

УДК 544.77:547.1'128

РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ ПОЛУЧЕНИЯ МОНОЛИТНЫХ СОРБЕНТОВ НА ОСНОВЕ КРЕМНЕЗЕМА, ПРИГОДНЫХ ДЛЯ ПЛАНАРНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

© 2010 А. М. Фролова, О. Ю. Коновалова, А. П. Бойченко, Л. П. Логинова

На основе систематического изучения условий золь-гель синтеза и факторов, влияющих на пористость и сорбционные свойства монолитных сорбентов на основе кремнезема, сформулированы основные положения методики получения тонких монолитных слоев сорбента. Оптимальный состав реакционной смеси для золь-гель синтеза отвечает мольному соотношению тетраэтоксисилан : вода : диметилформамид : этанол : полиэтиленгликоль (M_r 1000) : цетилпиридиний хлорид, равному 1.0 : 4.6 : 1.4 : 7.6 : 0.26 : 7.8·10⁻³. Регламентированы условия термообработки и промывки материала, операция нанесения реакционной смеси на подложку. Установлено, что введение в реакционную смесь полиэтиленгликоля с M_r 1000 улучшает кинетические характеристики сорбции на монолите. Полученный монолитный слой сорбента использован для быстрого планарного хроматографического разделения тестовой смеси красителей. Три красителя разделены за 5 мин при длине пробега подвижной фазы 2 см.

Ключевые слова: монолитные сорбенты, кремнезем, сорбция, золь-гель процесс, тонкослойная хроматография.

ВВЕДЕНИЕ

За последнее десятилетие золь-гель метод активно используется для получения монолитных наноструктурированных сорбентов, обладающих важными преимуществами по сравнению с традиционными дисперсными сорбентами. Ключевой задачей золь-гель синтеза монолитов кремнезема является выбор качественного и количественного состава реакционной смеси и режима формования, которые обеспечат получение однородного, целостного, нехрупкого материала с бимодальным распределением пор. Получению монолитных колонок посвящены многочисленные публикации; гораздо меньше работ, посвященных получению монолитных слоев кремнезема для тонкослойной хроматографии (ТСХ). Проблемой остается низкая воспроизводимость публикуемых методик получения монолитов. В нашей предыдущей работе [1] начато систематическое изучение факторов, влияющих на структуру, механические и сорбционные свойства монолитов кремнезема, полученных золь-гель методом с использованием тетраэтоксисилана (ТЭОС) как прекурсора. Настоящая работа является продолжением этих исследований и посвящена дальнейшему изучению влияющих факторов и обобщению данных с целью разработки методики получения монолитных кремнезёмов, перспективных для использования в методах разделения и концентрирования.

Расширяя перечень влияющих факторов, в данной работе исследовали: на этапе приготовления реакционной смеси — влияние на свойства монолита соотношения органический растворитель (этанол) : прекурсор (ТЭОС), наличия в реакционной смеси веществ-темплатов и их количества. На этапе формования монолитного сорбента для ТСХ дополнительно исследовали влияние продолжительности гелеобразования и режима высушивания; толщины слоя сорбента на подложке; способа очистки монолита от остатков реакционной смеси.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Реактивы

Для синтеза монолитных сорбентов использовали тетраэтоксисилан, этиловый спирт (EtOH, объемная доля 96 %), диметилформамид (ДМФА, Merck, Германия), цетилпиридиний хлорид (ЦПХ, 98.6 % основного вещества, Merck, Германия), полиэтиленгликоль (ПЭГ, M_r 300 и 1000, Fischamend, Вена, Австрия). Для промывки полученных сорбентов использовали ацетонитрил (ч., Реахим, Россия), ацетон (Merck, Германия), этилацетат (Черкасский завод хим. реактивов), изопентанол (Шосткинский завод химреактивов), толуол (Шосткинский завод химреактивов), гексан (Химлаборреактив, Германия). Сорбционные свойства монолитных сорбентов исследовали по отношению к малахитовому зеленому (МЗ, малахитовый зеленый оксалат, ч.д.а., Шосткинский завод химреактивов). Буферный раствор с pH 7.4 готовили по методике, описанной в

[2], используя натрия дигидрофосфат и калия гидрофосфат (ч.д.а). В качестве тестовых веществ для планарной хроматографии использовали красители бромкрезоловый зеленый (БЗ, Реахим, Россия), малахитовый зеленый и метиловый красный (МК, ч., Реахим, Россия).

