



**Original Article: DETERMINAZIONE DEL ALIFATICI ALCOLI C₁-C₅ QUARZO
CRYSTAL METHOD MICROBALANCE**

Citation

Kotchetova Zh.Yu., Kutchmenko T.A., Bazarski O.V. Determinazione del alifatici alcoli C₁-C₅ Quarzo Crystal Method microbalance. *Italian Science Review*. 2014; 7(16). PP. 60-65.
Available at URL: <http://www.ias-journal.org/archive/2014/july/Kotchetova.pdf>

Authors

Zh.Yu. Kotchetova, Military Educational and Scientific Center, Russia.
T.A. Kutchmenko, Voronezh State University of Engineering Technology, Russia.
Bazarski O.V., Voronezh State University, Russia.

Submitted: June 24, 2014; Accepted: July 10, 2014; Published: July 11, 2014

Le condizioni di assorbimento di alcoli alifatici C₁-C₅ sul film sensibili - elettrodi rivestiti piezoelettrico risonatore. Come un tradizionale assorbenti cromatografiche gas utilizzati reagenti sensibili fase immobilizzati nella matrice polimerica e materiali naturali. Il peso ottimale sensibile elettrodi rivestimento piezo risonatore; sensibilità calcolata di alcoli-micro pesatura; valutato le adsorbenti selettività studiate rispetto agli alcoli.

Parole chiave: alcoli alifatici, di assorbimento, piezoelettrici analizzatore di cristallo di quarzo, determinazione separata.

I settori prioritari includono lo sviluppo di dispositivi mobili di costo analisi dei gas per la determinazione rapida di singoli componenti o gruppi di composti correlati a miscele di gas a più componenti complessi. Attratto l'attenzione degli scienziati di creare altamente sensibile ($10^{-9} \div 10^{-12}$ g/cm²) dispositivi che funzionano basato su quarzo microbalance misura.

Elementi sensibili a tali dispositivi sono risonatori piezoelettrici (SRP), che convertono il segnale analitico risultante dall'interazione del campione di prova con un film sugli elettrodi del risonatore del

sorbente nel segnale fisico. Frequenza di oscillazione (F, Hz) [1] Natura sottile pellicola assorbente determina la sensibilità, precisione microbilan, la cinetica dei processi di assorbimento-desorbimento.

Il problema principale per l'applicazione dell'analisi SRP di miscele di gas multicomponente - elettrodi basse rivestimento della pellicola selettività. Rimane quindi un compito urgente di sviluppare sensori con proprietà di assorbimento selettivo ai singoli composti chimici. Come oggetti di analisi selezionati volatili alifatici alcoli C₁ - C₅. Esse sono contenute delle emissioni di gas industrie petrolchimiche, gomme di sintesi imprese, vernici e pitture, materie plastiche, esteri, solventi, plastificanti.

Obiettivo - la creazione di sensori altamente selettivi in relazione alla C₁ alifatici di alcoli C₅; alcoli Ottimizzazione di assorbimento lucidi: Assorbenti cromatografiche tradizionali (polietilene glicole-2000 (PEG 2000), polietilene succinato, adipato e sebacate (PEDANE, e PEGSb PEHA), Triton X-100 (TX-100), polistirene (PS)) [2]; fase mista cromatografica (sottostazione dinonil ftalato (DNP + PS), 4 aminoantipirina con

SS (4-AAP + PS)) [2]; modificatori naturali elettrodi SRP composizione chimica complessa ape colla (PC) e cera (MF)) [3].

Con lo sviluppo di un funzionamento affidabile dei sensori, oltre alla elevata sensibilità, selettività a singoli alcoli e tempo di risposta minimo di SRP, sono di fondamentale importanza i seguenti parametri: tempo di funzionamento stabile di sensori; piccola deriva della linea di base; semplici condizioni di rigenerazione film sorbenti durante la serie di test.

Setup sperimentale per la definizione di componenti legkoletu-chih statici compone di tre parti funzionali: le miscele di gas del modello del generatore; Toccare il dispositivo statico con il campione di ingresso iniettore; sistema rivelatore rigenerazione dinamico (Figura 1).

Il generatore è utilizzato per la simulazione rapida e accurata di miscele di gas. La temperatura è stata monitorata con un termometro in un omogeneizzatore ($\pm 0,5$ °C). Concentrazione di alcool nella miscela di gas modello calcolati dall'equazione Mendeleev-Clapeyron [4].

