

РЕЗЮМЕ

Р. А. Васильченко, Г. Я. Касьяненко. Синтез высокодисперсного кристаллического литий-железо фосфата.

В статье описаны новые экспериментальные данные из особенностей химического синтеза высокодисперсного LiFePO_4 в ионных расплавах как катодного материала для литий-ионных аккумуляторов повышенной емкости и цикличности.

Ключевые слова: химические источники тока, литий-ионные аккумуляторы, катодные материалы.

SUMMARY

R. A. Vasilchenko, G. J. Kasyanenko. Synthesis of highly dispersed crystalline lithium-iron phosphate.

This article describes the new experimental data of the chemical synthesis of fine LiFePO_4 in ionic melts as cathode material for lithium-ion battery high capacity and cycle.

Keywords: chemical current sources, lithium-ion batteries, cathode materials.

УДК 547.915+547.995:637.133.7

А. М. Скляр, Д. О. Мірошніченко

ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ЙОДУ В ЙОДИДІ ХІТОЗАНУ

Сумський державний педагогічний університет ім. А.С.Макаренка

Стаття присвячена дослідженню залежності вмісту йоду в препаратах йодиду хітозану в залежності від умов зберігання препарату.

Ключові слова: хітин, хітозан, йодид хітозану, йодометрія.

Вступ. Актуальні проблеми дослідження структури, властивостей, застосування хітину та хітозану та їх похідних розкрито в працях багатьох вчених-дослідників різних країн, зокрема таких як: Т.М. Сафронова., В.Д. Богданов, А.М. Скляр, Т.М. Кім, Ю.М. Євдокімов, Т. Цугіта, та ін.

Серед вже одержаних і до певної міри вивчених модифікатів хітозану особливу увагу привертають препарати, що містять йод. Йодид хітозану – фізіологічно активна речовина з яскраво вираженими дезінфікуючими та ранозагоювальними властивостями [1].

Мета роботи – визначити зміну вмісту йоду в препаратах йодиду хітозану в залежності від умов зберігання.

Методи дослідження : метод лужного гідролізу хітину, переосадження, капілярна віскозіметрія, потенціометрія, ліофільне висушування, йодометрія.

Результати та їх обговорення. Серед солей хітозану – йодид, як вже відомо, виявився перспективним модифікатом в медичному аспекті. Він може бути одержаний різними способами, серед яких найзручнішим виявився спосіб розроблений раніше на кафедрі хімії та методики навчання хімії СумДПУ ім. А.С.Макаренка [2]. Тому важливим і цікавим питанням виявилось

визначення вмісту в ньому зв'язаного йоду у формі аніону Γ , в структурних ланках хітозану.

Для одержання хітозан йодиду брали певну (довільну) масу хітозану, будь якої молекулярної маси. До взятої певної маси полімеру в хімічному стакані доливали дистильованої води в масооб'ємному відношенні хітозан – вода (1:15), утворену суміш перемішували та залишали на добу для набрякання полімеру.

До витриманої в часі суміші додавали краплями концентрований розчин йодидної кислоти ($W=55\%$) при інтенсивному перемішуванні вмісту хімічного стакану, до розчинення полімеру при контролі рН розчину, що утворювався. Додавання розчину кислоти припиняли при $pH=6,5$, перемішування продовжували ще протягом 30 хвилин. При цьому утворювався гомогенний, прозорий, дуже в'язкий розчин, подібний до драглю. Цей розчин вже може бути першою лікарською формою для використання. Для одержання порошкоподібної форми – цей розчин ліофілізували на спеціальній установці [3].

Для цього одержаний розчин йодиду хітозану, як описано вище, заморожували з допомогою рідкого азоту тонким шаром в спеціальній колбі. Колбу під'єднували до спеціальної установки, де під вакуумом відбувалась сублімація води з замороженого розчину, а йодид хітозану залишався у вигляді дрібнодисперсного порошку.

1. Зразки йодиду хітозану одержані ліофільним висушуванням.

а) Ліофілізований з розчину.

Для визначення вмісту йоду у сухому йодиді хітозану, було проведено дослідження ліофілізованого полімеру і знайдено, що масова частка йоду в ньому склала 10,235%.