Оборудование

Микроструктуру монолитных сорбентов наблюдали с помощью электронного сканирующего микроскопа JSM-840. Спектры поглощения в видимой области регистрировали на фотометре КФК-3 (Загорский ОМЗ, Россия). Растворы фотометрировали против холостого раствора, содержащего все реагенты, кроме фотометрируемого. Фотометрирование проводили в стеклянных кюветах длиной 0.3 см. При изучении сорбции малахитового зеленого раствор красителя с известной навеской сорбента перемешивали на аппарате для встряхивания АБУ-60 ТУ 64-1-2451-78.

Методика получения монолитных сорбентов и монолитных тонких слоев

Монолитные сорбенты синтезировали золь-гель методом по методике, описанной в предыдущей работе [1]. Тонкие монолитные слои для ТСХ получали при заданном отношении количеств веществ ТЭОС : H₂O : ДМФА : EtOH : ЦПХ : ЦПХ, смешивая фосфатный буферный раствор с pH 7.4, ДМФА и раствор ЦПХ в этаноле. В полученном растворе растворяли навеску полиэтиленгликоля (ПЭГ), затем добавляли ТЭОС. Смесь интенсивно перемешивали с использованием магнитной мешалки в течение 40 мин, затем наносили на предварительно обработанную стеклянную подложку [3,4]. Для формования тонких монолитных слоев на поверхности пластин закрепляли рамку из силикона, которую затем накрывали полимерной пленкой с отверстием. Такая конструкция позволяла уменьшить скорость испарения органических растворителей и препятствовала растрескиванию монолитных пленок. После нанесения реакционной смеси на подложку слой сушили при комнатной температуре в течение 2 суток до гелеобразования, затем в сушильном шкафу в течение 4 суток. В первые сутки температуру повышали от 40 °С до 60 °С со скоростью 5 °С/ч, во вторые сутки температуру в сушильном шкафу с той же скоростью доводили до 90-95 °С и при этой температуре продолжали высушивание еще двое суток.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

При изучении влияющих факторов исходили из ранее установленного состава реакционной смеси [1], где мольное соотношение реагентов ТЭОС : H₂O : ДМФА : EtOH : ЦПХ равно 1.0 : 4.6 : 1.4 : 1.9 : 8·10⁻⁴. Количество воды в реакционной смеси определяется добавкой фосфатного буферного раствора с pH 7.4 и концентрациями дигидрофосфата натрия и гидрофосфата калия 0.067 моль/л.

Методику получения монолитного сорбента совершенствовали, подбирая добавки, улучшающие свойства сорбента. После этого могла возникнуть необходимость пересмотра соотношений ранее имевшихся компонентов, поэтому состав реакционной смеси уточняли пошагово. Все получаемые образцы сорбента после высушивания промывали ацетонитрилом.

Введение темплатных добавок в реакционную смесь

Материалы, содержащие небольшие (микро- или мезо-) и большие (макро-) поры, сочетают в себе преимущества каждого вида пор. Микро- или мезопоры обеспечивают высокую удельную поверхность, макропоры обеспечивают более высокую проницаемость и снижают Лапласовское давление [5,6]. В некоторых работах [7,8] указывается на то, что формирование сетки полисилоксанов связано с двумя равнозначными и одновременными явлениями — разделением фаз и золь-гель переходом. Это приводит к образованию двух микрофаз, одна из которых обогащена кремнеземом, а другая — растворителем. Если в реакционную смесь вводят темплатные добавки, то на этапе золь-гель перехода происходит затвердевание макромолекул в гелевой сетке, при этом образуется макропористая сеть. Как порообразователи используются незаряженные полимеры типа поливинилового спирта и полиэтиленгликоля [5, 9], заряженные полимеры: полиэлектролиты типа полиакриловой кислоты или ионные поверхностно-активные вещества [5, 10] или белки типа липазы и яичного альбумина [11].

