

Сравнительная оценка высвобождения органорастворимых аналитов из монолитных хромато-десорбционных систем в динамическом режиме экстракции

А.С. Брыксин

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

Обоснование. На сегодняшний день в нефтегазовой отрасли, особенно при мониторинге работы скважин, все большее значение приобретают индикаторные методы, основанные на введении и последующем определении маркерных веществ. Для этого необходимы надежные и воспроизводимые средства высвобождения индикаторов — такие, из которых целевое вещество может контролируемо высвобождаться, что обеспечивает достоверность расчетов при интерпретации результатов мониторинга.

Одним из перспективных решений данной задачи является использование монолитных хромато-десорбционных систем (МХДС) — твердофазных систем, из которых анализируемое вещество может контролируемо высвобождаться в процессе экстракции [1].

Цель — изучение влияния типа монолитной матрицы на интенсивность высвобождения органорастворимых аналитов из МХДС.

Методы. Объектом исследования являлись МХДС, полученные методом полимеризации эпоксидной и полиэфирной смолы. В качестве аналитов использовались жирные кислоты (ЖК) — тетра-, пента- и гексакановая. Они предварительно наносились на нанодисперсный диоксид кремния, а затем добавлялись к жидкому полимеру. Готовое изделие представляет собой полимерный стержень.

На кафедре химии Самарского университета была спроектирована и изготовлена экстракционная установка, позволяющая проводить экстракцию аналитов из МХДС.

Экстракция проводилась в динамическом режиме — экстрагент подавался из сосуда с помощью насоса высокого давления в термостатируемый экстрактор. Аналиты элюируются потоком подвижной фазы в сосуд для приема экстракта. В качестве экстрагента использовался *n*-октан. Скорость потока подвижной фазы — 3 см³/мин, температура экстракции 25, 50 и 75 °С. Давление 100–110 атм. Объем аликвоты 100 см³. Общий объем пропущенного экстрагента 1000 см³.

Результаты. На рис. 1 представлен сводный график зависимости содержания пентадекановой кислоты в *n*-октане от цикла динамической экстракции при температуре 50 °С при исследовании систем на основе эпоксидной (1) полиэфирной (2) смолы. Анализ графика зависимости позволяет заключить, что полиэфирные матрицы обеспечивают существенно более высокую концентрацию аналита в экстрактах.

Отвержденные эпоксидные смолы формируют жесткую пространственную структуру, через которую трудно проникнуть молекулам экстрагента. Это затрудняет проникновение молекул экстрагента внутрь структуры, ограничивает набухание и вымывание полимера. В результате эффективность экстракции снижается.

Полиэфирные смолы, за счет присутствия в них такого разбавителя, как стирол, имеют неполярные фрагменты. При длительном контакте молекулы экстрагента диффундируют внутрь полимера, вызывают набухание и ослабляют межмолекулярные взаимодействия, что приводит к увеличению интенсивности экстракции.

Сравнив общее количество пентадекановой кислоты, выделившейся в результате экспериментов (рис. 2), видно, что из эпоксидной смолы выделилось незначительное количество аналита — менее 0,5 %, а из полиэфирной — от 2 до 6,5 %. Однако срок стабильной работы полиэфирных систем становится существенно короче. Аналогичная картина наблюдается для остальных исследуемых ЖК.

Выводы. Полученные экспериментальные данные подтверждают применимость МХДС для получения жидких сред с контролируемым содержанием аналита в условиях динамической экстракции. Установлено

