

КАЧЕСТВЕННЫЙ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ
СЛОЖНЫХ ПО СОСТАВУ ПРОДУКТОВ
ХИМИЧЕСКОЙ ПЕРЕРАБОТКИ ДРЕВЕСИНЫ

Для идентификации компонентов исследуемых смесей в газовой хроматографии используют различные методы, причем чаще других используют приемы, основанные на измерении и сопоставлении величин удерживания. Применение для этих целей неподвижных жидких фаз различной природы обеспечивает более высокую надежность определений.

При установлении принадлежности веществ к тому или иному гомологическому ряду на одном графике сопоставляют логарифмы величин удерживания (относительных или приведенных) интересующих соединений на жидких фазах различной природы. Зависимости логарифма параметров удерживания от свойств веществ, закономерно изменяющихся в пределах данного ряда (например, числа атомов углерода в молекуле веществ, температуры кипения, молекулярной массы и др.), также носят линейный характер и позволяют идентифицировать вещества в пределах гомологического ряда как химические индивидуумы [1].

В настоящей работе определены параметры удерживания и построены соответствующие графики для идентификации соединений, присутствующих в продуктах и полупродуктах химической переработки древесины: *n*-спиртов, их ацетатов, пропионатов, формиатов, изо-спиртов, альдегидов и кетонов жирного ряда и предельных алифатических кислот. Найдены также величины удерживания *n*-алканов, которые взяты в качестве стандартных веществ.

Относительные и приведенные величины удерживания соединений этих классов определяли при использовании в качестве неподвижных жидких фаз (НЖФ) полиэтиленгликоля (ПЭГ 1000) в количестве 15% от массы порохла 3 (0,16 – 0,25 мм) при 95, 110, 120 и 130°C; 15% силиконового масла ДС 200 от массы хромосорба W (100 – 140 меш) при 50, 60, 100 и 140°C и 5% полидиэтиленгликольсукцината (ПДЭГС) от массы порохла 3 (0,16 – 0,25 мм) при 80, 120 и 160°C.

Большинство компонентов, входящих в состав продуктов химической переработки древесины, разделяются на выбранных НЖФ при соответствующих режимах.

Работу проводили на хроматографе марки "Цвет-4" с пламенно-ионизационным детектором на набивных стальных колонках длиной 2,0 м и диаметром 3,0 и 4,0 мм.

Для определения групповой принадлежности компонентов построены графики зависимости логарифма величин удерживания ($\lg VУ$) на полярной фазе от $\lg VУ$ на неполярной фазе. Полученные графики имеют прямолинейную форму для всех изученных классов соединений при различных условиях проведения газожидкостной хроматографии (ГЖХ) и могут быть использованы для определения группового состава компонентов исследуемых смесей. Для идентификации соединений в пределах определенных гомологических рядов построены графики зависимости $\lg VУ$ от числа атомов углерода в молекулах исследуемых веществ.

На рис. 1 и 2 приведены в качестве примеров графики зависимости

$$\text{и } \lg t_{\text{отн}}(\text{ПЭГ}) = f(\lg t_{\text{отн}}(\text{ДС}))$$

$$\lg t_{\text{отн}}(\text{ПЭГ}) = f(n),$$

где $t_{\text{отн}}$ — относительное время удерживания на полярной (ПЭГ 1000) и неполярной (ДС 200) фазах; n — число углеродных атомов в молекулах исследуемых соединений.

Линейная форма полученных графиков позволяет использовать их при идентификации компонентов исследуемых смесей, а также приближенного определения физических констант исследуемых соединений.

Близки к линейным зависимости $\lg(\lg VУ) = f(n \frac{20}{D})$ и $\lg(\lg VУ) = f(d \frac{20}{4})$, которые также можно использовать при качественном анализе смесей.

Графический метод идентификации компонентов применен при изучении качественного состава полупродуктов гидролизно-дрожжевого производства, пробы которых отобраны на Бобруйском гидролизном заводе.

Исследования проводили при тех же условиях, которые использовались при построении соответствующих графических зависимостей. Предварительное концентрирование летучих компонентов осуществлялось путем отбора проб из паровой фазы после установления динамического равновесия при 85°C [2].

С помощью графического метода удалось произвести расшифровку хроматограмм технических продуктов с идентификацией большинства летучих примесей.