Первый шаг по изучению влияния темплатной добавки заключался во введении ПЭГ с $M_r 300$ в реакционную смесь с мольным соотношением реагентов ТЭОС : H_2O : ДМФА : EtOH : ЦПХ, равным $1.0 : 4.6 : 1.4 : 1.9 : 8 \cdot 10^{-4}$ [1]. Отношение ПЭГ : ТЭОС (моль/моль) варьировали от 0.05 до 0.61.

Определение удельной поверхности синтезированных материалов выполнено в отделе кристаллических материалов сложных соединений Института монокристаллов НАН Украины по методу, основанному на адсорбции воздуха поверхностью порошкообразного материала при температуре жидкого азота (табл. 1).

Таблица 1. Удельная поверхность монокристаллических материалов, синтезированных в присутствии разных количеств ПЭГ с $M_r 300$

ПЭГ : ТЭОС (моль/моль)	0	0.05	0.10	0.31	0.61
$S_{уд}, м^2/г$	73.9	84.8	80.8	100.9	70.5

Образцы монокристаллов кремнезема, полученные в присутствии ПЭГ, оказались менее хрупкими. Максимальная удельная поверхность, как видно из табл. 1, наблюдалась для образца, синтезированного при мольном соотношении ПЭГ : ТЭОС 0.31, которое и поддерживали в дальнейших исследованиях.

Выбор соотношения органический растворитель (этанол)/прекурсор (ТЭОС) для реакционной смеси, содержащей ПЭГ

При добавлении ПЭГ наблюдалась некоторая неомогенность реакционной смеси, что со временем приводило к расслоению. Гомогенизации реакционной смеси способствуют органические растворители, поэтому для реакционных смесей, содержащих ПЭГ, понадобилось уточнить соотношение этанол / ТЭОС. Варьирование соотношения растворитель / прекурсор должно сопровождаться контролем сорбционных свойств продукта, поскольку изменение соотношения может значительно изменить кинетику гелеобразования, и, соответственно, степень дисперсности первичных частиц [12].