Toccare il dispositivo statico è costituito da un rivelatore termostato di una presa per l'introduzione del campione iniettabile, auto-oscillazione circuito di pilotaggio frequenza quarzo e l'unità di calcolo di produzione e lavorazione. Rivelatore rigenerazione dinamica dopo aver analizzato il gas campione è sostituendo gas rivelatore valvola rimovibile condurre tubo collegato al gas di trasporto pompa. Preriscaldato (per accelerare il processo di rigenerazione) e aria purificata laboratorio è stato alimentato il rivelatore in modalità sulla linea 30 - 60. Sistema di rigenerazione è stata monitorata mediante analisi del segnale piezoelettrico risonatore - rigenerazione assorbente dati. Aria di scarico che passa attraverso le uscite filtra in atmosfera. Per verificare la correttezza dei risultati è stata effettuata test su un gascromatografo (MHP, secondo GOST 30536-97).

Parametro importante che riguarda i risultati sostanze microbilance - peso di

modifica. Modificatori peso ottimale trovati sperimentalmente per criteri assorbente massima sensibilità agli alcoli presso l'errore di misura più basso.

Elettrodi modificati applicazione uniforme SRP di micro-siringa soluzioni assorbenti seguita da evaporazione statica di solvente ad una temperatura di 45 ± 5 °C. Peso modificatore è stata calcolata dall'equazione Zauerbrea [1]:

$$\Delta F = -K_f \cdot m_{ni}$$

dove ΔF - segnale analitico, vale a dire cambiando la frequenza di oscillazione depositando quarzo piezoelettrico sorbente Hz; K_f - costante di calibrazione; MPL - peso modificatore, ug.

Sull'esempio di rilevamento di vapore saturo di etanolo mostra un cambiamento regolare in risposta sensori piezoelettrici con film sottili di diversa natura degli assorbenti nell'intervallo massa 5 - 30 mg (Figura 2).

Quando $m_{pl} > 25$ microgrammi segnale analitico diminuisce a causa della diminuzione del modificatore volumi coinvolti in assorbimento e smorzamento del risonatore negli strati pre-elettrodi del sorbente. Quando $m_{pl} < 10$ mg rilevamento di errore aumenta, e ridotto la "vita" del sensore a causa della perdita di peso significativa modificatore causa di un uso ripetuto.

Modificatori peso ottimale studiati con rilevamento di alcol è 15 - 20 mg. In questa analisi segnale-micro peso massimo quando l'errore relativo di $S_r < 3\%$. Le eccezioni sono sensibili e instabili DNP pellicola e 4-AAP. Modificatori instabilità elettrodi porta ad una grande deriva del segnale di zero (> 80 Hz), e definizioni di errore ($> 10\%$), che elimina la possibilità di un uso ripetuto di piezo-sensore.

Per aumentare la stabilità del film DNP e 4-AAP usato miscele assorbenti shannye. Come componente di tali modificatori usato pellicole polimeriche stabili o PS PV ("vita" a 3200 cicli di assorbimento-desorbimento) e instabile pellicola sensibile DNF o 4 AARP nel rapporto 1: 3 [3].

Immobilizzazione di DNP e 4-AAP in materiale polimerico non riduce significativamente la sensibilità di assorbimento, questo aumenta la vita dei sensori, definizioni di errore ridotte in 2 - 3 volte.

Per valutare la selettività degli assorbenti indagati calcolato alcoli sensibilità microbilancia (Tabella 1). Il modificatore selettività (A) è stata valutata utilizzando uno standard interno:

$$A = S_i / S_{\max}$$

dove S_i e S_{\max} - sensibilità modificatore all'alcol i-esima e la sensibilità massima ($\text{Hz} \cdot \text{dm}^3$)/mol). Modifier ritengono etilico selettiva se $A \leq 0,2$.

Si è stabilito che tutti i adsorbenti studiati, sono pellicola selettiva PEHA di alcool isopropilico, PC - a n.butilovomu. In una miscela di gas multicomponente di alcoli alifatici possono anche essere una definizione totale di pentanol e isopentanol lucidi PEG-2000 e picchetti; pentanol e isopentanol su una pellicola mista di 4-AAP + PS. Altri sistemi non sono adatti per la determinazione selettiva di alcoli di film a causa della bassa selettività degli assorbenti.