б) Йодид хітозану, що зберігався після ліофілізації за кімнатної температури.

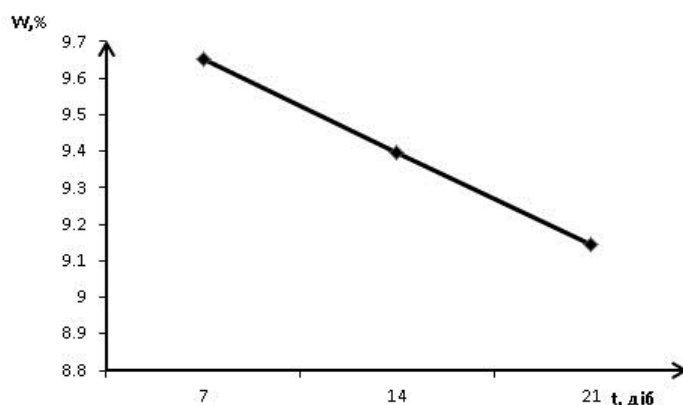


Рис. 1. Графік залежності вмісту зв'язаного йоду в йодиді хітозану від часу зберігання за кімнатної температури

Отримані дані за вказаних умов ілюструє графік (рис. 1). З даного графіку видно, що з часом вміст йоду в йодиді хітозану, який зберігався за кімнатної температури, зменшується. Це свідчить про поступове окиснення аніону Γ киснем повітря до вільного йоду і випаровування останнього.

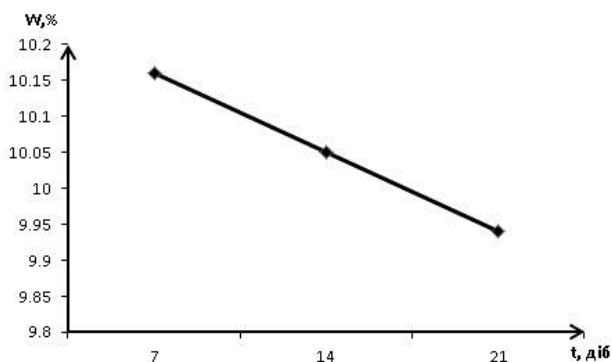


Рис. 2. Графік залежності вмісту зв'язаного йоду в йодиді хітозану від часу зберігання при 3°C

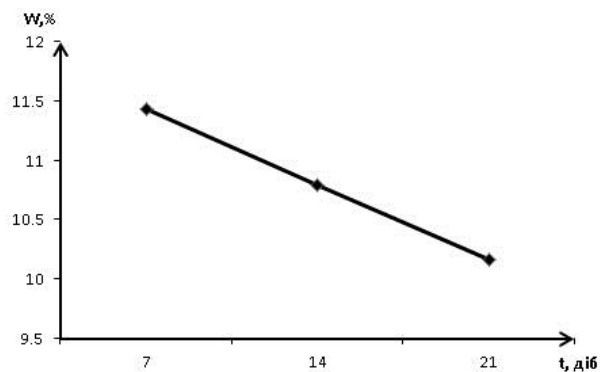


Рис. 3. Графік залежності вмісту зв'язаного йоду в йодиді хітозану від часу зберігання за кімнатної температури в негерметичних умовах

в) Йодид хітозану, що зберігався після ліофілізації за температури 3°C.

Результати цього дослідження представлені на рис. 2. Видно що, вміст йоду в даному зразку, більший, ніж у тому, що зберігався за кімнатної температури. Очевидно одержані препарати йодиду хітозану слід зберігати в прохолодному місці, щоб запобігти зниженню їх ефективності та якості.

У зразку, що висушувався на повітрі вільний йод повністю випарувався, а отже не виявляється в процесі прямого титрування натрій тіосульфатом. В той же час для препаратів, що зберігались після ліофілізації в герметичних умовах містилась невелика кількість вільного йоду, що не змінювалась протягом подальшого терміну зберігання і дорівнювала 0,0025%.

2. Йодид хітозану, одержаний висушуванням розчину на повітрі у формі плівки, що зберігався не в герметичних умовах.

