

Синтез, изучение и применение силикагеля, модифицированного лигносульфонатом натрия, в анализе реальных объектов

Михалюк А.Н., Прохорова А.Ф.

*Московский Государственный Университет им. М.В. Ломоносова, Москва,
Россия*

freund-for-me@mail.ru, alexapro@gmail.com

Гидрофильная хроматография - один из наиболее эффективных методов разделения высоко полярных соединений. Это вариант ВЭЖХ, в котором в роли неподвижной фазы выступает силикагель или полимерный сорбент, модифицированные гидрофильными соединениями. Природный полимер лигнин взаимодействует с органическими кислотами и повышает селективность их разделения в капиллярном электрофорезе. Нами получен и исследован сорбент для ВЭЖХ, представляющий собой силикагель, модифицированный лигносульфонатом натрия. Модифицирование силикагеля проводили последовательно, обрабатывая поверхность 6,10-иононом и лигносульфонатом натрия. Установлено, что сорбент обладает анионообменными свойствами. Хроматографические параметры сорбента исследованы на примере ряда карбоновых кислот: сорбиновая, бензойная, галловая, салициловая, никотиновая, ванилиновая, кофеиновая.

Изучено влияние концентрации и природы электролита, содержания органического модификатора и величины pH на время удерживания, эффективность колонки и селективность разделения модельных соединений. Проведено сравнение хроматографических параметров силикагеля, модифицированного 6,10-иононом (Сорбент-1) и силикагеля, модифицированного 6,10 - иононом и ЛСТ (Сорбент-2). Установлено, что увеличение концентрации электролита, содержания органического модификатора от 10 до 80 % и увеличение pH приводят к повышению эффективности колонки и уменьшению времени удерживания на Сорбенте-1. На Сорбенте-2 соединения удерживаются слабее, чем на Сорбенте-1, что сокращает время анализа. В случае Сорбента-2: зависимость эффективности колонки от концентрации электролита проходит через максимум. Отличие в порядке элюирования карбоновых кислот на сорбентах согласуется с изменением состава привитого слоя. Лучшее разделение компонентов на Сорбенте-2 достигнуто при элюировании их следующей подвижной фазой: (70:30) ацетонитрила - 5 мМ перхлорат натрия, pH 7,0. Получено разделение смеси: кофеина с карбоновыми кислотами: сорбиновой бензойной, ванилиновой, галловой, салициловой, синаповой, феруловой, п-кумаровой и кофеиновой за 30 мин.

На силикагеле, модифицированном 6,10-иононом и ЛСТ выполнено определение фенолкарбоновых кислот в минеральной воде "Архыз" и красном вине "Изабелла". Кислоты определяли методом внешнего стандарта. Линейный диапазон определяемых концентраций составил 5-100 мкг/мл. Уравнения градуировочных зависимостей для сорбиновой и бензойной кислот имеют вид $y=(0.4\pm0.1)x$, $(0.5\pm0.1)x$ - для ванилиновой, $y=(0.9\pm0.2)x$ - для галловой кислоты. Относительное стандартное отклонение не превышает 0.04. Правильность определения проверяли методом капиллярного электрофореза.