Per risolvere i problemi di analisi quantitativa utilizzando SRP è importante per determinare la regione gusto lineare - concentrazioni di funzionamento delle analiti in cui vi è una dipendenza lineare del segnale analitico del sensore della concentrazione dell'analita. Informazioni primarie su questa importante caratteristica può essere ottenuta analizzando l'isoterma di assorbimento. Isotherme di assorbimento di isopropilico e n. butil alcoli in un intervallo di concentrazione ($0,1-1,5 \text{ g/m}^3$) su selettiva rivestimento della pellicola SRP (Figura 3). Alcoli Vedi isoterme di assorbimento studiati simile monotona crescente curva della assorbimento di gas descritti teoria multistrato adsorbimento (BET), che indica la formazione dello strato polymolecular. Il primo strato è formato sotto l'influenza di forze di van der Waals fra le alcoli e l'assorbente (Figura 3 -

regione I), le seguenti - per condensazione di molecole di alcool nei pori del sorbente e alcoli monostrato (Figura 3 - Regione II).

L'effetto del rapporto dei componenti nella miscela di gas di alcoli alifatici sulla precisione della determinazione selettiva di isopropanolo e n-butanolo. Concentrazione n.butilovogo e alcool isopropilico erano costanti e erano $0,5 \text{ g/m}^3$. Verificare la correttezza dei risultati ottenuti dal "put-found" (Tabella 2). E 'pacifico che, senza separazione preliminare dei isopropilico e n. alcoli butilici in miscela con altri alcoli alifatici possono essere determinate con alta precisione, quando il loro contenuto $\geq 50\%$ in peso. Quando il contenuto di n-butanolo di 10 - 25% in peso. errore di misura è di circa 13-26%, il che è accettabile per esprimere definizioni.

La rigenerazione forzata dei sensori è 20 - 40. Rigenerazione spontanea (all'aperto nella cella a $t = 21 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$) Sensore assume 1,5-2,5 min. Sensore "Lifetime" basata PEHA è 500-550 cicli di assorbimento-desorbimento; PC-based - non meno di 2500 cicli. Una significativa riduzione del peso del rivestimento della pellicola ($\Delta M_{PL} \geq 2$ microgrammi) effetto sulla riduzione sue proprietà selettive e la sensibilità microbalance migliora alcoli di rilevamento degli errori.

Così, sviluppato piezo-sensori basati su PC e PEHA per la determinazione selettiva di n. isopropanolo e butanolo, in miscela con altri alcoli alifatici in concentrazioni pari ad almeno il 25% in peso.; determinare il totale alcoli pentile lucidi PEG-2000 e PEGSb; butil - su un film misto con 4-AAP PS. Sensibilità Calcolato Assorbenti dieci film di diversa natura in relazione ai alcoli alifatici, il loro set di pesi ottimale. Le condizioni di assorbimento di alcoli rigenerazione rivestimenti a film, sensori piezo prestazioni valutati. Metodo proposto per la determinazione alcool in miscele di gas non richiede preventiva preparazione del campione, separazione e concentrazione, attrezzature costose e unità supplementari. Dispositivo di misurazione

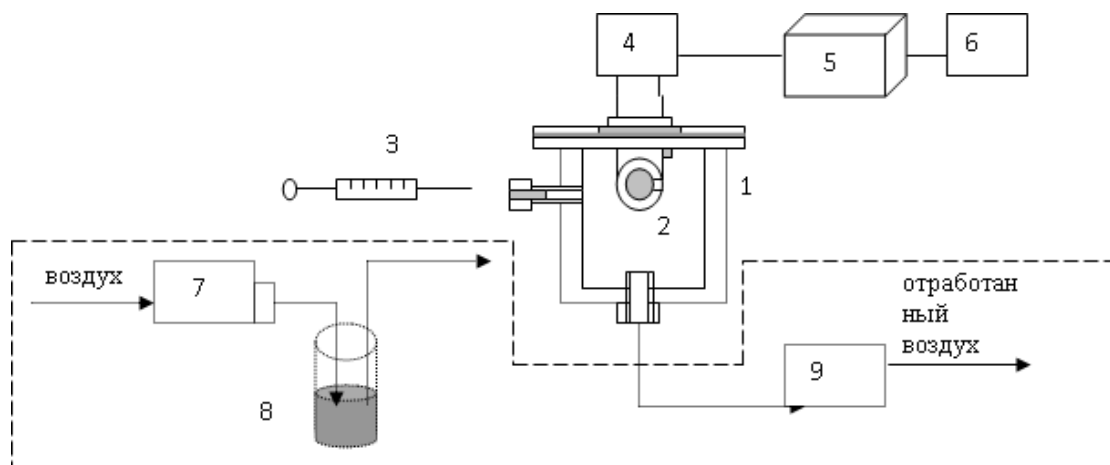
basato su SRP mobile, opere in miniatura di alimentazione e la batteria.

References:

1. Kuchmenko T.A. 2009. Innovative solutions in analytical control: uch. allowance. 252 p.
2. Petsev N., Korsev N. 1987. Reference gas chromatography. p.264.