Данні цього експерименту наведені на рис. 3. Слід зазначити, що вказана кількість вільного йоду не залежить, ні від часу зберігання, ні від температури зберігання. Можливо, що виявлена кількість такого йоду може бути зв'язана в формі – структурних ланок йодиду хітозану у вигляді полігалогеніду, що суттєво сповільнює подальше окиснення, тобто є своєрідним інгібітором. Проте для підтвердження цього та більш детального пояснення необхідні подальші дослідження.

3. Йодид хітозану у формі плівки, висушеної на повітрі, що зберігався в герметичному посуді за кімнатної температури.

Як виявилось, вказаний препарат, має меншу кількість йоду у порівнянні з тим, що зберігався не в герметичних умовах. Мабуть окиснення зв'язаного йоду відбувається повільніше при ізоляції його від повітря. На це вказують дані рис. 4.

Отже, з наведених експериментальних результатів в цілому видно, що чим вища температура та довший час зберігання хітозан йодиду, тим менше зв'язаного йоду він містить.

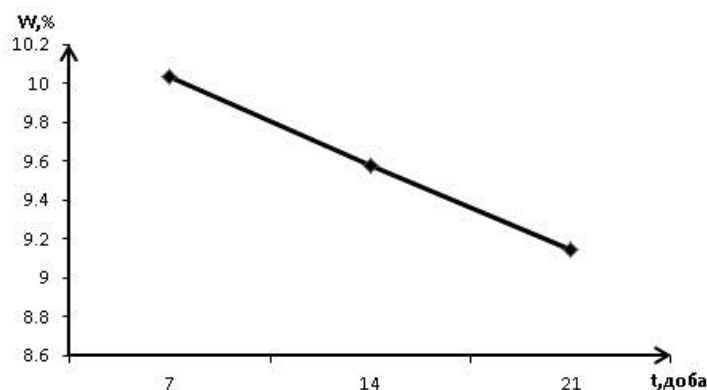


Рис. 4. Графік залежності вмісту зв'язаного йоду в йодиді хітозану від часу зберігання за кімнатної температури та в герметичних умовах

Висновки. Вперше досліджені препарати йодиду хітозану, одержаного за найдосконалішою відомою методикою, на вміст йоду. Знайдено, що на вміст йоду в досліджених препаратах впливають умови їх одержання: в ліофільно висушених препаратах йоду міститься дещо менше, ніж у тих що висушувались на повітрі. Це може бути пов'язано з вакуумними умовами ліофілізації. Дослідження залежності вмісту зв'язаного йоду в зразках, що зберігались за різної температури виявило подібне монотонне і закономірне зниження його вмісту, але менш виражене за нижчої температури. Визначення вмісту вільного йоду в деяких препаратах йодиду хітозану показало його низький вміст, що не залежить ні від часу, ні від температури зберігання полімерного продукту, що потребує окремого більш глибокого дослідження.

СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. Скляр А.М. Синтез і властивості йодиду хітозану // Тези доповідей наук. конфер. «Проблеми орг. синтезу». – Львів, ЛДУ, 1994.
2. Шаповал І.В., Скляр А.М. Новий метод отримання йодиду хітозонію : зб. наук. праць / [за ред. А.П. Вакала]. – Суми : Вид-во Сумського державного педагогічного університету ім. А.С.Макаренка, 2013. – 212 с.
3. Загальний практикум з органічної хімії: Навч. посіб. для 4-49 студ. вищ. навч. закл. III–IV рівнів акредитації / В. П. Черних, І. С. Гриценко, М. О. Лозинський, З. І. Коваленко; За ред. В. П. Черних. – Х.: Вид-во НФаУ; Золоті сторінки, 2003. – 592 с.

РЕЗЮМЕ

А. М. Скляр, Д. А. Мирошніченко. Определение содержания йода в йодиде хитозана.

Статья посвящена исследованию зависимости содержания йода в продуктах йодида хитозана в зависимости от условий хранения препарата.

Ключевые слова: хитин, хитозан, йодид хитозана, йодометрия.

SUMMARY

A. M. Sklyar, D. A. Miroshnichenko. Determination of iodine in iodide of chitosan.

The article is devoted to the dependence of the iodine content in foods chitosan iodide depending on the storage conditions of the drug.

Key words: chitin, chitosan, chitosan iodide, iodimetry.