

Изучение возможности получения постоянных концентраций органорастворимых аналитов в органических средах в процессе эксплуатации монолитных хромато-десорбционных систем

А.С. Брыксин, И.А. Платонов

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

Обоснование. На современном этапе развития аналитической химии решается несколько важных задач, одна из которых — усовершенствование существующих методов и средств приготовления газовых и жидких смесей известного состава, а также создание принципиально новых способов получения стандартных образцов. В работе представлены результаты аналитического пути решения этой задачи — разработка и исследование монолитных хромато-десорбционных систем (МХДС), с использованием которых представляется возможным получать растворы органических растворителей с известным содержанием целевого вещества статическим и динамическим способами.

Цель — сравнительная оценка работы МХДС в жидких органических средах при различных температурных и барометрических условиях в статическом режиме экстракции.

Методы. Хромато-десорбционные системы (ХДС) изучаются в Самарском университете более 20 лет. За это время опубликовано большое количество патентов, научных статей, научных работ, выполнено множество грантовых работ.

Хромато-десорбционный способ получения газовых смесей основан на равновесном насыщении летучими органическими соединениями потока инертного газа при его прохождении через трубчатую проточную систему, заполненную сорбентом с нанесенной на него летучей жидкостью, которая содержит известное количество целевых веществ.

Сегодня особенно актуальна проблема создания жидких сред известного состава [1] и для ее решения на основе принципов и закономерностей хромато-десорбционного способа получения газовых смесей были разработаны МХДС, состоящие из полимерной монолитной матрицы и адсорбента, на который сорбировали аналит. Монолиты представляют собой разделительную среду, состоящую из непрерывного, единого блока вещества, изготовленного с помощью полимеризации, перенос вещества в котором происходит за счет конвективного потока внутри пор полимерной матрицы [2].

В качестве аналитов использовались органические кислоты (тетра-, пента- и гексадекановая), в качестве адсорбента нанодисперсный диоксид кремния, а в качестве материала матрицы двухкомпонентная эпоксидная смола.

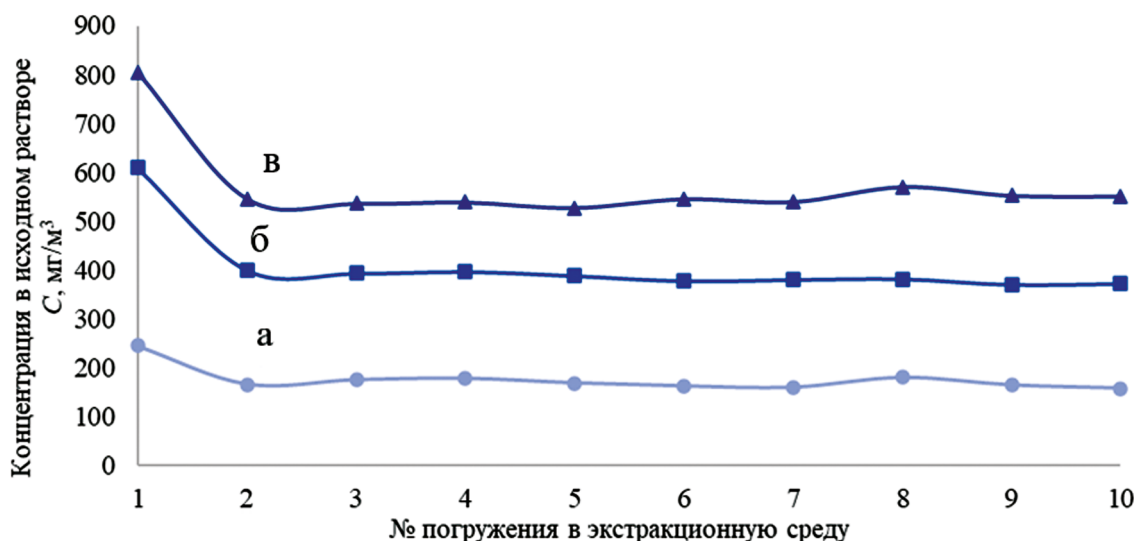


Рис. 1. Зависимость концентрации тетрадекановой кислоты в *n*-октане от цикла статической экстракции при температурах 25 (а), 50(б) и 80 °C (в)

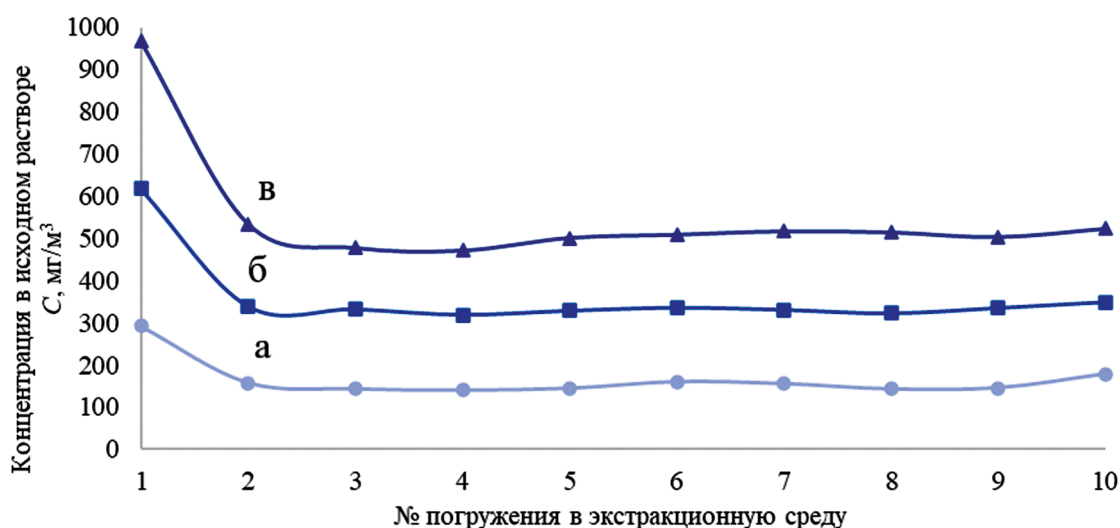


Рис. 2. Зависимость концентрации пентадекановой кислоты в *n*-октане от цикла статической экстракции при температурах 25 (а), 50 (б) и 80 °C (в)