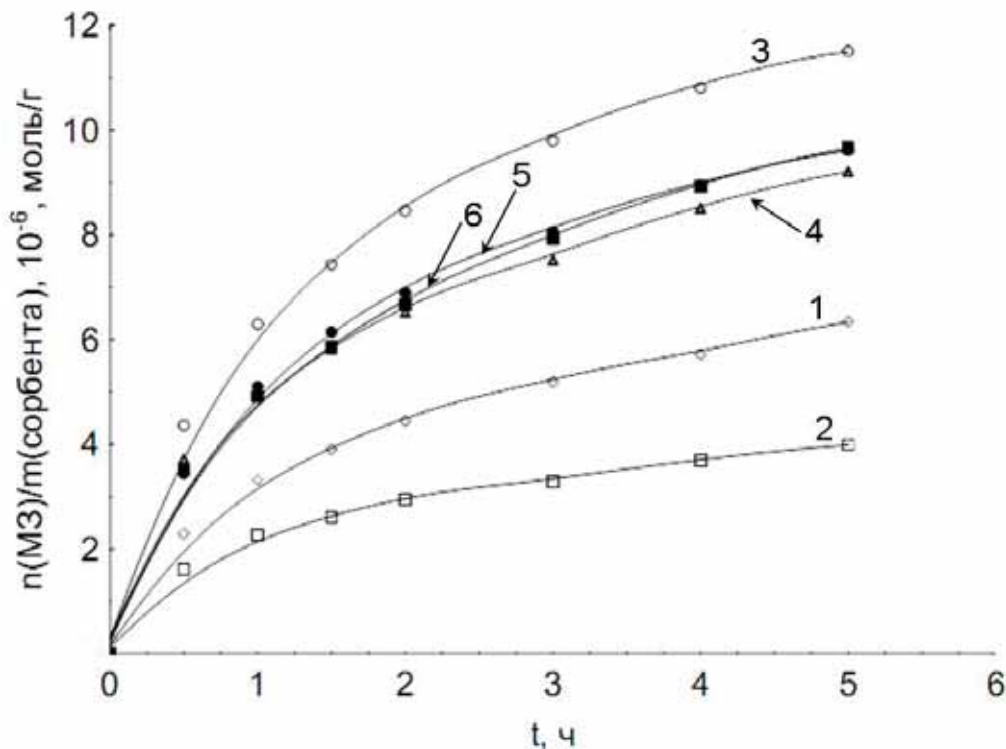


Рис. 1. Кинетика сорбции малахитового зеленого монокристаллическими сорбентами, полученными из реакционной смеси состава ТЭОС : H_2O : ДМФА : EtOH : ПЭГ : ЦПХ, равным $1.0 : 4.6 : 1.4 : X : 0.31 : 8 \cdot 10^{-4}$, где X — 1.9 (1); 3.8 (2); 7.6 (3); 9.6 (4); 11.5 (5); 13.4 (6).

Были синтезированы образцы монолитов при соотношении этанол / ТЭОС (моль/моль) от 1.9 до 13.4. Эксперимент показал, что реакционная смесь остается гомогенной при соотношении этанол / ТЭОС выше 7.6. Однако уже при соотношении выше 9.6 получаемый монолит становится прозрачным и более хрупким, что, скорее всего, обусловлено уменьшением размера глобул полисилоксанов.

Изучена кинетика сорбции красителя МЗ на монолитных сорбентах, полученных при разных соотношениях этанол / ТЭОС. Как видно из рис. 1, наибольшая скорость сорбции наблюдается для сорбента, синтезированного при мольном соотношении этанол / ТЭОС 7.6.

3.3. Влияние концентрации поверхностно-активного вещества на свойства монолитного сорбента

