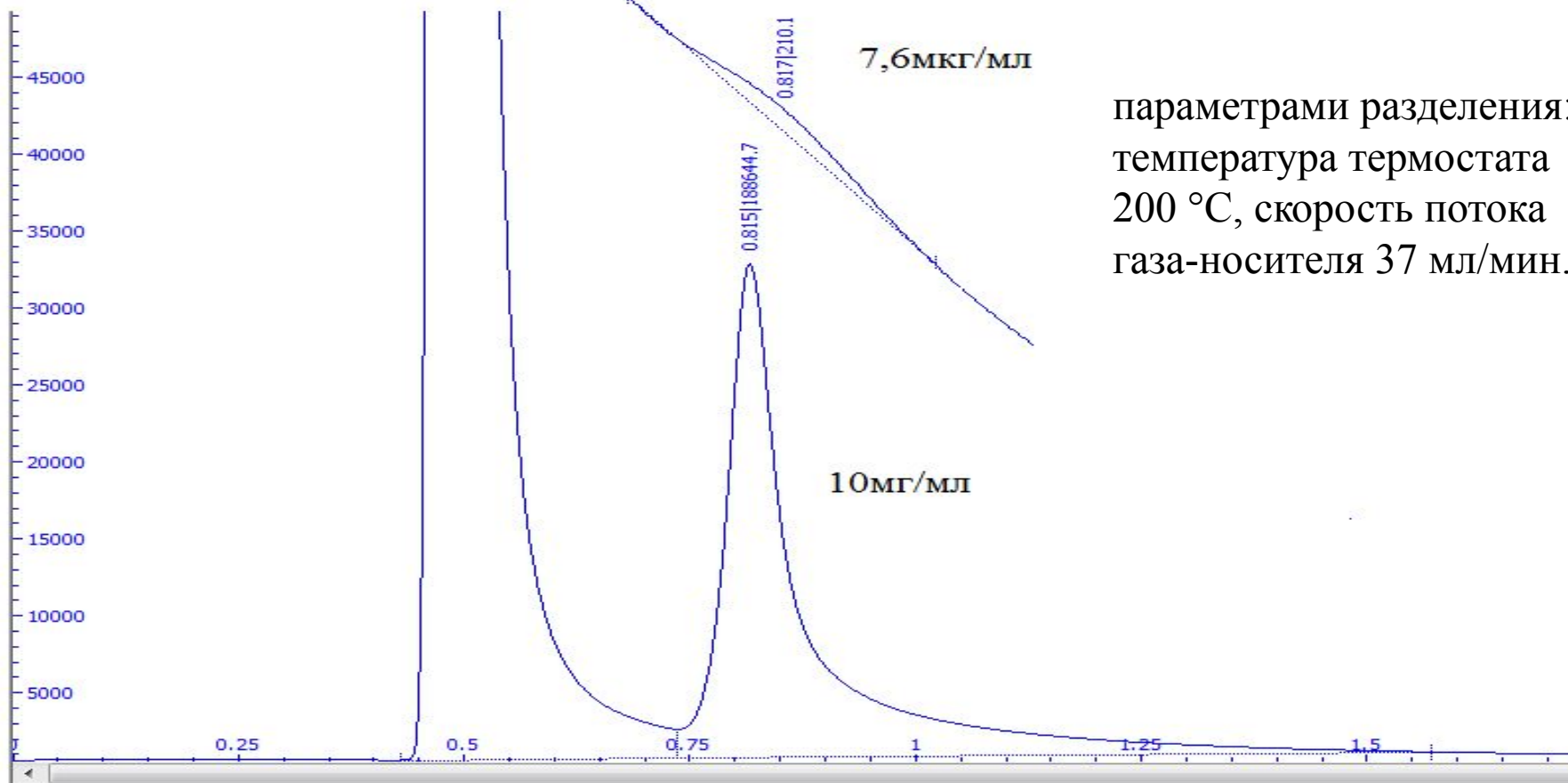
Газовая хроматограмма 2,3-БД при изотермическом режиме

Определение чувствительности методики



Хроматограмма 2.3-бутандиола от разбавления от начальной концентрации 7,6 мг/мл на насадочной колонке

Определение 2,3БД на полярной колонке (неподвижная фаза ПЭГ 20М)



параметрами разделения:
температура термостата
200 °С, скорость потока
газа-носителя 37 мл/мин.

