**Способ регенерации хроматографических стержней Chromarods-S5 для анализа группового углеводородного состава методом ТСХ-ПИД**

***Панюкова Д.И., Савонина Е.Ю.***

*Аспирант, 4 курс аспирантуры*

*Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского Российской Академии Наук (ГЕОХИ РАН), Москва, Россия*

*E–mail:* *daria.paniukova@gmail.com*

Тонкослойная хроматография (ТСХ) зарекомендовала себя как эффективный и универсальный метод разделения веществ, подходящий для проведения качественного и количественного анализа. Сочетание ТСХ с пламенно-ионизационным детектором (ПИД) стало настоящим прорывом в области хроматографии и основой разработки коммерчески доступной полуавтоматизированной ТСХ-ПИД системы IATROSCAN [1]. Метод ТСХ-ПИД получил широкое распространение в науке и промышленности, является одним из основных методов определения группового углеводородного (УВ) состава нефтяного сырья [2].

В данном хроматографическом методе разделение аналитов осуществляется на поверхности *хромародов* – кварцевых стержней, покрытых тонким слоем смеси спеченного легкоплавкого стекла и сорбента (силикагеля – Chromarods-S; оксида алюминия – Chromarods-A) с ограниченной сорбционной емкостью. Количество повторных использований хромародов без потери качества разделения составляет от 20 до 150 в зависимости от вида анализируемого сырья (липиды, фосфорорганические соединения, УВ и т.д.) [2, 3], после чего хромароды подлежат регенерации.

В рамках настоящей работы опытным путем установлено сохранение высокого качества разделения УВ групп на протяжении более 100 повторных использований хромародов типа Chromarods-S5. Выявление потери эффективности разделения УВ групп привело к рассмотрению различных способов регенерации хромародов. Согласно рекомендациям Производителя, регенерация хромародов, использованных для анализа группового УВ состава, состоит из двух этапов и включает: *вымачивание в H2SO4(к) в течение 24ч и высушивание при t=120°C в течение 1ч*. Производитель отмечает, что качество разделения УВ групп после регенерации может отличаться от предыдущих измерений, из-за неполного удаления H2SO4(к) с поверхности хромарода [3]. Предположительно, это обусловлено способностью к восстановлению H2SO4(к) до элементной серы в ходе окисления органических веществ и образованию нерастворимых солей при взаимодействии с некоторыми металлами. Наличие посторонних соединений на поверхности хромарода сопровождает снижение сорбционной емкости.

С учетом рекомендаций Производителя предложены альтернативные способы регенерации хромародов, включающие: температурное воздействие (t=450°С); вымачивание в HNO3(к) с последующим высушиванием (t=105°С); вымачивание в CH2Cl2 с последующим высушиванием (t=105°С); комплексный трехстадийный подход. Для оценки эффективности хроматографического разделения до/после проведенных этапов регенерации определяли групповой УВ тяжелой нефти (при 20°С ρ=966 кг/м3) методом ТСХ-ПИД в соответствии со стандартной методикой IP 469. По результатам экспериментальных исследований установлен оптимальный способ регенерации хромародов Chromarods-S5.

**Литература**

1. Anyakudo F., Adams E., Schepdael A.V. Thin‑Layer Chromatography-Flame Ionization Detection // Chromatographia. 2020. V. 83. № 2. P. 149-157.
2. Khan S.A., Sarfraz S., Price D. TLC-FID Calibration and Accurate Weight Determination of SARA Fractions in Heavy Crude Oil // Petroleum Science and Technology. 2012. V. 30. № 23. P. 2401-2406.
3. IATROSCAN APPLICATION (IAT\_A\_E Ver.1.0.) / SES GmbH Analytical Systems, B.: SES GmbH Analysesysteme (Analytical Systems), 2014.