

Термостабильность полимерной неподвижной фазы для газовой хроматографии на основе поли(3,3-бис(триметилсилил)трициклонена-7)

Выполнила:

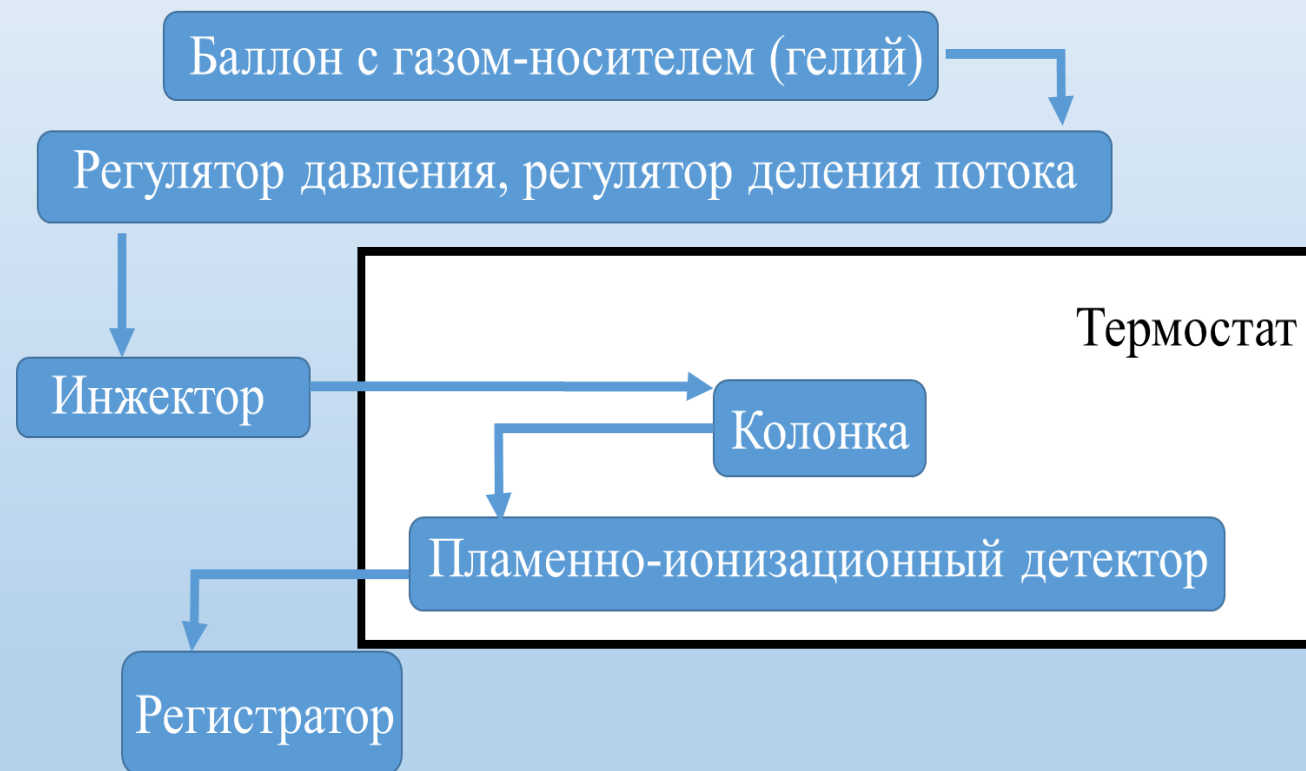
ученица СУНЦ им. А. Н. Колмогорова
Рязанова Евгения Борисовна

Научный руководитель:

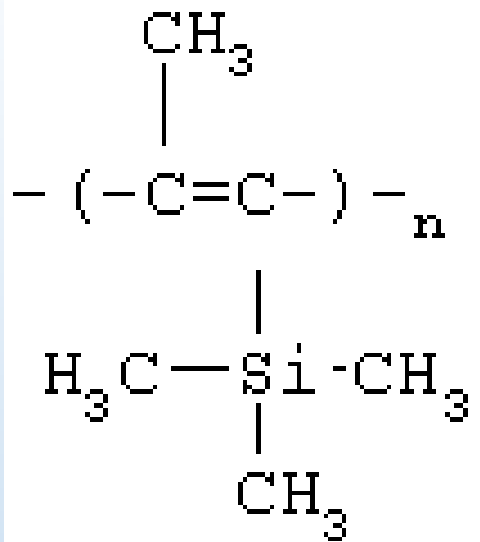
с.н.с. лаб. хроматографии ИНХС РАН
к.х.н. Канатьева Анастасия Юрьевна

Актуальность

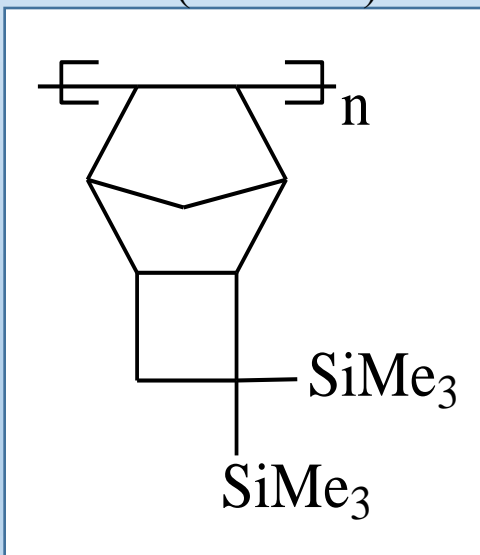
- Газохроматографический анализ при высоких температурах представляет собой одну из актуальных задач современной аналитической химии, и оценка термостабильности новых неподвижных фаз является обязательным этапом при описании нового сорбента.



Принципиальная схема устройства газового хроматографа



Политриметилпропин
(ПТМСП)



Поли(3,3-бис(триметилсилил)трициклонен-7)

ПТМСП-пористый полимер, газопроницаемый, высокоселективный. Склонен к потере газопроницаемости при высоких температурах.

Поли(3,3-бис(триметилсилил)трициклонен-7)-полимер, обладающий свойствами, похожими на ПТМСП с точки зрения ГХ.

Гипотеза:

поли(3,3-бис(триметилсилил)трициклонен-7) может служить неподвижной фазой для газовой хроматографии благодаря его пористой структуре

Цель работы:

Изучение термостабильности полимерной неподвижной фазы для газовой хроматографии на основе поли(3,3-бис(триметилсилил)трициклонена-7) и сравнение его с неподвижной фазой на основе ПТМСП.

Задачи:

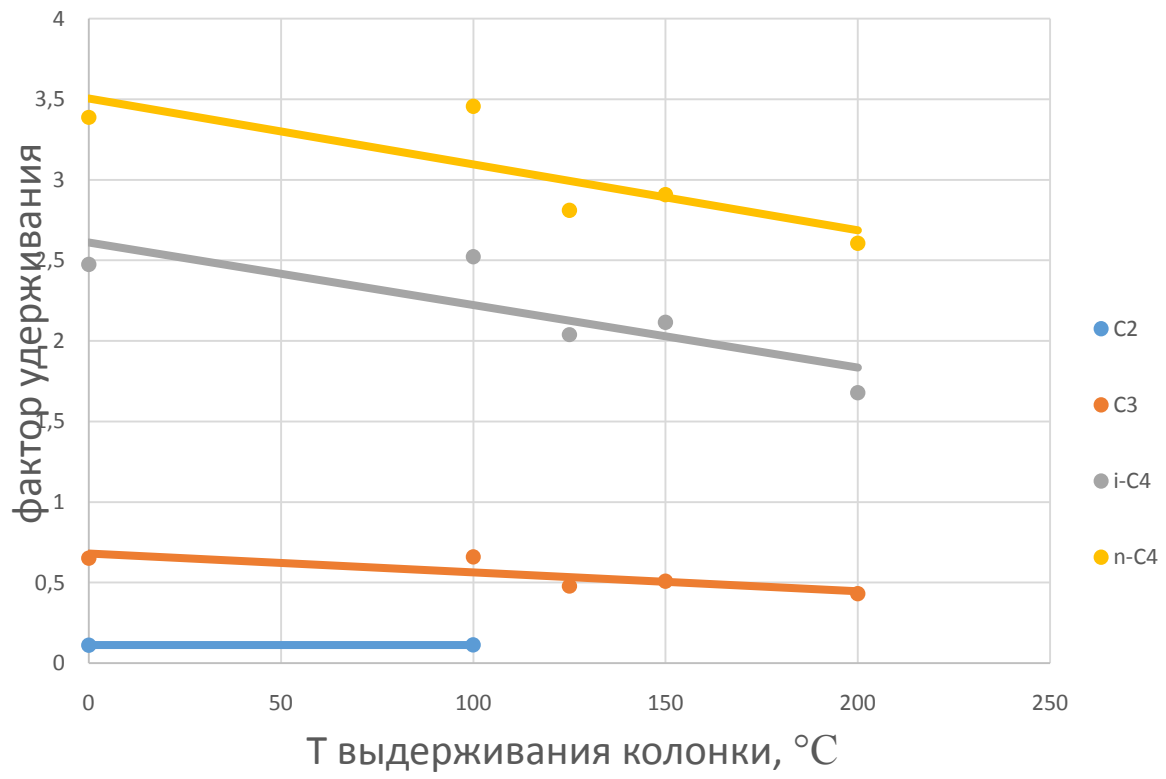
- Оценить хроматографические свойства колонки – селективность, эффективность, термодинамические характеристики сорбции легких углеводородов - при использовании поли(3,3-бис(триметилсилил)трициклонена-7) в качестве неподвижной фазы.
- Выдержать полученную колонку при повышенных температурах: от 100⁰С до потери колонкой разделяющих свойств или до 300⁰С (максимальная рабочая температура термостата колонок хроматографа), если свойства сорбента сохраняются в достаточной для разделения мере.
- Оценить хроматографические свойства колонки после прогрева, определить статистическую значимость различий в свойствах до и после прогрева.

