

ПОЛИМЕРНЫЕ МОНОЛИТНЫЕ ПОРИСТЫЕ НЕПОДВИЖНЫЕ ФАЗЫ В ТИТАНОВЫХ КОЛОНКАХ ДЛЯ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ВЭЖХ

Е.П.Нестеренко¹, П.Н.Нестеренко², Д.Коллинз¹, Ф.Лакруа³, Б.Полл²

¹Irish Separation Science Cluster, National Centre for Sensor Research, Dublin City University, Glasnevin, Dublin 9, Ireland.

²Australian Centre for Research on Separation Science, University of Tasmania, Hobart, Tasmania, Australia 7001

³Centre d'études supérieures d'ingénieurs, 297, Rue de Vaugirard-75015, Paris, France
Ekaterina.nesterenko@dcu.ie

Единственным методом получения полимерных монолитных пористых колонок является их синтез внутри капилляров. Кварцевые капилляры общим диаметром 0,36 мм получили наибольшее распространение ввиду их доступности, относительно невысокой стоимости и простоты закрепления неподвижной фазы (НФ) на внутренней поверхности колонки за счет предварительной силанизации. Однако, хрупкость кварцевых и стеклянных трубок с внутренним диаметром >0.4 мм ограничивает дальнейшее развитие и применение подобных НФ, способных работать при высоких давлениях в аналитической ВЭЖХ. В то же время, титановые трубки с полированной внутренней поверхностью различного диаметра производятся многими компаниями и могут являться альтернативой кварцевым капиллярам при изготовлении колонок для монолитных пористых НФ. Во-первых, они обладают высокой механической прочностью, а во вторых, внутренняя поверхность может быть легко окислена нагреванием до 500°C, а получающийся монослой оксида титана обеспечивает прочное связывание пористого монолитного полимера с внутренней поверхностью колонки. Кроме того, титан и диоксид являются био-совместимыми материалами, устойчивым при высоких температурах, совместимыми со всеми элюентами для ВЭЖХ.

В данной работе представлен новый метод закрепления полиметакрилатных пористых монолитов внутри титановых трубок с внутренним диаметром 0.8 мм и использования полученных хроматографических колонок для высокотемпературной ВЭЖХ при высоких давлениях. Для этого пористый монолит на основе сополимера бутилметакрилата и этилендиметакрилата синтезировали внутри титановой колонки с предварительно активированной внутренней поверхностью. Процесс активации поверхности титана включал ее окисление кислородом воздуха для получения монослоя оксида титана с последующей силанизацией 3-(триметоксисилилпропил)метакрилатом. Пористая монолитная НФ, полученная таким образом, прочно закреплялась на внутренней поверхности колонки обеспечивая более высокую устойчивость при высоких температуре и давлении.

Показано, что полученная хроматографическая колонка устойчива при температуре до 150°C и рабочем давлении до 28 МПа, благодаря равномерной, но плотной пористой структуре. Практическое применение данной колонки показано на примере разделения алкилбензолов и пестицидов в условиях ОФ ВЭЖХ. Рассчитанная эффективность колонки составила 59000 теор.т/м. Кроме того, показана возможность использования данной монолитной пористой колонки в условиях высокотемпературной хроматографии, что позволило сократить время анализа и примерно в 30 раз.