

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОРГАНОРАСТВОРИМЫХ АНАЛИТОВ В ОБРАТНЫХ ЭМУЛЬСИЯХ ПРИ РАБОТЕ ХРОМАТО-ДЕСОРБЦИОННЫХ СИСТЕМ

А.С. Брыксин, И.А. Платонов, Р.А. Минахметов

Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева, Самара, Россия

Обоснование. Одна из актуальных задач современной аналитической химии — разработка и совершенствование методов приготовления стандартных образцов состава, веществ и материалов [1, 2]. Подобные образцы используются для градуировки аналитических приборов, анализа природных и техногенных объектов, где в ряде случаев необходимо обеспечивать возможность приготовления газовых и жидких сред, включая суспензии и эмульсии, с известным содержанием аналита. Для выполнения этой задачи активно разрабатываются хромато-десорбционные системы (ХДС), позволяющие создавать газовые и жидкие смеси с постоянными концентрациями целевого компонента.

Цель — исследование работы ХДС в двух режимах: статическом и динамическом режиме экстракции. Изучение поведения ХДС в режиме статической экстракции направлено на исследование постоянства десорбции аналитов во времени при скорости потока экстрагента, равной нулю. Проведение динамической экстракции необходимо для построения и расчета уравнений зависимости десорбции исследуемых органорастворимых аналитов в нефтяную эмульсию от скорости потока и температуры окружающей среды.

Методы. Способ получения газовых и жидких сред с постоянным составом с использованием хромато-десорбционных систем базируется на равновесном выделении аналитов из сорбента, входящего в состав системы и насыщенного известным количеством целевых компонентов, в поток проходящего через них инертного газа или жидкости.

В настоящее время учеными Самарского университета разработан новый тип ХДС, позволяющий получать микроконцентрации аналитов в жидких водных и органических средах, включая среды суспензионного и эмульсионного типов.

В качестве матрицы для создания ХДС были выбраны полимерные композиционные материалы, включая наноразмерные материалы, на которые сорбировали аналит.

Оценку работоспособности изготовленных ХДС проводили с помощью экстракционной установки в режимах статической и динамической экстракции. Статическая экстракция заключалась в помещении исследуемой ХДС 10 раз на 24 ч в нефть (с обновлением нефти после каждого погружения) при температуре 25 °С. Динамическая экстракция заключалась в помещении исследуемых ХДС в термостатируемый экстрактор с последующим пропусканием через экстрактор экстрагента (нефтяной эмульсии) с разной скоростью потока при температуре 80 °С. В качестве экстрагента использовали нефтяную эмульсию.

При разработке методики анализа органорастворимых аналитов в нефтяных эмульсиях варьировали применяемые растворители, а также количество этапов очистки и переэкстракции.

Результаты. На рис. 1 представлены результаты анализа нефтяных экстрактов, полученных при исследовании ХДС в статическом режиме. Анализ данных рис. 1 позволяет заключить, что, независимо от значительного снижения концентрации аналита в растворе нефтяной эмульсии в первые и вторые сутки статической экстракции (которое можно объяснить десорбцией слабозакрепленного аналита с поверхности изготовленных ХДС в первые сутки экстракции), почти все исследуемые в рамках этого эксперимента образцы, начиная со второго погружения в экстракционную среду, производят десорбцию аналитов в близких количествах.

На рис. 2 представлены кривые извлечения аналитов при экстракции нефтью в динамическом режиме. На представленных графиках не наблюдается резкого падения концентраций, так как большая часть слабозакрепленного аналита десорбировалась с поверхностных слоев полимера при проведении статической экстракции, о которой говорилось ранее.

С увеличением скорости потока концентрация аналита в экстракте уменьшается, однако при пересчете на выделившуюся массу установлено, что аналит извлекается из ХДС в близких количествах при любой скорости потока в рамках проведенного эксперимента.