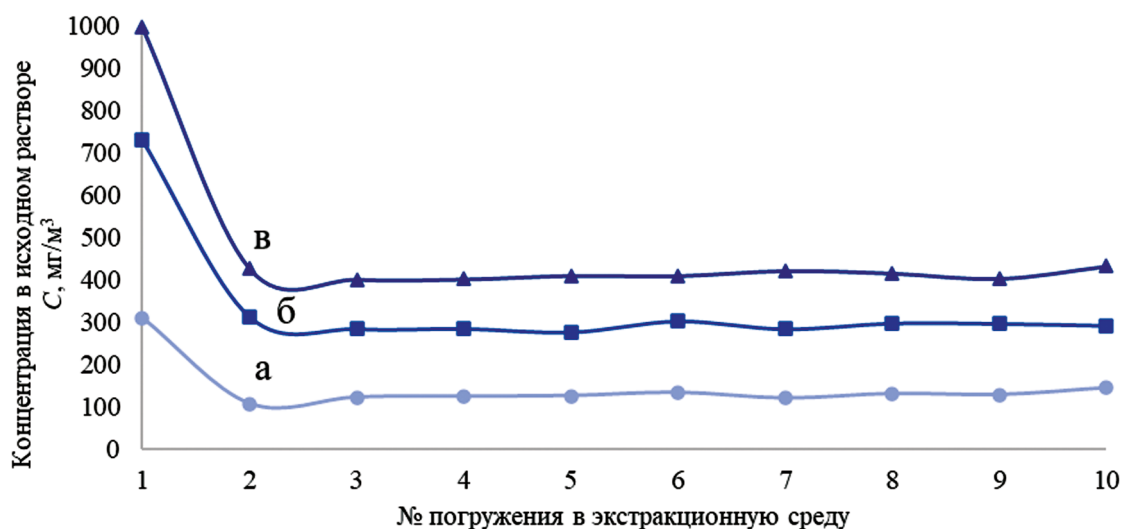


Рис. 3. Зависимость концентрации гексадекановой кислоты в *n*-октане от цикла статической экстракции при температурах 25 (а), 50 (б) и 80 °C (в)

Для оценки возможности применения изготовленных экспериментальных образцов в качестве инструмента для создания постоянных концентрация аналита было проведено 10 циклов экстракции в статическом режиме, который заключался в помещении исследуемой МХДС на 24 ч в *n*-октан в объеме 100 см³ (с обновлением растворителя после каждого погружения) при 25, 50 и 80 °C.

Результаты. На рис. 1–3 представлены результаты анализа образцов *n*-октана, полученные в режиме статической экстракции при температурах 25, 50 и 80 °C соответственно. Из представленных данных видно, что после первой статической экстракции наблюдается значительное снижение концентраций аналита в экстрагенте, что можно объяснить десорбцией слабозакрепленного аналита с поверхности изготовленных МХДС.

Все исследуемые в рамках этого эксперимента образцы, начиная со второго и всех последующих погружений в экстракционную среду, производят десорбцию аналитов в близких количествах.

При сопоставлении результатов экспериментов, полученных при исследовании МХДС при температурах 25 и 50 °C, 25 и 80 °C, наблюдается увеличение содержания аналитов в экстрактах более чем в 2 и 3 раза соответственно.

Выводы. В работе проведена сравнительная оценка степени извлечения органорастворимых аналитов из МХДС при различных температурах в статическом режиме экстракции. Установлено, что увеличение температуры статической экстракции одновременно повышает содержание целевых компонентов в растворах

и уменьшает длительность получения квазистационарных концентраций в *n*-октане за счет более быстрого высвобождения анализируемых компонентов из МХДС. Погрешность концентраций в полученных растворах не превышает 10 %.

В результате проведенного эксперимента был сделан вывод о том, что использование монолитных ХДС, состоящих из эпоксидной смолы и нанодисперсного адсорбента с нанесенными аналитами, позволяют получать растворы *n*-октана с известным содержанием высших жирных кислот в режиме статической экстракции при 25, 50 и 80 °С.

Ключевые слова: газовая хроматография; градуировочные смеси; статические методы; монолитные хромато-десорбционные системы; полимеры; органические растворители; эпоксидные смолы.

Список литературы

1. Platonov I.A., Rodinkov O.V., Gorbacheva A.V., et al. Methods and devices for the preparation of standard gas mixtures // J Anal Chem. 2018. Vol. 73, No. 2. P. 109–127. DOI: 10.1134/S1061934818020090.
2. Svec F. Monolithic columns: A historical overview // Electrophoresis. 2017. Vol. 38, No. 22–23. P. 2810–2820. DOI: 10.1002/elps.201700181

Сведения об авторах:

Александр Сергеевич Брыксин — аспирант, группа А1_01.04.02, кафедра химии; Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева, Самара, Россия. E-mail: 79376442669@yandex.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. E-mail: pia@ssau.ru