

необходимым содержанием аналита, что в перспективе позволит полностью автоматизировать процесс калибровки аналитического оборудования.

УДК 543.544.3

ПЛАНАРНЫЙ МИКРОФЛЮИДНЫЙ ТЕРМОДЕСОРБЕР ДЛЯ ПОВЫШЕНИЯ ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТИ ПОРТАТИВНОГО ГАЗОВОГО ХРОМАТОГРАФА

Ледяев М. Е., Платонов И. А., Платонов В. И.

*Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования "Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева" (Самарский университет)
Московское шоссе, д. 34, г. Самара, 443086
m.e.ledyaev@mail.ru*

В настоящее время остро стоит вопрос по экологическому мониторингу окружающей среды в режиме реального времени с использованием портативных устройств для проведения быстрого и точного аналитического определения вредных веществ. Однако пределы обнаружения портативного оборудования уступают аналогичным аналитическим комплексам в лабораторном исполнении. В целях решения данной проблемы предложен планарный микрофлюидный термодесорбер (ПМТ) для повышения чувствительности портативного газового хроматографа.

В конструкции ПМТ используются микро электромеханические системы (МЭМС) и содержится два сорбционных патрона с системой поддержания температурных параметров. В качестве сорбционного патрона для сорбции и десорбции аналитов предложена планарная поликапиллярная газохроматографическая колонка, заполненная различными видами сорбента. Данная колонка, благодаря поликапиллярной структуре, позволяет эффективнее распределять газовые потоки. В качестве системы нагрева предложено использование элемента Пельтье. Данный подход позволил не только задавать и контролировать температуру десорбции, но и варьировать, поддерживать температуру сорбции, а также обеспечил возможность проводить сорбцию при отрицательных температурах. Также в ПМТ реализован газосепараторный блок, реализуемый системой клапанов, для обеспечения потока анализируемого газа и газа-носителя через ПМТ на разных этапах работы. Разработанный ПМТ позволяет в автоматическом режиме проводить процессы сорбции/десорбции с последующим вводом пробы в портативный газовый микрохроматограф.

Исследования проведены с применением портативного газового хроматографа «ПИА» с термохимическим детектором (чувствительность 5×10^{-9} г/см³) и колонкой, наполненной сорбентом Carborack В фракцией 0,16-0,18 мм. В качестве анализируемых газов использовалась смесь изо-пентана и пентана с начальными концентрациями 2,5 ppm и 2,2 ppm соответственно и ацетона с начальной концентрацией 32 ppm. Температура сорбции составляла -10°C ($\pm 0,3^{\circ}\text{C}$), а десорбции - $+85^{\circ}\text{C}$ ($\pm 1^{\circ}\text{C}$). Через сорбционный патрон пропусклся объем анализируемого газа равный 5 мл. Время одного цикла работы ПМТ занимает 24 минуты (без учета газохроматографического анализа), а при использовании двух сорбционных патронов в «противофазе» данное время сокращается до 12 минут. После чего происходил нагрев и отбор пробы в обратном направлении.

В результате проведенного газохроматографического анализа концентрация изо-пентана и пентана возросла до 117 ppm и 96 ppm соответственно, а ацетона – до 1504,5 ppm. Представленные данные позволяют утверждать, что средний коэффициент концентрирования при проведенных анализах составил 45,8.

Предложенный ПМТ позволяет повысить чувствительность портативного газового хроматографа, а также обеспечить автоматический циклический процесс мониторинга

воздушной среды при концентрировании с использованием отрицательных температур, что обеспечивает повышение точности и претизионности газохроматографического анализа.

УДК 544.723.2:543.544.3:546.65

**ИЗУЧЕНИЕ ВЛИЯНИЯ ПРИРОДЫ РЕДКОЗЕМЕЛЬНОГО МЕТАЛЛА НА
АДСОРБЦИОННЫЕ СВОЙСТВА МЕЗОПОРИСТОГО СИЛИКАГЕЛЯ,
ДОПИРОВАННОГО La, Ce, Tb, Dy И МОДИФИЦИРОВАННОГО НИКЕЛЕМ,
МЕТОДОМ ОБРАЩЕННОЙ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ**

Токранов Д.А., Токранов А.А., Токранова Е.О., Шафигулин Р.В., Буланова А.В.

¹Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П.

Королева, Самара,

tokreona@mail.ru

Разработка эффективных катализаторов гидрирования на основе мезопористых силикагелей является актуальной задачей нефтехимической промышленности. Введение редкоземельных металлов (РЗМ) в структуру силикагеля позволяет регулировать его текстурные характеристики, а также адсорбционные и каталитические свойства. В качестве металла-модификатора для катализаторов гидрирования широко используется никель, который наносится на поверхность носителя методом пропитки с последующим восстановлением. Целью работы являлось исследование влияния природы редкоземельного металла (лантана, церия, тербия, диспрозия) на адсорбционные свойства мезопористых силикагелей, модифицированных никелем, методом обращенной газовой хроматографии.

Методом темплатного синтеза получены образцы мезопористого силикагеля (МС), допированного La, Ce, Tb, Dy и модифицированного никелем (La-Ni/МС, Ce-Ni/МС, Tb-Ni/МС, Dy-Ni/МС). Структура и текстурные характеристики материалов изучены методами низкотемпературной адсорбции-десорбции азота, рентгенофазового анализа (РФА) и ИК-спектроскопии. Адсорбционные свойства исследованы методом обращенной газовой хроматографии.

Установлено, что природа РЗМ существенно влияет на текстурные характеристики синтезированных материалов. Наибольшую удельную поверхность имеет образец Ce/МС ($1213 \text{ м}^2/\text{г}$), что связано с наименьшим ионным потенциалом Ce^{3+} , способствующим сохранению упорядоченной мезопористой структуры. Для образцов с Tb и Dy наблюдается снижение удельной поверхности до 792 и $514 \text{ м}^2/\text{г}$ соответственно вследствие частичной деструкции силикатного каркаса. Модифицирование никелем приводит к уменьшению удельной поверхности всех образцов, наиболее выраженному для Dy-Ni/МС ($215 \text{ м}^2/\text{г}$) и Tb-Ni/МС ($281 \text{ м}^2/\text{г}$). По данным РФА, нанесенный никель находится в металлической форме с размером кристаллитов $28\text{--}33 \text{ нм}$, локализуясь преимущественно на внешней поверхности носителя.

Методом обращенной газовой хроматографии определены термодинамические параметры адсорбции ароматических углеводородов. Показано, что природа допанта (Dy, La, Tb, Ce) оказывает влияние на вклад энтальпийного и энтропийного факторов в кинетику гидрирования. Наибольшую каталитическую активность в гидрировании ароматических углеводородов проявляет Dy-Ni/МС ($k = 1,86 \text{ мин}^{-1}$ при 170°C , энергия активации 19 кДж/моль), что коррелирует с их высокой теплотой адсорбции на этом катализаторе.

Представленные результаты демонстрируют возможность целенаправленного регулирования текстурных, адсорбционных и каталитических свойств мезопористых силикагелей путем выбора природы редкоземельного металла-допанта, что открывает перспективы для создания эффективных никелевых катализаторов гидрирования ароматических углеводородов.

Исследование выполнено за счет средств государственного задания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации, шифр проекта FSSS-2026-0007