Хроматограммы, приведенные на рис. 3, иллюстрируют качественный состав легколетучих примесей в техническом гид-

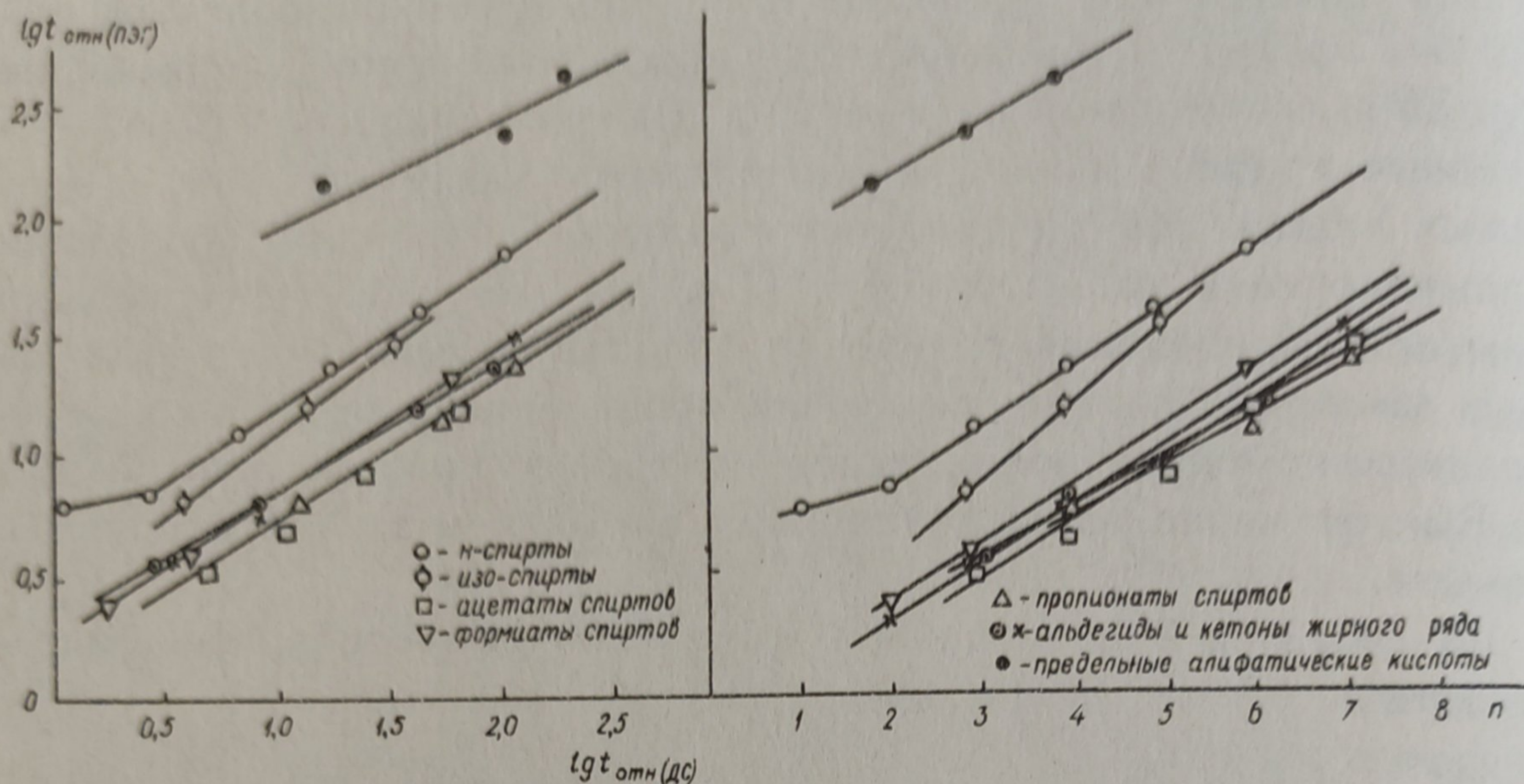


Рис. 1. Относительные величины удерживания соединений различных классов. Анализ на колонках (2м х 3,0мм) с 15% ПЭГ 1000 на порохроме 3 (0,16--0,25 мм.) при $120^{\circ}C$, расход N_2 27 мл/мин и с 15 % ДС 200 на хромосорбе W (100-140 меш) при $60^{\circ}C$, N_2 -- 20 мл/мин.

