

ПРОТОЧНОЕ ФРАКЦИОНИРОВАНИЕ МИКРОЧАСТИЦ ВО ВРАЩАЮЩЕЙСЯ СПИРАЛЬНОЙ КОЛОНКЕ ПРИ НАРАБОТКЕ СОРБЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

Ермолин Михаил Сергеевич

Лаборатория концентрирования, аналитический отдел
mihail.ermolin@gmail.com

Синтез эффективных хроматографических сорбентов с узким распределением частиц по размеру является сложной задачей, поэтому в ряде случаев целесообразным представляется фракционирование полидисперсного синтезированного материала с выделением частиц необходимого размера. Проточное фракционирование макромолекул и твердых частиц в поперечном силовом поле (ПФП) находит широкое применение при решении различных исследовательских задач, но имеет ограничение, связанное с массой разделяемого образца, которая, как правило, не превышает 1 мг. Данный недостаток не позволяет применять традиционные методы ПФП для фракционирования весовых количеств образца. ПФП с использованием вращающихся спиральных колонок (ВСК) различного объема дает возможность снять это ограничение и выделять весовые фракции частиц узкого размерного диапазона при решении препаративных задач.

В настоящей работе показана возможность использования ВСК для выделения монодисперсной фракции частиц сорбента на основе полистирол-дивинилбензола (ПС-ДВБ) из полидисперсного образца. Фракционирование проводили в цилиндрических ВСК при постоянной скорости вращения центрифуги и ступенчатом увеличении скорости потока подвижной фазы (этанола). В работе использовались три ВСК объемом 15, 73 и 453 мл с внутренним диаметром капилляра 1.6, 1.6 и 4.0 мм, соответственно (рис. 1). Систематически изучены закономерности поведения полидисперсных образцов сорбента при различных рабочих и конструкционных параметрах ВСК на примере аналитической ВСК объемом 15 мл. Найдены условия выделения практически монодисперсной фракции частиц размером порядка 4.5 мкм. Помимо целевой фракции, также была выделена фракция, состоящая из частиц размером 1-2 мкм и остатков синтеза сорбента. Исходные образцы и выделенные фракции охарактеризованы методом сканирующей электронной микроскопии (рис. 2). Показано, что использование аналитической колонки объемом 15 мл позволяет фракционировать 100 мг сорбента на основе ПС-ДВБ с высоким выходом целевой фракции частиц заданного размера до 90% и более от массы образца. Масштабирование процесса фракционирования проводили в ВСК объемом 73 и 453 мл. Данные ВСК позволили фракционировать, соответственно, 0.5 и 3.0 г полидисперсного образца сорбента на основе ПС-ДВБ за один эксперимент с той же эффективностью, что и в аналитической ВСК объемом 15 мл. Фракционирование 3.0 г полидисперсного образца сорбента на основе ПС-ДВБ в ВСК объемом 453 мл занимает полтора часа.

Таким образом, было показано, что проточное фракционирование в поперечном силовом поле с использованием ВСК может быть эффективным методом для препаративного разделения (очистки) полидисперсных сорбционных материалов.



Рис. 1. Вращающиеся спиральные колонки: **А** – аналитическая ВСК объемом 15 мл; **Б** – полупрепаративная ВСК объемом 73 мл; **В** – препаративная ВСК объемом 453 мл.

