КРАТКОЕ СООБЩЕНИЕ

ОДНОВРЕМЕННОЕ КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГЛИЦЕРИНА И АЦЕТАТА КАЛИЯ В ВОДНОМ РАСТВОРЕ МЕТОДОМ СПЕКТРОСКОПИИ КОМБИНАЦИОННОГО РАССЕЯНИЯ (РАМАНОВСКАЯ СПЕКТРОСКОПИЯ)

А.В. Аграфенин *, Ю.В. Абрамов, Ю.И. Денисов-Никольский, Г.И. Блинова

Государственное научное учреждение «Всероссийский научно-исследовательский институт лекарственных и ароматических растений» (ГНУ ВИЛАР), Москва

РЕЗЮМЕ. Осуществлена методическая разработка одновременного количественного определения в водных растворах глицерина и ацетата калия методом спектроскопии комбинационного рассеяния (рамановская спектроскопия) в диапазоне их содержания 20–40% масс.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА: рамановская спектроскопия, биологический объект, консервация, бальзамирование.

ВВЕЛЕНИЕ

Проблема консервации и сохранения биологических структур в неизменном состоянии является актуальным направлением для биомедицинских исследований, важной и социально значимой задачей в гуманитарном образовании. Практика сохранения биологических объектов с постоянным или периодическим использованием консервирующих и других специальных растворов довольно широко используется в некоторых разделах медицины (анатомия, судебная медицина, бальзамирование) и музейном деле при реставрации и длительном сохранении биологических объектов (Привес, 1956; Быков и др., 2002; Нечай, Харибова, 2005).

Одним из важнейших, но недостаточно разработанных в настоящее время разделов данного направления является объективная регистрация состояния биологических структур (Абрамов, 2013). Количественное определение компонентов специальных растворов позволяет не только контролировать содержание консервирующих веществ в данных растворах в необходимой концентрации, но и осуществлять опосредованный мониторинг состояния сохраняемых биообъектов.

Цель настоящего исследования — разработать методические подходы количественного определения содержания часто применяемых в консервирующих растворах глицерина и ацетата калия методом рамановской спектроскопии.

Метод спектроскопии комбинационного рассеяния (рамановская спектроскопия) может служить эффективным средством неразрушающего количественного анализа химического состава специальных растворов для консервации и сохранения биологических структур, в том числе с использованием портативных приборов (Burikov, et al., 2005; 2007). Среди достоинств примененного метода выделяются также краткое время анализа (10–15 с) и возможность снятия спектров через пластмассовую или стеклянную тару, в которой находится исследуемый раствор.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

Определение количественного содержания глицерина и ацетата калия в экспериментальных водных растворах проводили с помощью конфокального микроскопа-спектрофотометра InVia («Renishaw», Великобритания). Измеряли спектр комбинационного рассеяния (КРС) в диапазоне от 40 до 4000 см⁻¹ при спектральном разрешении 1–2 см⁻¹ при освещении раствора лазером 785 нм мощностью 300 мВт с автоматической подборкой экспозиции для обеспечения оптимальной высоты пиков и во избежание насыщения аналитических полос. Среднее время экспозиции составляло 2,5 с.

В работе использовали реактивы: глицерин (ч.д.а., соответствует ГОСТ 6259-75, Германия); калий уксуснокислый (extra pure, «Мегк», Германия); свежеприготовленная деионизованная вода по ГОСТ 6709-72.

Уксуснокислый калий предварительно просушивали при 105 °С до достижения постоянного веса, охлаждали в закрытом бюксе и вносили в раствор незамедлительно. Все реактивы дозировали по массе с помощью весов Сарториус (Швейцария) с точностью до 0,0001 г.

^{*} Адрес для переписки:

Содержание в растворах глицерина и уксуснокислого калия дополнительно контролировали титриметрически с помощью автоматического титратора Меттлер Толедо Т70 (США).

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Спектры используемых реактивов приведены на рис. 1-3.