Методика

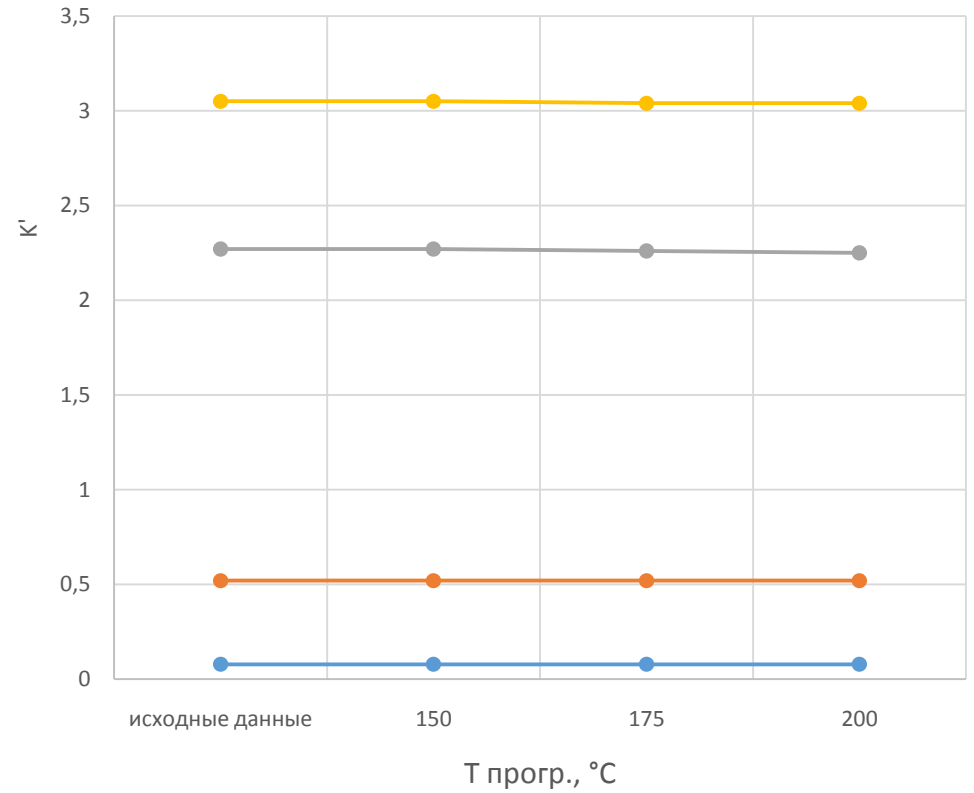


- Газохроматографический анализ времени удерживания углеводородов пробы C1-C4 с использованием программного обеспечения GC Solution(Shimadzu)
- Оценка параметров колонки: эффективности, селективности и фактора удерживания после прогревов при повышенных температурах
- Построение графиков зависимости значений параметров колонки от температуры прогрева
- Анализ статистики и сравнение данных для ПТМСП и исследуемого полимера.

Результаты

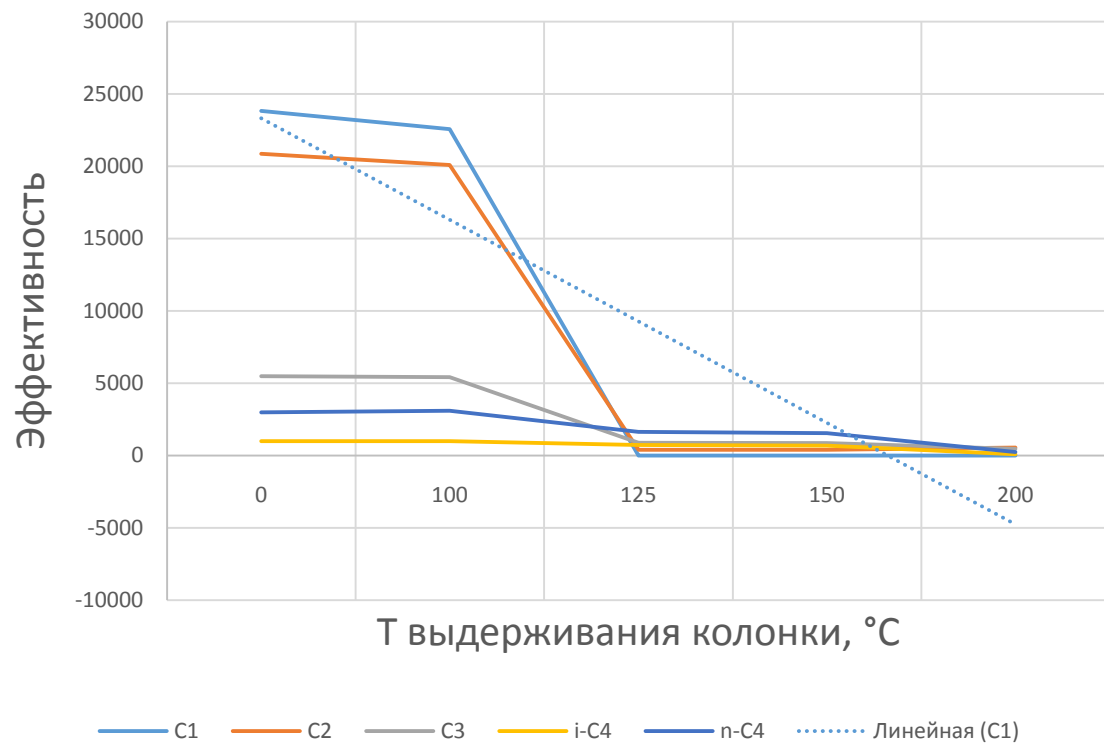


Зависимость фактора удерживания от температуры выдерживания колонки для колонки с неподвижной фазой- поли(3,3-бис(триметилсилил)трициклоненом-7)