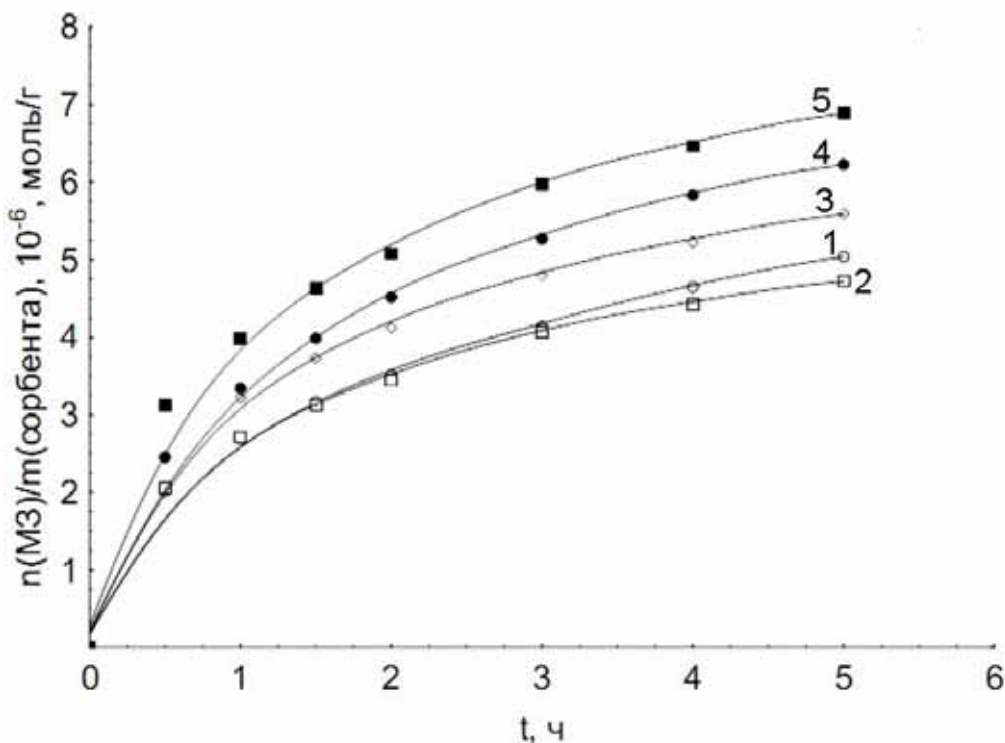


Рис. 2. Кинетика сорбции малахитового зеленого монолитными сорбентами, полученными из реакционных смесей с соотношением ТЭОС : H₂O : ДМФА : EtOH : ПЭГ : ЦПХ, равным 1.0 : 4.6 : 1.4 : 7.6 : 0.31 : X, где X — 6·10⁻⁵ (1); 2·10⁻³ (2); 3·10⁻³ (3); 6·10⁻³ (4); 8·10⁻³ (5).

Некоторые авторы [8, 13] указывают, что введение в реакционную смесь ПАВ приводит к образованию структурированных мезопор. Для уточнения влияния добавок ПАВ на свойства монолита в реакционной смеси поддерживали отношение ТЭОС : H₂O : ДМФА : EtOH : ПЭГ (M_r 300), равное 1.0 : 4.6 : 1.4 : 7.6 : 0.31, и изменяли соотношение ЦПХ / ТЭОС от 6·10⁻⁵ до 8·10⁻³.

Из рис. 2 видно, что с увеличением в реакционной смеси концентрации ЦПХ увеличивается сорбционная емкость полученного продукта, что подтверждает предположение о влиянии ПАВ на образование мезопор.

Влияние молекулярной массы ПЭГ на свойства монолитного сорбента

Для изучения влияния молекулярной массы темплата на свойства сорбента в реакционную смесь на стадии гидролиза вместо ПЭГ с M_r 300 вводили ПЭГ с M_r 1000. Отношение ПЭГ / ТЭОС (моль/моль) варьировали от 0.03 до 0.52. Исследование сорбции красителя МЗ на полученных образцах (рис. 2) показало, что при соотношении ПЭГ / ТЭОС от 0.09 до 0.26 достигается такой же уровень сорбции, как и в случае добавок ПЭГ с молекулярной массой 300 (рис. 1).