Хроматограмма 2.3-бутандиола полярной насадочной колонке

Получение диацильных производных

2,3-
бутандиол
 $C=10\text{мг/мл}$



Ацетонитрил
 $V=1\text{ мл}$

$C=10$
мг/мл

разбавление

$C=1\text{ мг/мл}$

$C=0,1\text{мг/мл}$

$C=0,01\text{мг/мл}$

Газовый
хроматограф

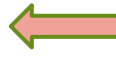
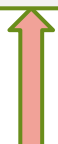
встряхнули

Центрифугир
ование
1 мин 1300
оборотов

Сушильный
шкаф
 $t=40\text{ мин}$

Ацетилхло
рид
 $V=10\text{ мкл}$

Ацетат
натрия
 $m=12\text{ мг}$

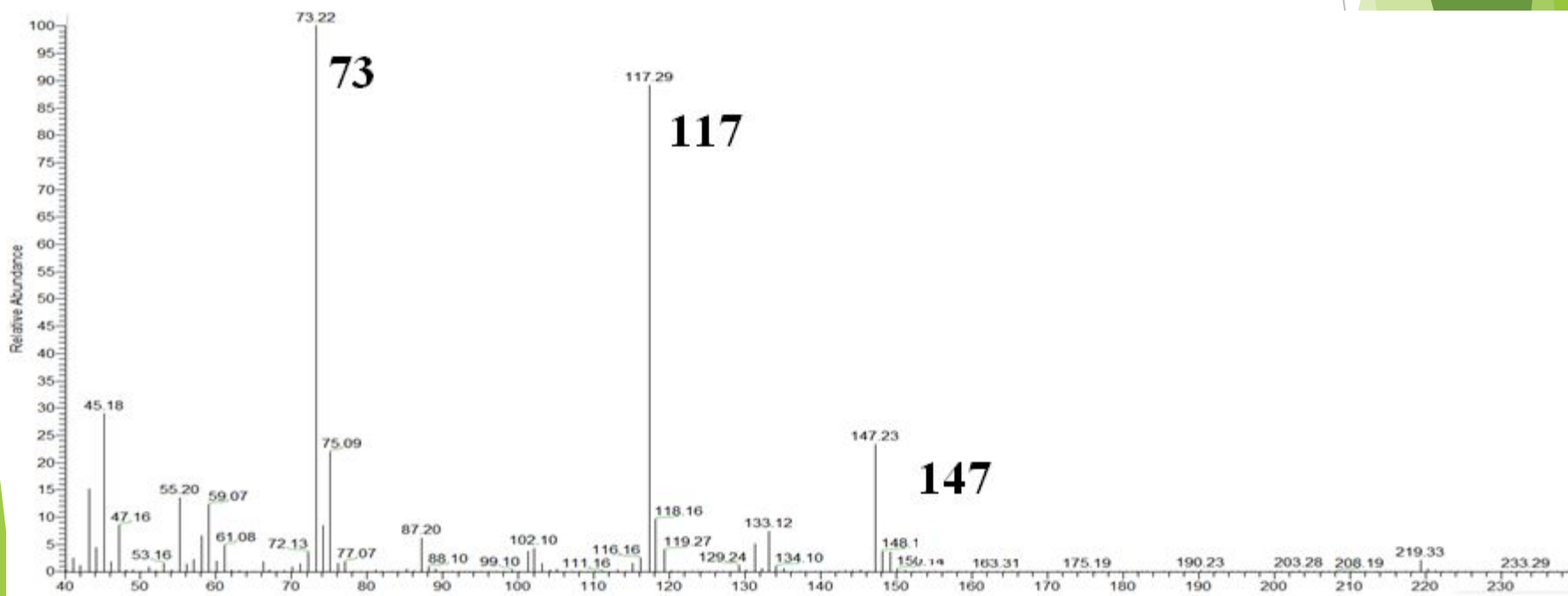


Определение микроколичеств 2,3-бутандиола в анализируемой пробе.