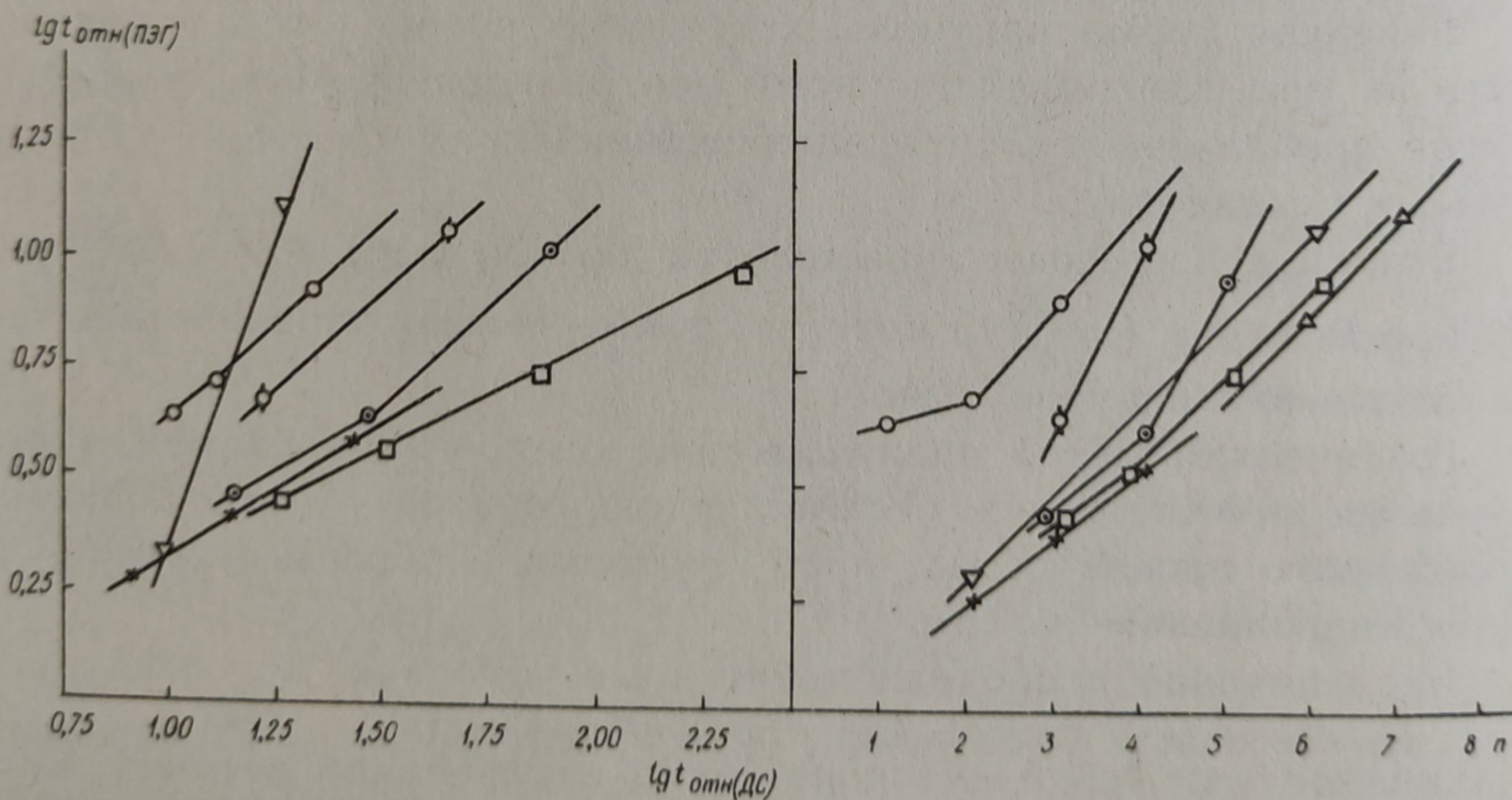


Рис. 2. Относительные величины удерживания соединений различных классов. Анализ на колонке (2м х 4,0 мм) с 15% ПЭГ 1000 на порохроме 3(0,16--0,25 мм) при $95^{\circ}C$, расход N_2 24 мл/мин и на колонке (2 м х 3,0 мм) с 15% ДС 200 на хромосорбе W(100--140 меш) при $50^{\circ}C$, N_2 -- 20 мл/мин.