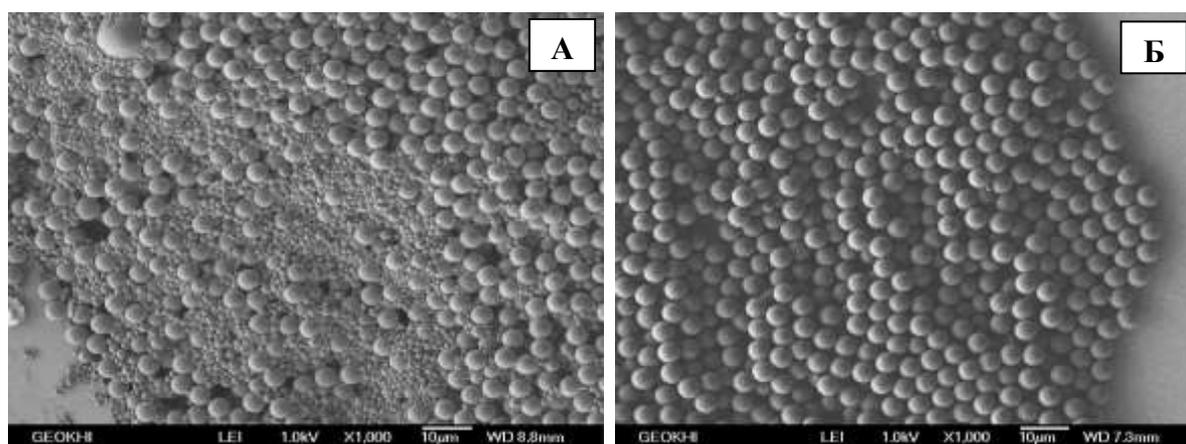


Рис. 2. Изучение образца сорбента на основе ПС-ДВБ до (**А**) и после (**Б**) фракционирования в ВСК.

Список основных публикаций за последние 3 года:

1. Fedotov P.S., Ermolin M.S., Karandashev V.K., Ladonin D.V. Characterization of elements associations to nano-, submicron, and micron particles of street dust using field-flow fractionation in a rotating coiled column. // *Talanta*. – 2014 (*в печати*).
2. Ермолин М.С., Федотов П.С., Катасонова О.Н., Спиваков Б.Я. Проточное фракционирование нано- и микрочастиц в поперечном поле центробежных сил с применением планетарных центрифуг. // *Химическая технология*. 2013. №1. С. 50.
3. Ermolin M.S., Fedotov P.S., Ignatova S.N., Hewitson P., Smirnov K.N., Shpigun O.A. Sedimentation FFF in a rotating coiled columns for the preparation (purification) of chromatographic materials. / The 17th International Symposium on Field- and Flow-based Separations. Salt Lake City, 2014.
4. Ermolin M.S., Fedotov P.S., Katasonova O.N., Spivakov B.Ya. Sedimentation field-flow fractionation using rotating coiled columns in the analysis of polydisperse particulate samples. // 5th EuCheMS Chemistry Congress. Istanbul, 2014.
5. Ermolin M.S., Ignatova S.N., Hewitson P., Smirnov K.N., Shpigun O.A., Fedotov P.S. Sedimentation Field-Flow Fractionation in Rotating Coiled Columns for the Purification of Chromatographic Materials. // 8th International Conference on Countercurrent Chromatography. Book of Abstracts. London, 2014. P32.
6. Fedotov P., Ermolin M., Katasonova O. Field-Flow Fractionation of Nano- and Microparticles in Rotating Coiled Columns. // 8th International Conference on Countercurrent Chromatography. Book of Abstracts. London, 2014. K3.
7. Ермолин М.С., Федотов П.С., Катасонова О.Н., Карандашев В.К., Ладонин Д.В. Фракционирование субмикро- и микрочастиц во вращающейся спиральной колонке для оценки распределения токсичных элементов в образцах городской пыли. // Второй съезд аналитиков России. Москва, 2013.
8. Shkinev V., Ermolin M., Fedotov P., Rudnev A., Bulychev N., Linnik V., Moreno G. Combination of Methods for the Fractionation, Investigation, and Analysis of Micro/Nano Particles in Volcanic Ash. / European Geosciences Union General Assembly. Vienna, 2013.
9. Ermolin M.S., Fedotov P.S., Katasonova O.N., Maryutina T.A. Sedimentation FFF of submicron and micron size particles in rotating coiled columns with different design parameters. / 16th International Symposium on Field- and Flow-based Separations. Book of abstracts. Pau, 2013. P. 82.
10. Fedotov P.S., Ermolin M.S., Karandashev V.K., Ladonin D.V. Characterization of elements associations in submicron and micron size fractions of dust samples using sedimentation FFF in a rotating coiled column. / 16th International Symposium on Field- and Flow-based Separations. Book of abstracts. Pau, 2013. P. 25.
11. Ermolin M.S., Fedotov P.S. Sedimentation field-flow fractionation of nano and microparticles using rotating coiled columns. // 12th International Conference on Flow analysis. Book of abstracts. Thessaloniki, 2012. P. 86.

ФИО: Ермолин Михаил Сергеевич.

Дата рождения: 20.03.1987.

Стаж работы в ГЕОХИ РАН: 5 лет.

Должность: научный сотрудник

Область научных интересов: методы проточного фракционирования частиц различной природы в поперечном силовом поле, вращающиеся спиральные колонки, анализ объектов окружающей среды, методы извлечения металлов из нефти.