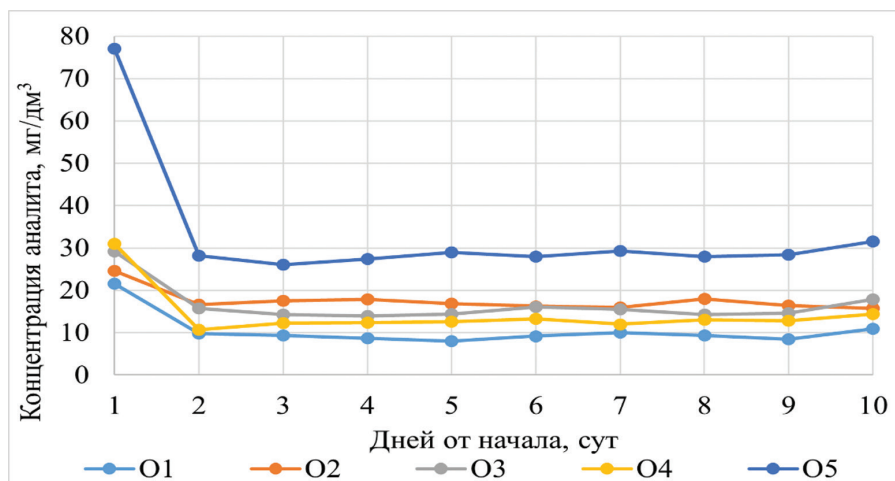


Рис. 1. Десорбция органорастворимых аналитов в обратной эмульсии при увеличении числа экстракции и их длительности

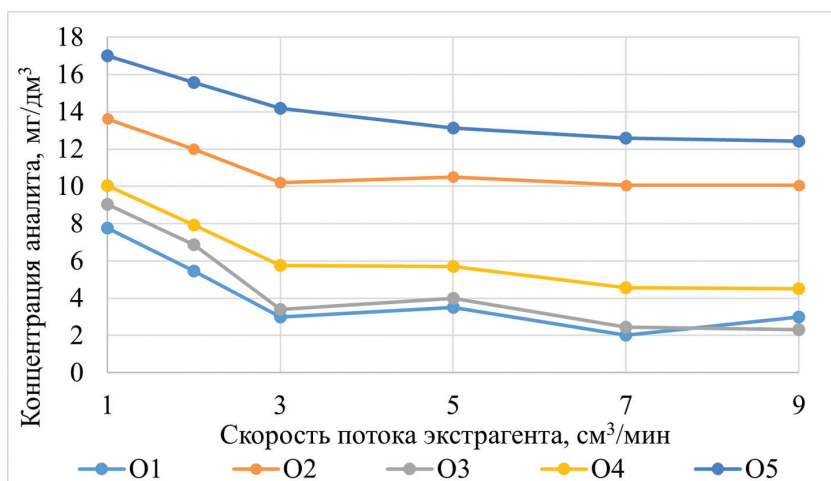


Рис. 2. Десорбция органорастворимых аналитов в обратной эмульсии в зависимости от скорости потока экстрагента

Выводы. Разработан способ изготовления ХДС на основе монолитной полимерной композиционной матрицы и нанодисперсного адсорбента с нанесенным на него органорастворимым аналитом, проведена эксплуатация изготовленных образцов в режиме статической и динамической экстракции, разработана методика определения органорастворимых аналитов в обратных эмульсиях, а также установлено, что изготовленные монолитные полимерные композиционные ХДС позволяют создавать растворы с постоянной концентрацией органорастворимого аналита в обратных эмульсиях в статическом и динамическом режиме эксплуатации.

Ключевые слова: градуировочные смеси; статические методы; динамические методы; хромато-десорбционные системы; полимеры; композиционные материалы; нефтяная эмульсия; индикаторные исследования.

Список литературы

1. Семенко Н.Г., Панова В.И., Лахов В.М. Стандартные образцы в системе обеспечения единства измерений. Москва: Изд-во стандартов, 1990. 157 с.
2. McKinley J., Majors R.E. The preparation of Calibration Standards for Volatile Organic Compounds — A Question of Traceability // LC-GC Europe. 2000. Vol. 13. P. 892.
3. Виттенберг А.Г. Равновесная модель в описании процессов газовой экстракции и парофазного анализа // Журнал аналитической химии. 2003. Т. 58, № 1. С. 6.

Сведения об авторах:

Александр Сергеевич Брыксин — студент, группа 4201-040401D, кафедра физической химии и хроматографии; Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева, Самара, Россия. E-mail: a.bryksin@planimaoil.ru

Игорь Артемьевич Платонов — научный руководитель, доктор технических наук, профессор; заведующий кафедрой химии, декан физического факультета; Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева, Самара, Россия

Радик Ахсянович Минахметов — кандидат химических наук, доцент кафедры химии; Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева, Самара, Россия. E-mail: pia@ssau.ru