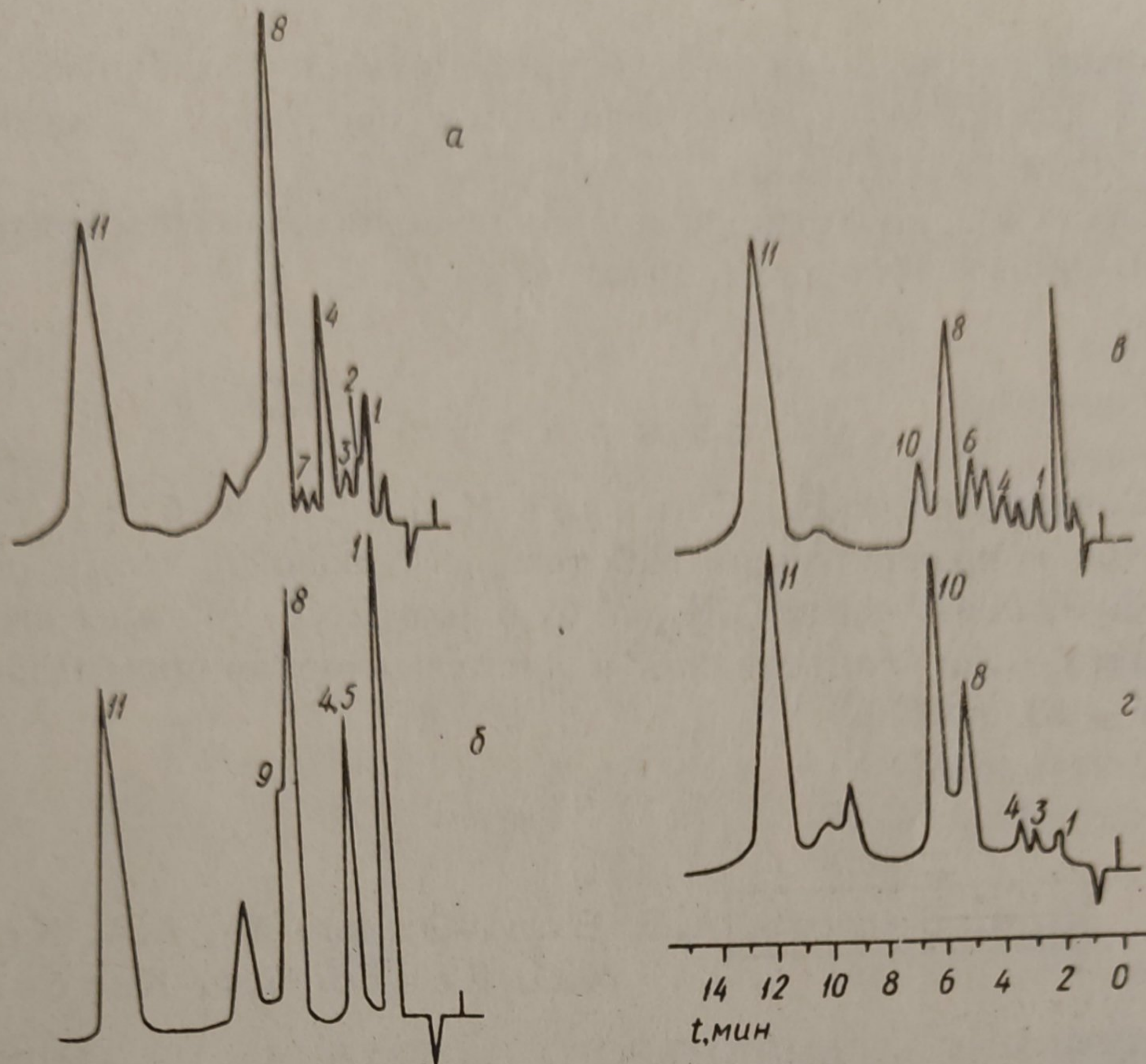


Рис. 3. Качественный состав летучих компонентов полупродуктов гидролизно-дрожжевого производства:

а--гидролизат; б--конденсат паров самоиспарения гидролизата; в--последрождевая бражка; г--общезаводской сток; 1--уксусный альдегид; 2--метилформиат; 3--пропионовый альдегид; 4--ацетон; 5--метилацетат; 6--этилацетат; 7--масляный альдегид; 8--метанол, метилэтилкетон; 9--изо-пропанол; 10--этанол; 11--Н-бутилацетат (внутренний стандарт).

ролизате, конденсате паров самоиспарения гидролизата, после-дрожжевой бражке и общезаводском стоке.

В ы в о д ы

1. Определены относительные и приведенные величины удерживания соединений различных классов и построены графичес-

кие зависимости, позволяющие проводить качественную идентификацию компонентов, содержащихся в продуктах химической переработки древесины.

2. Проведен качественный анализ водных полупродуктов гидролизно-дрожжевого производства.

Л и т е р а т у р а

1. Столяров Б.В., Савинов И.М., Витенберг А.Г. Руководство к практическим работам по газовой хроматографии. Л., 1973.
2. Холькин Ю.И., Морозов Е.Ф., Межевич Г.В., Савиных А.Г. "Гидролизная и лесохимическая промышленность", № 3, 11 - 13 (1971).