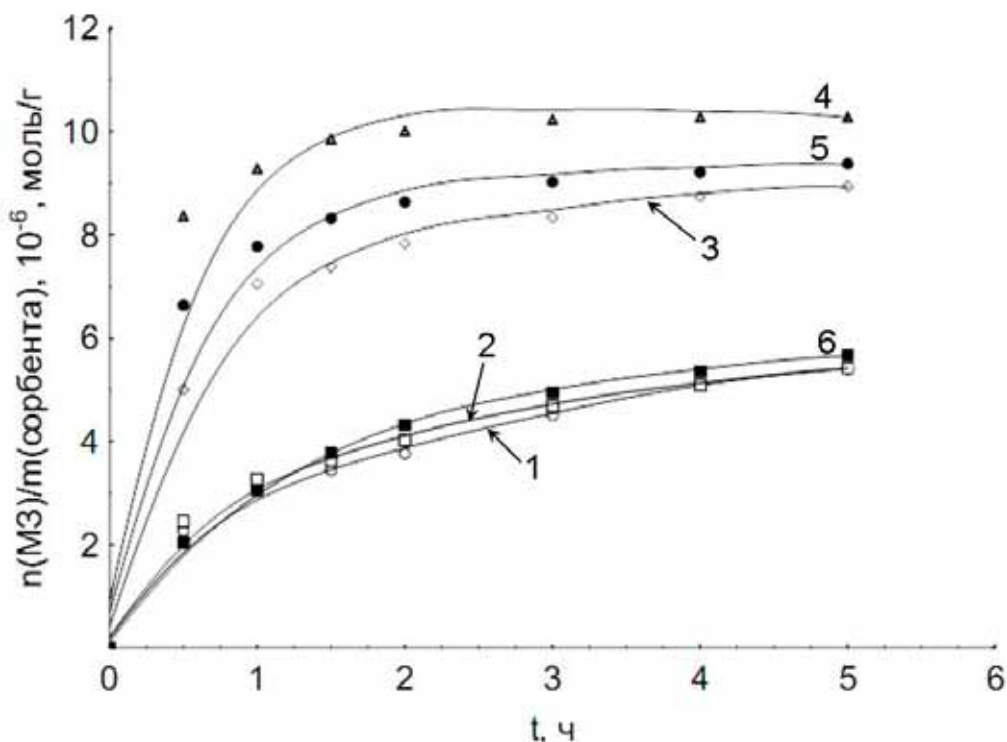


Рис. 3. Кинетика сорбции малахитового зеленого монолитными сорбентами, полученными из реакционных смесей с соотношением ТЭОС : H₂O : ДМФА : EtOH : ЦПХ : ПЭГ, равным 1.0 : 4.6 : 1.4 : 7.6 : 8·10⁻⁴ : X, где X — 0.02 (1); 0.05 (2); 0.09 (3); 0.13 (4); 0.26 (5); 0.52 (6).

Однако при введении более высокомолекулярного ПЭГ в реакционную смесь улучшаются кинетические характеристики сорбции на полученном монолитном сорбенте. Максимальные значения сорбции МЗ достигались через 1.5 часа, причем более 75 % МЗ сорбировалось в течение первых 30 мин.

Для ПЭГ с M_r 1000 оптимальным оказалось мольное отношение ПЭГ / ТЭОС 0.26. Полученный монолитный образец сорбента обладал высокой сорбционной емкостью и механической прочностью. При более высоком содержании в реакционной смеси ПЭГ с M_r 1000 получали пластичный продукт золь-гель синтеза, который после промывания в ацетонитриле значительно уменьшался в объеме и растрескивался.

Очистка монолитных сорбентов от органических добавок

Продукт золь-гель синтеза после сушки состоит из кремнеземного каркаса и остатков реакционной смеси, в частности, веществ-темплатов. Для удаления органических добавок из монолитов, полученных после высушивания, в предыдущей части работы использовали ацетонитрил; им были промыты все образцы, данные для которых приведены на рис. 1-3. Исследована также возможность промывания образцов другими растворителями: водой, этанолом, изопентанолом, ацетоном, этилацетатом, толуолом, гексаном.

Образец монолита, полученный при соотношении ТЭОС : H₂O : ДМФА : EtOH : ПЭГ (M_r 1000) : ЦПХ, равном 1.0 : 4.6 : 1.44 : 7.64 : 0.26 : 7.8·10⁻³, помещали в соответствующий растворитель и промывали при перемешивании на аппарате для встряхивания в течение 6 ч.

Растворитель должен как можно полнее удалять ЦПХ и ПЭГ из монолитного материала, не разрушая его. Оказалось, что при промывании водой и ацетоном монолитные образцы растрескиваются, а гексан и толуол не проникают полностью в образец, по-видимому, из-за плохой смачиваемости. Пригодность остальных растворителей оценивали по кинетике сорбции МЗ (рис. 4). По результатам исследований лучшими для промывки монолитных образцов сорбента оказались ацетонитрил и этилацетат, несколько хуже — этанол.