Градуировочные графики строили в координатах интегральная интенсивность (усл. ед.) – концентрация (% масс.) по аналитическим полосам в диапазоне $850~{\rm cm}^{-1}$ для глицерина и $925~{\rm cm}^{-1}$ для ацетата калия. Результаты приведены в табл.1.

Графики с вычисленными абсолютными отклонениями представлены на рис. 4 и 5.

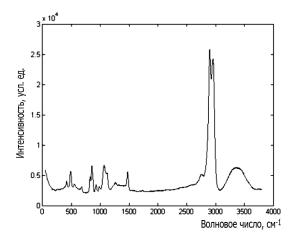


Рис. 1. Спектр глицерина

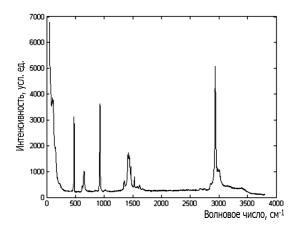


Рис. 2. Спектр ацетата калия (порошок)

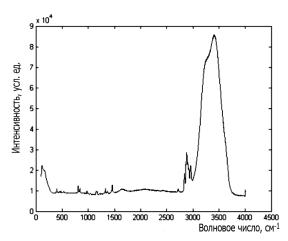


Рис. 3. Спектр воды (деиониз)

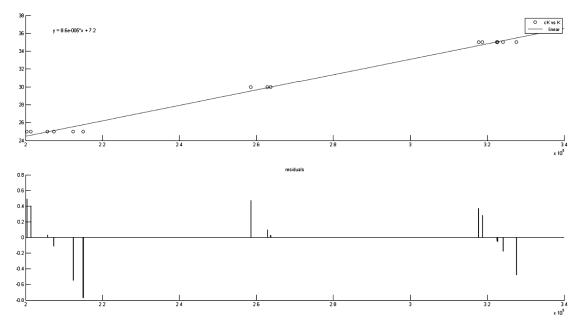


Рис. 4. Градуировочный график для определения содержания ацетата калия

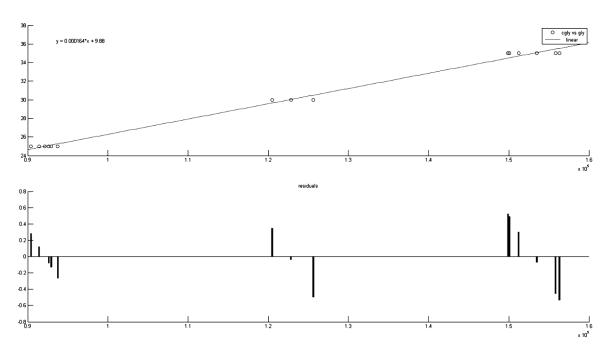


Рис. 5. Градуировочный график для определения глицерина

Таблица 1. **Результаты определения ацетата калия и глицерина (% масс.) по методу введено—найдено**

№ образца	Ацетат калия			Глицерин		
	Интегральная интенсивность, усл. ед.	Концентрация, % масс.		Интегральная интенсивность,	Концентрация, % масс.	
		Введено	Найдено	усл.ед	Введено	Найдено
1	258560	30,0	29,5	125613	30,0	30,5
1	262890	30,0	29,9	120492	30,0	29,7
1	263710	30,0	30,0	122814	30,0	30,0
2	322510	35,0	35,0	156309	35,0	35,5
2	318740	35,0	34,7	149876	35,0	34,5
2	322670	35,0	35,1	153489	35,0	35,1
3	201410	25,0	24,6	92630	25,0	25,1
3	200350	25,0	24,5	91412	25,0	24,9
3	212400	25,0	25,5	92935	25,0	25,1
4	324090	35,0	35,2	93754	25,0	25,3
4	317730	35,0	34,5	92140	25,0	25,0
4	327560	35,0	35,5	90415	25,0	24,7
5	205710	25,0	25,0	151218	35,0	34,7
5	207350	25,0	25,1	150067	35,0	34,5
5	215000	25,0	25,8	155825	35,0	35,5

выводы

Методом количественного анализа спектров комбинационного рассеяния по интенсивности аналитических полос в диапазоне $850~{\rm cm}^{-1}$ для глицерина и $913~{\rm cm}^{-1}$ для ацетата калия возможно определение их содержания 20-40% масс. в водном растворе с ошибкой определения в выбранном интервале концентраций, не превышающей 1,7% абс.