3. Kochetova Zh.Yu. 2002. Determination of volatile organic compounds and mixtures thereof in the gas phase using resonators based on synthetic and natural, and mixed polymers diss.
4. Stromberg A.G., Semchenko D.P. 2009. Physical chemistry. 527p.

Figura 1 - Schema del setup sperimentale



1 - rivelatore 2 - risonatore piezoelettrico 3 - siringa, 4 - generatore di auto-oscillazioni di quarzo, 5 - frequenza, 6 - unità computer 7 - alimentazione della pompa gas carrier, 8 - sistema di essiccazione del gas vettore, 9 - filtro

Figura 2 - La dipendenza di un analitico assorbimento segnale vapore saturo etanolo da pellicole sensibili massa-di PC (1), TX-100 (2) PEG-2000 (3), MF (4), pioli (5) SS (6)

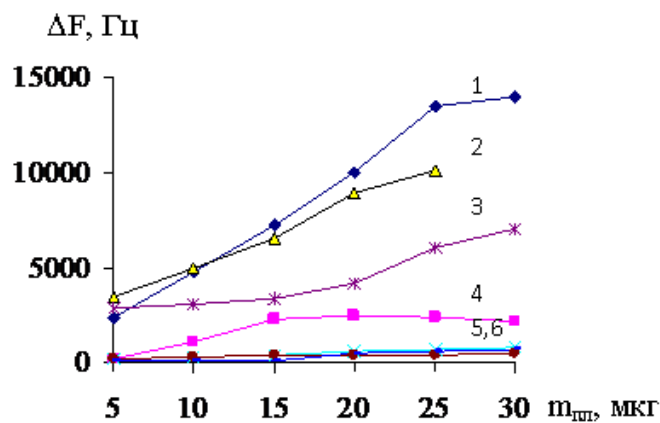


Tabella 1

Sensibilità ($S, (\text{dm}^3 \cdot \text{Hz})/\text{mol}$) polimero
modificatori sintetici e naturali per alcoli C_1-C_5

Sorbent alcol	PEG-2000	PEGS _b	PEGS	PEHA	TX-100	MF	PC	OND + PS	PS	4-AAP + PS
metile	0,03	0,02	0,01	0,01	0,03	0,01	0,02	0,02	0,01	0,22
etilico	0,03	0,02	0,01	0,02	0,06	0,02	0,07	0,01	0,01	0,06
isopropyl	0,13	0,15	0,09	0,22	0,03	0,06	0,11	0,02	0,01	0,12
n. butile	0,22	0,26	0,03	0,05	0,50	0,01	0,78	0,50	0,01	0,86
isobutyl	0,20	0,09	0,07	0,06	0,42	0,02	0,09	0,18	0,01	0,77
pentile	0,49	0,22	0,20	0,10	0,55	0,07	0,11	0,58	0,04	0,21
isopentile	0,45	0,18	0,14	0,08	0,24	0,08	0,14	0,56	0,02	0,12

Figura 3 - Le isoterme di assorbimento n.butilovogo (1) e isopropilico (2) alcoli su film PC, rispettivamente e PEHA

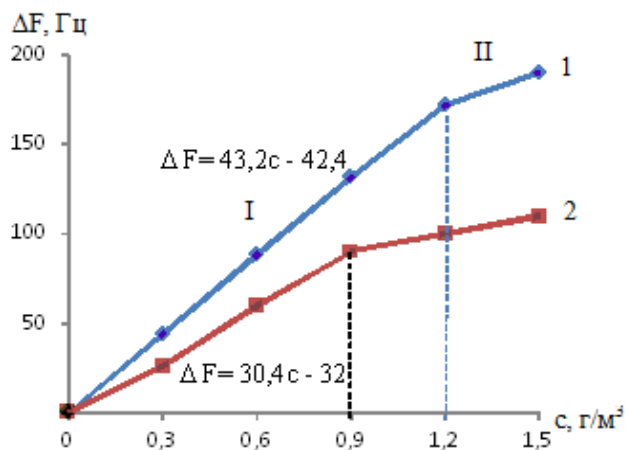


Tabella 2

Effetto del n. butil alcool nella miscela con alcoli alifatici per correggere le definizioni

Il contenuto alcolico,% in peso.	autorizzazione, g/m ³	fondare g/m ³	S _r , %
10	0,50	0,72±0,29	26
25		0,61±0,12	13
50		0,56±0,06	7,1
75		0,52±0,03	4,0
90		0,51±0,02	1,5
99		0,51±0,01	1,4