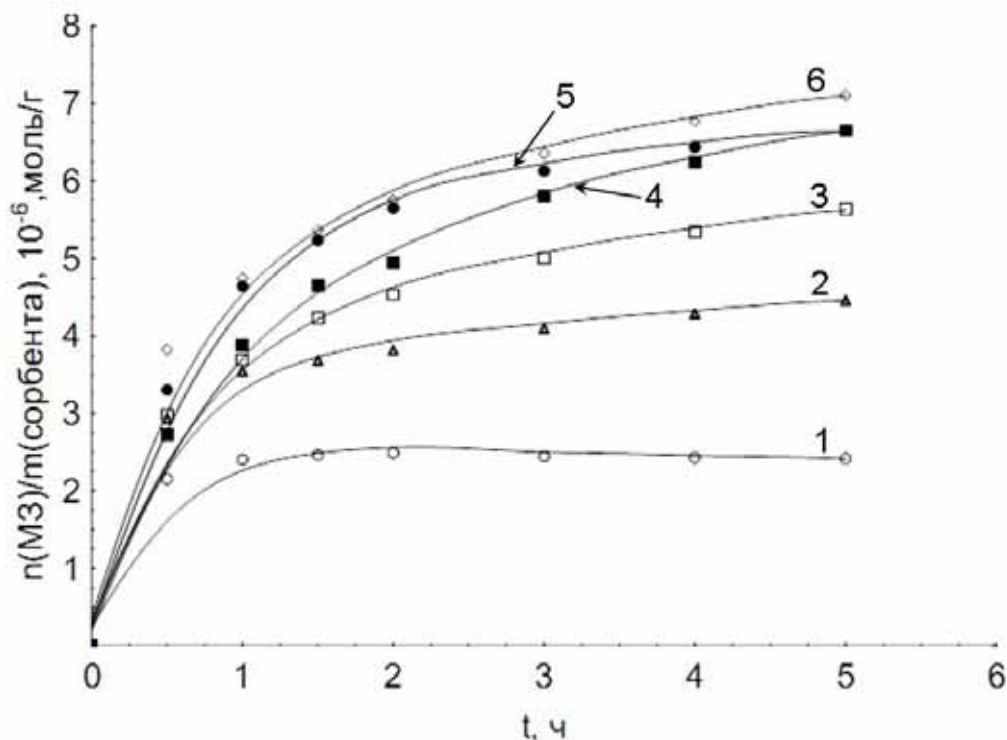


Рис. 4. Кинетика сорбции МЗ на монолитных кремнеземах, промытых в разных растворителях 6 ч (1 – непромытый; 2 – изопентанол; 3 – этанол; 4 – этилацетат; 5 – ацетон; 6 – ацетонитрил).

На электронно-микроскопических изображениях непромытых образцов видны макровключения остатков реагентов, по-видимому, ПЭГ (рис. 5). Промытый образец имеет однородную структуру (рис. 6); на цифровом изображении поверхности видны равномерно распределенные отверстия диаметром менее 100 нм. Однако сканированное электронно-микроскопическое изображение, которое бы отражало структуру пор, получить не удастся, поскольку кремнезем не является проводящим материалом.

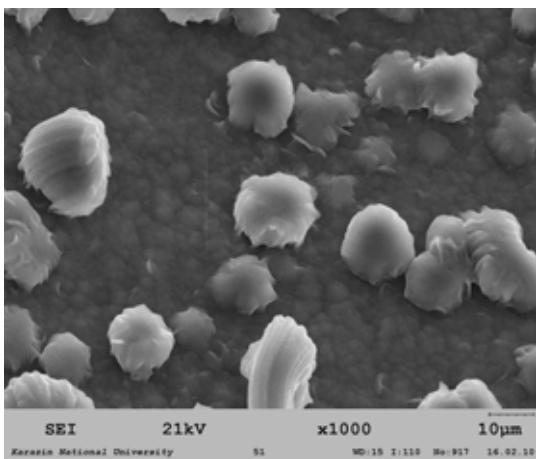


Рис. 5. Электронно-микроскопическое изображение структуры непромытого кремнезема

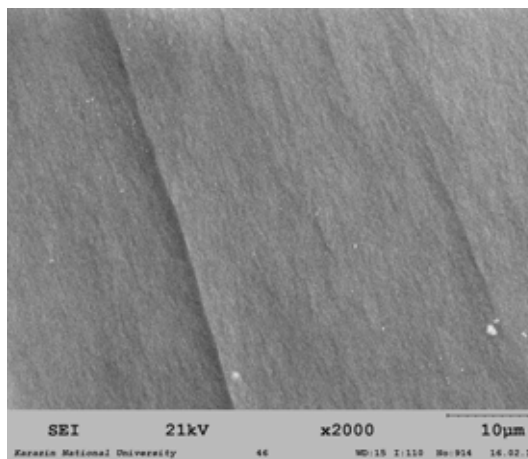


Рис. 6. Электронно-микроскопическое изображение структуры кремнезема, промытого в ацетонитриле.