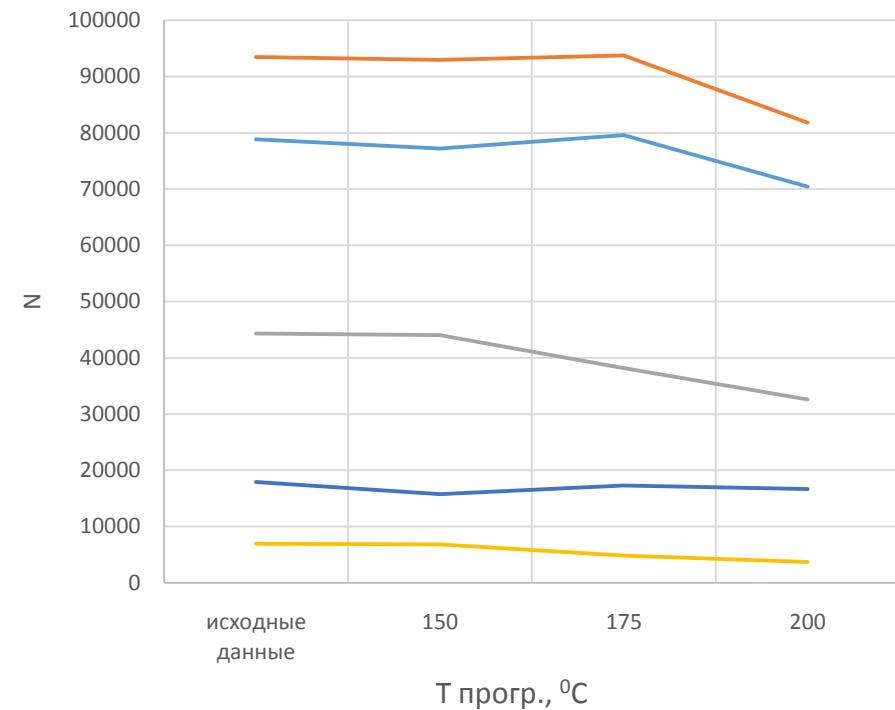


Зависимость фактора удерживания от температуры выдерживания колонки для колонки с неподвижной фазой- ПТМСП

