

УДК 631.84.416.8

Д. С. ГАЙБАКЯН, Х. М. ХАНАМИРЯН, К. О. КАЗАРЯН

ГАЗО-ЖИДКОСТНЫЙ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ СПОСОБ РАЗДЕЛЕНИЯ СМЕСИ ОДНОАТОМНЫХ СПИРТОВ (C_7-C_9) И ИХ КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ

Разработан способ хроматографического разделения и количественного определения компонентов смеси девяти одноатомных алифатических спиртов для учебных целей согласно программе курса "Методы хроматографического анализа" для химических факультетов университетов.

Анализ проводился на хроматографе ЛХМ-72 с пламенно-ионизационным детектором и программированием температуры. Уточнены условия и режим хроматографирования. Продолжительность анализа 25 мин. Величина пробы 1 мкл.

Методы газовой хроматографии широко применяются для аналитического контроля технологических процессов [1], контроля охраны окружающей среды [2-5], для автоматизации различных процессов и препаративного получения труднодоступных соединений разделением их из смесей [6] или для их тонкой очистки.

Смесь первичных алифатических спиртов C_7-C_9 составляет основу сивушных масел спиртового брожения. Они образуются в результате вызываемого дрожжами распада белковых веществ сырья, подвергающегося брожению. Изоамиловый спирт, также называемый амиловым спиртом брожения, является причиной запаха и вредности этого сырца и вместе с оптически активным амиловым спиртом входит в число главных компонентов сивушных масел. В сивушных маслах содержится также небольшое количество н-пропилового и других алифатических спиртов.

Значительные количества изоамилового и оптически активного амилового и н-пропилового спиртов получают из сивушных масел. Эти компоненты нашли применение для получения амилацетата.

Все простые алифатические спирты C_7-C_9 являются растворителями. Из C_7-C_9 получают соответствующие альдегиды, кетоны, хлорорганические соединения, а из C_7-C_9 – сложные эфиры, которые применяются в качестве пластификаторов.

Существующие методы анализа указанных спиртов трудоемки и громоздки. Цель настоящей работы разработать способ определения смеси одноатомных спиртов, позволяющий выполнить анализ материала с большей точностью без сложной его предварительной подготовки и с высокой ско-

ростью, соответствующей учебной программе курса "Методы хроматографического анализа".

Предварительные опыты проводились по четырем следующим направлениям. Это –

- а) выбор жидкой фазы и твердого носителя;
- б) уточнение режима хроматографирования;
- в) установление качественного состава – идентификация спиртов;
- г) построение калибровочных графиков для количественного определения каждого компонента.

При выборе неподвижной жидкой фазы (НЖФ) были учтены температуры кипения первого члена гомологического ряда – метанола (64,6 °C) и последнего члена н-нонанола (212 °C при 760 мм). Такая большая их разница стала причиной применения программирования температуры термостата хроматографической колонки и подбора НЖФ с особенно низким давлением пара и хорошей термической устойчивостью. Из большого числа соединений, применяемых в качестве НЖФ, подходящими оказались апиезон L, карбовакс 20 M, полиэтиленгликольадипат и полиэтиленгликольсебацинат, а в качестве твердого носителя – легко доступный диатомитовый кирпич ИНЗ-600.

Испытание указанных четырех НЖФ показало, что на колонках с набивками с апиезоном L и карбоваксом 20M первые члены гомологического ряда (метанол и этанол) не разделяются, их пики сливаются. Удовлетворительные результаты разделения смеси спиртов C₇-C₉ получаются на колонке длиной 2 M, внутренним диаметром 4 MM, которая заполнена диатомитовым кирпичом ИНЗ-600, покрытым смесью полиэтиленгликольадипата и полиэтиленгликольсебацината 10 и 5 % соответственно от массы ИНЗ-600.

Идентификация каждого компонента смеси согласно времени удерживания и их пределы обнаружения (ПО) приводятся в виде таблицы.