БЛАГОДАРНОСТИ

Авторы выражают благодарность за любезно предоставленную возможность использования оборудования для съемки рамановских спектров К.В. Понкратову и представительству фирмы «Renishaw» (Москва).

ЛИТЕРАТУРА

Абрамов Ю.В. Разработка научно-методических подходов к проведению реставрационных работ на

биологических объектах // Вопросы биологической медицинской фармацевтической химии. 2013. № 11. С. 149–153.

Быков В.А., Василевский В.К. Способ бальзамирования тела / Патент РФ №2185060. 2002.

Нечай В.В., Харибова Е.А. Реставрация демонстрационных анатомических препаратов // Современные наукоемкие технологии. 2005. №11. С. 65–67.

Привес М.Г. Краткое руководство по консервированию анатомических препаратов. М.: Медгиз, 1956.

Burikov S.A., Dolenko T.A., Fadeev V.V. Identification of Inorganic Salts and Determination of Their Concentrations in Water Solutions from the Raman Valence Band Using Artificial Neural Networks // Pattern Recognition and Image Analysis. 2007, 17(4):554–559.

Burikov S.A., Dolenko T.A., Fadeev V.V., Sugonyaev A.V. New Opportunities in the Determination of Inorganic Compounds in Water by the Method of Laser Raman Spectroscopy // Laser Physics. 2005, 15(8):1–5.

SIMULTANEOUS QUANTITATIVE DETERMINATION OF GLYCEROL AND POTASSIUM ACETATE IN AQUEOUS SOLUTION BY RAMAN SPECTROSCOPY

A.V. Agrafenin, Yu.V. Abramov, Yu.I. Denisov-Nikolsky, G.I. Blinova

Scientific Research and Educational Center of Biomedical Technology, All-Russia Institute of Officinal and Aromatic Plants «VILAR», Moscow; e-mail: agrafenin@mail.ru

ABSTRACT. The problem of the preservation and conservation of biological structures is very actual for biomedical research, important and socially significant challenge. Practical conservation of biological objects with continuous or intermittent use of special solutions is widely used in medicine (anatomy, forensic medicine, embalming) and museum practice for the restoration and long-term preservation of biological objects. Quantitative determination of the components in special solutions can not only control their content at the desired concentrations, but also make possible the monitoring of the status of stored-mediated biological objects. In this study Raman spectroscopy was adapted as a methodological approach for the quantitative simultaneous determination of glycerol and potassium acetate, commonly used as preservative agents. There was established that quantitative analysis of Raman scattering spectra for glycerol and potassium acetate allows determining their content at 20–40% (wt) in aqueous solution, with a bias of no more than 1.7%.

KEYWORDS: Raman spectroscopy, biological object, preservation, embalming.

REFERENCES

Abramov Yu.V. // Voprosy biologicheskoy meditsinskoy farmatsevticheskoy khimii. 2013, 11:149–153 (in Russ.).

Bykov V.A., Vasilevskiy V.K. [A method for body embalming]. Patent of Russian Federation №2185060. 2002 (in Russ.).

Nechay V.V., Kharibova E.A. // Sovremennye naukoemkie tekhnologii. 2005, 11:65-67 (in Russ.).

Prives M.G. [Brief guide on conservation of anatomic preparations]. Moscow: Medgiz, 1956 (in Russ.).

Burikov S.A., Dolenko T.A., Fadeev V.V. // Pattern Recognition and Image Analysis. 2007, 17(4):554-559.

Burikov S.A., Dolenko T.A., Fadeev V.V., Sugonyaev A.V. // Laser Physics. 2005, 15(8):1-5.