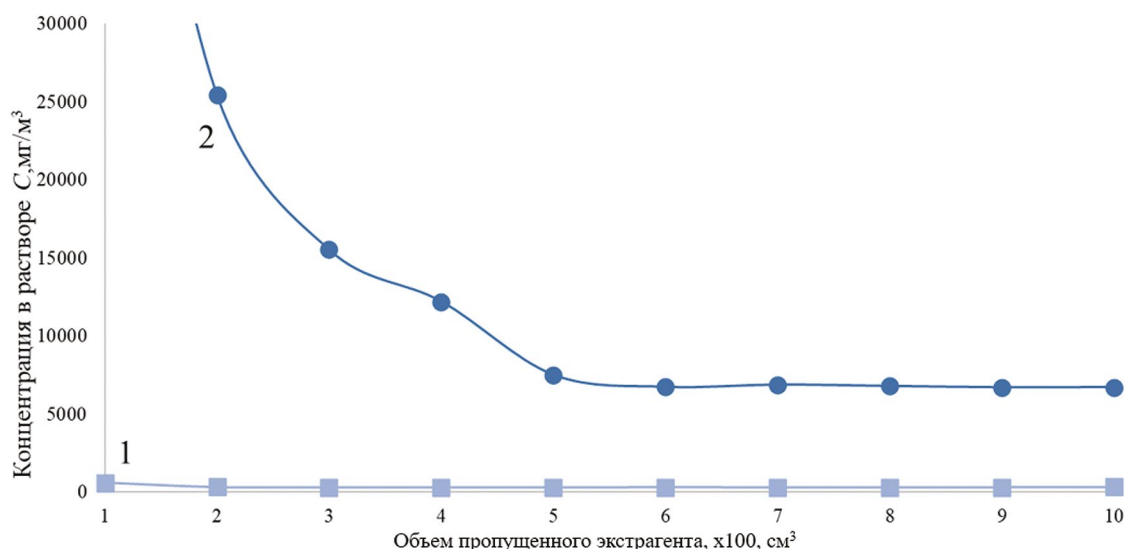


Рис. 1. Зависимость концентрации пентадекановой кислоты в н-октане от цикла динамической экстракции при температуре 50 °С при исследовании систем на основе эпоксидной (1) полиэфирной (2) смолы

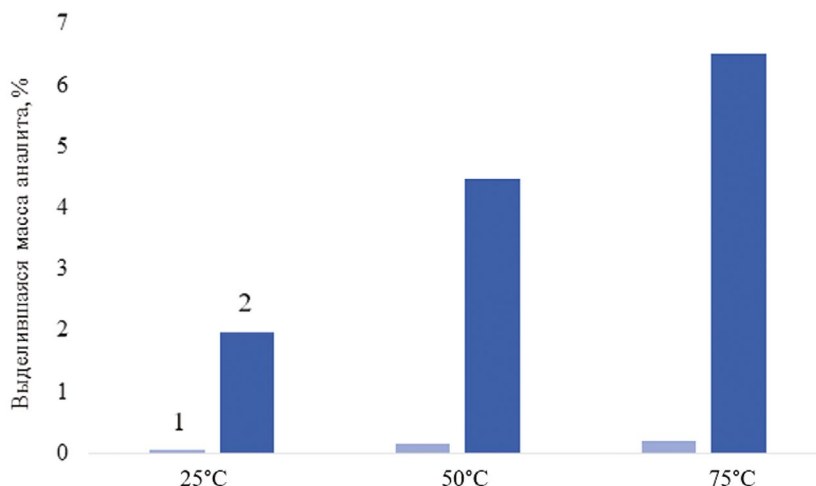


Рис. 2. Выделявшаяся масса пентадекановой кислоты в процессе динамической экстракции из систем на основе эпоксидной (1) и полиэфирной (2) смолы при 25, 50 и 75 °С

влияние температуры и типа монолитной матрицы на интенсивность высвобождения аналитов: системы на основе эпоксидной смолы обеспечивают медленное и стабильное высвобождение, в то время как полиэфирные — ускоренное и более интенсивное. Постоянство получаемых концентраций органорастворимых аналитов для МХДС на основе эпоксидной смолы наступает при прохождении через образцы 200 см³ экстрагента, а для систем на основе полиэфирной смолы — при прохождении 500–600 см³ экстрагента.

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

Список литературы

1. Платонов И.А., Колесниченко И.Н., Брыксин А.С., и др. Получение стандартных газовых и жидких сред хромато-десорбционным способом // Сорбционные и хроматографические процессы. 2024. Т. 24, № 6. С. 858–884. doi: 10.17308/sorpchrom.2024.24/12565 EDN: FVFQKY

Сведения об авторе:

Александр Сергеевич Брыксин — аспирант, группа АЗ_01.04.02, кафедра химии; Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева, Самара, Россия. E-mail: 79376442669@yandex.ru

Сведения о научном руководителе:

Игорь Артемьевич Платонов — 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