Результаты

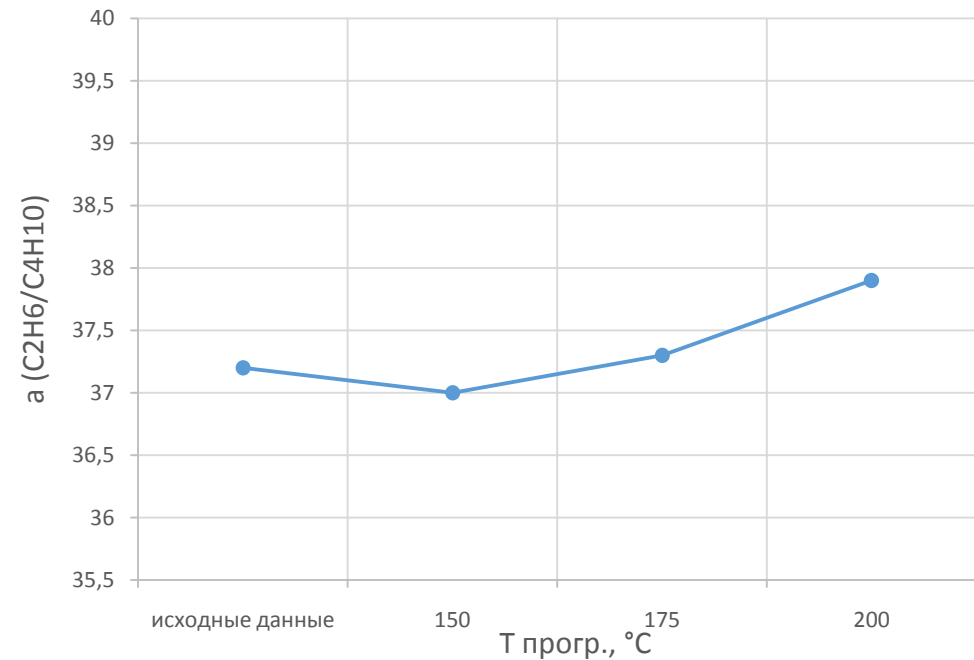
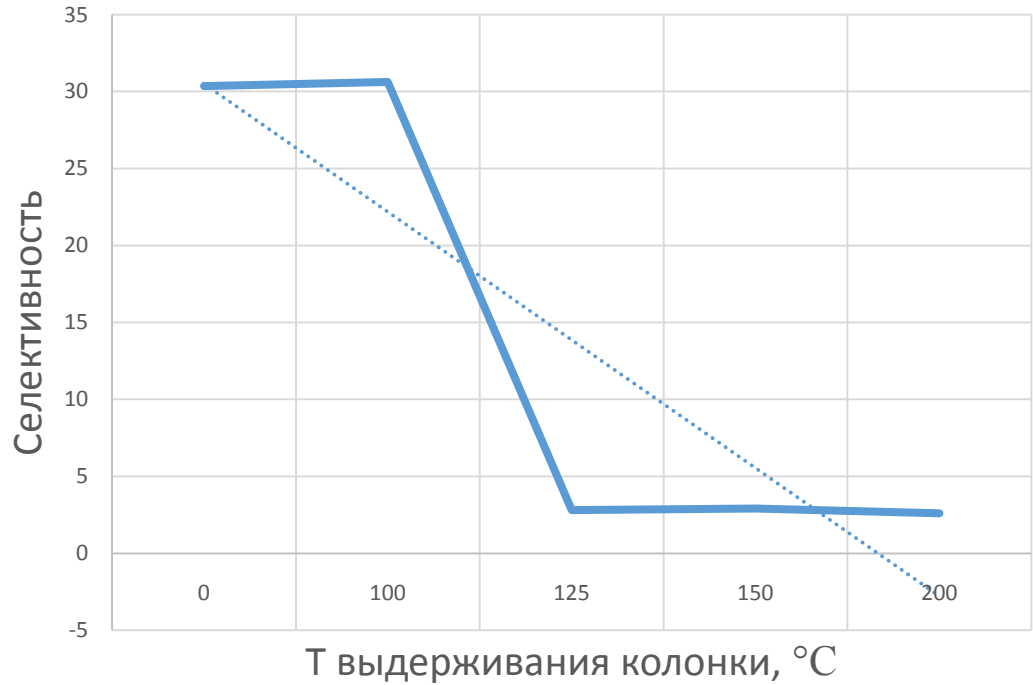


Зависимость эффективности колонки от температуры выдерживания колонки для колонки с неподвижной фазой-поли(3,3-бис(триметилсилил)трициклоненом-7)



Зависимость эффективности колонки от температуры выдерживания колонки для колонки с неподвижной фазой-ПТМСП

Результаты



Зависимость селективности колонки от температуры выдерживания колонки для колонки с неподвижной фазой-поли(3,3-бис(триметилсилил)трициклоненом-7)

Зависимость селективности от температуры выдерживания колонки для колонки с неподвижной фазой- ПТМСП

Выводы

- Поли(3,3-бис(триметилсилил)трициклонен-7) проявляет невысокую термическую стабильность;
- Он теряет свою эффективность и разделительную способность уже при 125°C;
- При нагреве до повышенных температур он теряет свободный объем, что говорит об уменьшении газопроницаемости полимера;
- Не исследованный ранее поли(3,3-бис(триметилсилил)трициклонен-7) в качестве неподвижной фазы для газовой хроматографии не может выступать аналогом или заменой ПТМСП в качестве неподвижной фазы;
- Однако полимер может использоваться при анализе легких газов.