

Н.В. Мурликіна, канд. техн. наук, доц. (ХДУХТ, Харків)

О.І. Упатова, канд. техн. наук, доц. (ХДУХТ, Харків)

ЗАСТОСУВАННЯ ІЧ-СПЕКТРОСКОПІЇ ДЛЯ КІЛЬКІСНОГО ВИЗНАЧЕННЯ МОНО- ТА ДІАЦИЛГЛІЦЕРИНІВ ЖИРНИХ КИСЛОТ

Згідно з науково обґрунтованими технологічними параметрами переестерифікацією соняшникової олії в системі «гексан–ізопропанол» за температури 35...40°C одержано нові вітчизняні емульгатори ацилгліцеринної природи (ЕАГП) у вигляді масляної фази з вмістом моно-, діацилгліцеринів жирних кислот (МАГ, ДАГ).

Визначення МАГ, ДАГ проводили за допомогою інфрачервоної (ІЧ) спектроскопії на Фур'є-спектрометрі Perkin-Elmer Spectrum One FTIR Spectrometer із застосуванням методу роздавленої краплі. Зразки записували у тонкому шарі між пластинами з цинкум селеніду.

В ІЧ-спектрі ЕАГП представлено характеристичні смуги поглинання, віднесені до відповідних типів валентних ν і деформаційних δ коливань триацилгліцеринів: тріада смуг 1110 cm^{-1} , 1173 cm^{-1} , 1244 cm^{-1} $\nu(\text{C}=\text{O})$ естерів; 1377 cm^{-1} і 1416 cm^{-1} — $\delta(\text{C}-\text{H})$ в групах $-\text{CH}_3$ і $-\text{CH}_2-$; 1736 cm^{-1} — $\nu(\text{C}=\text{O})$ естерів; 2855 cm^{-1} і 2927 cm^{-1} — $\nu(\text{C}-\text{H})$ в групах $-\text{CH}_2-$; 3009 cm^{-1} — $\nu_{\text{as}}(\text{C}-\text{H})$ в групах $-\text{CH}=\text{CH}-$ у *цис*-формі.

Присутність значних за інтенсивністю смуг поглинання за 1657 cm^{-1} і 3009 cm^{-1} доводить збереження ненасичених кислот в ЕАГП у нативному стані, *цис*-формі, на рівні їх вмісту в соняшниковій олії.

Вміст в ЕАГП моно-, діацилгліцеринів жирних кислот підтверджується широкою смугою (рис.), зареєстрованою за 3452±5 cm^{-1} і характерною для валентних коливань вільних гідроксильних груп $\nu(\text{O}-\text{H})$, асоційованих у вигляді мономерів і димерів, смугою за 1061 cm^{-1} , характерною для валентних коливань гідроксильних груп первинних спиртів.

В ІЧ-спектроскопії кількісний аналіз за спектрами здійснюється відповідно до законів світлопоглинання, зокрема об'єданого закону Бугера-Ламберта-Бера. Якщо закон виконується, то за фіксованої товщини шару оптична густина A (absorbance) лінійно залежить від концентрації речовини, що дозволяє проводити кількісний аналіз.

В ІЧ-спектроскопії застосовується інтегральна інтенсивність (коефіцієнт поглинання), яка трактується як сума значень коефіцієнта екстинції ϵ у межах всієї смуги поглинання, що розглядається, тобто площа, обмежена спектральною кривою і віссю абсцис. Інтегральна

інтенсивність дорівнює площі смуги i , за умов, коли як координати вибрано коефіцієнт поглинання та хвильове число V (см^{-1}), вона виражається інтегралом:

$$A_v = 2,304 \int_1^V \epsilon dV .$$

Інтегральна інтенсивність менше залежить від роздільної здатності приладу, ніж інтенсивність у максимумі, тому вона відтворюється краще. Залежність оптичної густини від хвильового числа V за контуром смуги за допущення, що смуга симетрична відносно максимуму і не перекривається іншими смугами, можна описати функцією Лоренца:

$$A_v = a / [(V - V_{\text{макс}})^2 + b^2],$$

де a, b – сталі.

Зазвичай чим ширша смуга, тим краще вона описується цією функцією. Якщо це наближення задовільне, то площу S , обмежену кривою і горизонтальною нульовою лінією ($A=0$), можна розрахувати за формулою:

$$S = (\pi/2) \cdot \Delta V_{1/2} \cdot A_{\text{макс}},$$

де $\Delta V_{1/2}$ – ширина смуги поглинання між точками кривої, в якій оптична густина дорівнює половині максимальної;

$A_{\text{макс}}$ – пікова інтенсивність.

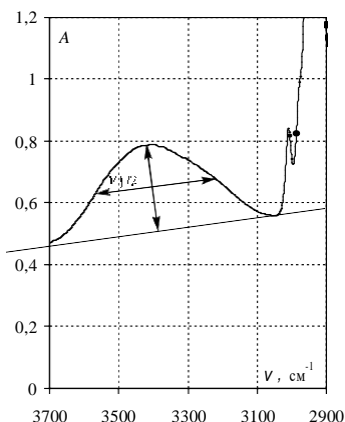


Рисунок – Смуга валентних коливань $\nu(\text{O}-\text{H})$ за $3452 \pm 5 \text{ см}^{-1}$ зразків ЕАГП

З метою проведення кількісного аналізу за експериментальними даними визначення спектральних характеристик було побудовано калібрувальний графік залежності S від масової частки МАГ-ДАГ ($W_{\text{МАГ-ДАГ}}$) еталонів — $S = 9,07 \cdot W_{\text{МАГ-ДАГ}} + 0,23$. Згідно з рівнянням калібрувальної прямої розраховували значення $W_{\text{МАГ-ДАГ}}$ в ЕАГП.

Вміст моно-, діацилгліцеринів жирних кислот, визначений методом ІЧ-спектроскопії, корелює з результатами, отриманими за методом тонкошарової хроматографії. Відносне відхилення результатів визначення масової частки МАГ-ДАГ цими методами знаходиться у межах 2,4...4,7%.