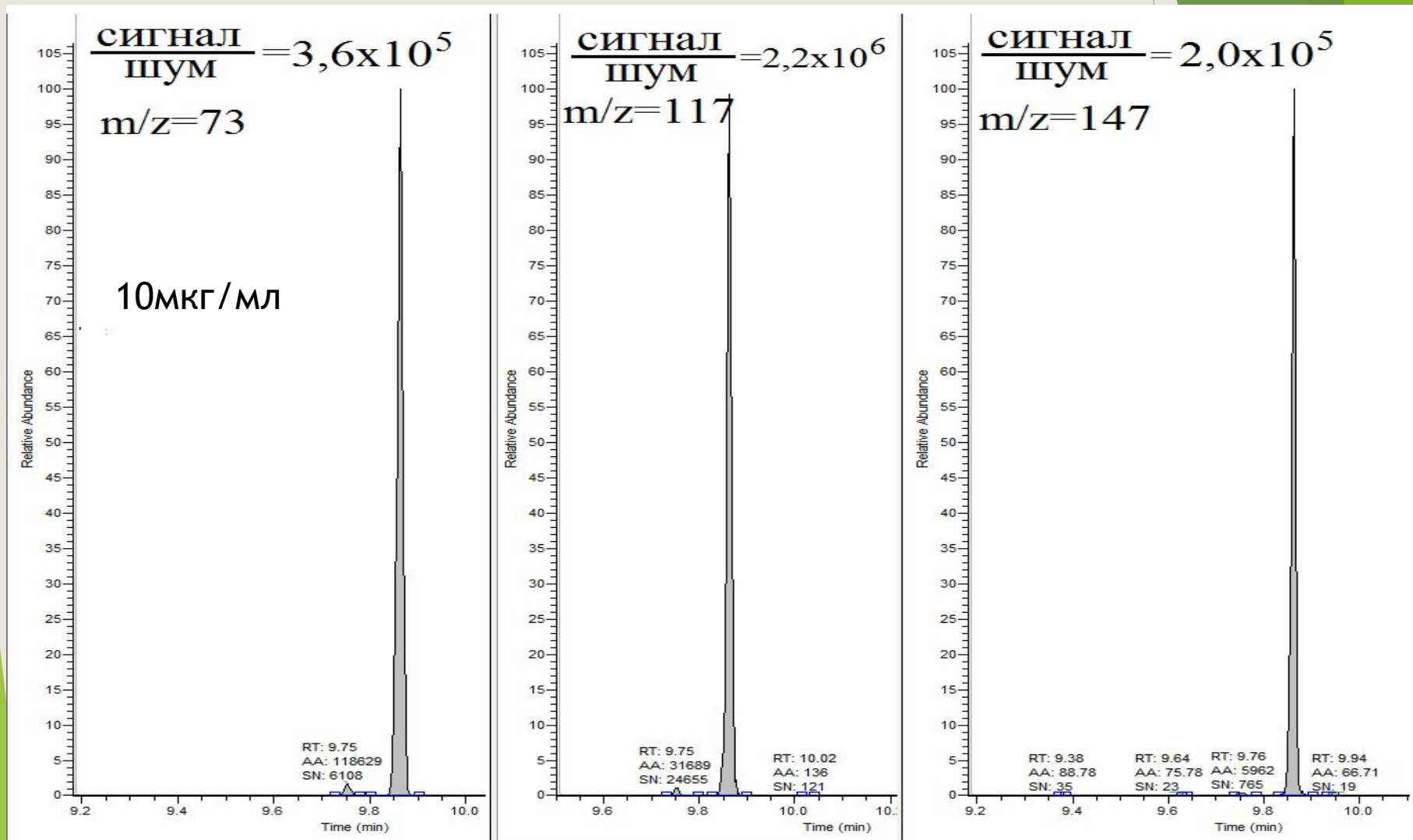


Хроматограмма диацильного производног 2,3-БД на капиллярной колонке

Масс-спектр триметилсиллильного производного 2,3-БД



Хроматограмма триметилсилильного производного



Соотношение сигнала к шуму

Выводы:

1. Изучили литературные данные по теме исследования. Выявили методики определения диолов в смесях.
2. Провели модификацию методики ацелирования 2,3-БД.
3. Оптимальной методикой для детектирования микроконцентраций 2,3- бутандиола является определение триметилсилильного производного на газовом хроматографе «Хроматэк - Кристалл 5000» с масс-спектрометрическим детектором.
4. Обозначили задачи для дальнейшего исследования. В частности, оптимизация условий пробоподготовки для детектирования 2,3-бутандиола в водном растворе.

Спасибо за внимание!

Ацилирование по методу Шоттен-Баумана