Название спирта	Температура кип., °C	Время удерживания, с	ПО · 10 ⁸ , г
метанол	64,6	147	0,2
этанол	78,4	192	0,3
н-пропанол	79,2	355	0,3
н-бутанол	117,5	555	0,4
н-амиловый спирт	138,0	736	0,1
н-гексанол	157,2	894	0,1
н-гептанол	174,0	1035	0,1
н-октанол	195,0	1167	0,2
н-нонанола	212,0	1290	0,3

Из таблицы видно, что время удерживания для каждого члена гомологического ряда одноатомных спиртов зависит от температуры его кипения.

В курс "Методы хроматографического анализа" можно включить следующие практические работы по газо-жидкостной хроматографии:

- 1) идентификацию отдельных компонентов смеси названных спиртов,
- 2) количественный анализ смеси этих спиртов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Хзаян Г. С., Ханамирян Х. М., Оганесян И. И. – Арм. хим. ж., 1981, т. 34, № 9, с. 798.
2. Ottenstein D. M., Bartley D. A. – Anal. Chem., 1971, № 7, s. 952.
3. Yaworski M., Stavecsek T., Bobinski I. – Chem. Anal. (PRL), 1966, № 11, s. 685.
4. Хвостикова А. А., Резников С. А., Сидоров Р. И. и др. – ЖАХ, 1975, № 5, с. 1001.
5. Гижларян М. С., Аветисян Д. П., Арутюнова М. С. – Гигиена и санитария, 1976, № 1, с. 64.
6. Мельников А. А., Айвазов В. В. – ЖАХ, 1973, т. 28, № 4, с. 791.

Դ. Ս. ԳԱՅԲԱԿՅԱՆ, Խ. Մ. ԽԱՆԱՄԻՐՅԱՆ, Կ. Ն. ԴԱԶԱՐՅԱՆ

ՄԻԱՏՈՄ ՍՊԻՐՏՆԵՐԻ ԽԱՌՆՈՒՐՆԵՐԻ ԲԱԺԱՆՄԱՆ ԵՎ
ԲԱՂԱԴՐԻՉՆԵՐԻ ՔԱՆԱԿԱԿԱՆ ՈՐՈՇՄԱՆ ԳԱԶԱՎԵՐՈՒԿԱՅԻՆ
ՔՐՈՄԱՏՈԳՐԱՖԻԱԿԱՆ ԵՂԱՆԱԿ

Ամփոփում

Մշակվել է միատոմ ալիֆատիկ ինը սպիրտների (C_1-C_9) խառնուրդների բաժանման և առանձին բաղադրիչների քանակական որոշման գազա-հեղուկային քրոմատոգրաֆիական եղանակ համալսարանների քիմիական ֆակուլտետների «Քրոմատոգրաֆիական անալիզի մեթոդներ» առարկայի ուսումնական ծրագրի համապատասխան:

Անալիզը իրականացվել է ծրագրավորվող բոցա-իոնիզացիոն դետեկտորով LXM-72 մակնիշի քրոմատոգրաֆի կիրառմամբ: Ընտրվել են փորձի ճշգրիտ պայմաններն ու քրոմատոգրաֆման օպտիմալ ռեժիմը: Դճգրտված պայմաններում առանձին սպիրտների լվացման կորերի գագաթները չեն վերածածկվում, ուստի բաժանումը քանակական է: Անալիզի տևողությունը կազմում է 25 րոպե, նմուշի ծավալը՝ 1 մկլ:

D. S. GAIBAKIAN, KH. M. KHANAMIRIAN, K. O. GHAZARIAN

GAS - LIQUID CHROMATOGRAPHY METHOD FOR SEPARATION OF MONO-ATOMIC ALIPHATIC (C_1-C_9) ALCOHOLS' MIXTURE AND THEIR QUANTITATIVE ANALYSIS

Summary

A method for chromatographic separation and quantitative determination of mixture of nine aliphatic mono-atomic alcohols for educational purposes corresponding to the "Methods of chromatographic analysis" program for university chemical departments has been elaborated.

The analysis has been carried out on LXM-72 chromatograph with flameionization detector and temperature programming. The conditions and regime of chromatography process have been justified. Duration of analyses is 25 min. Volume of analysing sample is 1 mkl.