Получение и применение тонких слоев монолитных сорбентов для ТСХ

На основании проведенных исследований для получения тонких монолитных слоев использовали реакционные смеси с соотношением реагентов ТЭОС : H_2O : ДМФА : EtOH : ПЭГ (M_r 1000) : ЦПХ, равным $1.0 : 4.6 : 1.4 : 7.6 : 0.26 : 7.8 \cdot 10^{-3}$.

Монолитный слой сорбента должен получаться тонким, ровным и прочно закрепляться на подложке. Ранее подобран способ предварительной подготовки поверхности стеклянной подложки [1]. Операцию нанесения реакционной смеси на подготовленную подложку оптимизировали, выбирая толщину слоя реакционной смеси, наносимой на подложку.

На предварительно обработанную пластину размером $3 \times 3 \text{ см}^2$ наносили реакционную смесь объемом от 0.4 до 0.8 мл. Оптимальный объем, наносимый на подложку, соответствует значениям $0.067\text{-}0.072 \text{ мл/см}^2$.

При получении тонких монолитных слоев дополнительно исследовались разные режимы термообработки. Установлено, что методика сушки, описанная выше для монолитных образцов сорбента, пригодна и для получения прочных монолитных слоев. С другой стороны, если гелеобразование происходит при комнатной температуре на протяжении более чем двух суток, сорбент отслаивается от подложки. Гелеобразование при $40 \text{ }^\circ\text{C}$ в течение суток приводит к образованию неоднородного слоя.

Тонкие слои сорбента, синтезированные при выбранных условиях, промывали в динамическом режиме одним из выбранных растворителей: ацетонитрилом, этилацетатом или этанолом. Наиболее удачным растворителем с точки зрения сохранности слоя и воспроизводимости результатов оказался ацетонитрил.

Полученный сорбент был применен для разделения смеси красителей, содержащей бромкрезоловый зеленый (0.7 г/л), малахитовый зеленый (0.4 г/л) и метиловый красный (0.4 г/л), с использованием подвижной фазы толуол : метанол с объемным отношением $80 : 20$. На линию старта наносили 0.3 мкл раствора красителей. Пример хроматограммы разделения бромкрезолового зеленого, метилового красного и малахитового зеленого на полученном монолитном слое сорбента приведен на рис. 7. Тестовую смесь красителей удалось полностью разделить за 5 мин при длине пробега фронта растворителя 2 см .

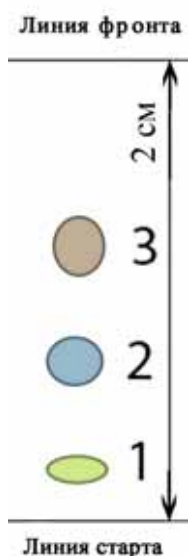


Рис. 7. Схема хроматограммы БК (1) МЗ (2) и МК (3), на ультратонком монолитном сорбенте.

ВЫВОДЫ

В работе систематически изучены условия золь-гель синтеза, влияющие на пористость, прочность и сорбционные свойства монолитных сорбентов на основе кремнезема. Уточнены данные об оптимальном соотношении компонентов реакционной смеси, установлено, что введение в реакционную смесь полиэтиленгликоля с $M_r 1000$ улучшает кинетические характеристики сорбции на монолитах. Лучшие с точки зрения механической устойчивости и сорбционных свойств монолитные сорбенты получают в следующих условиях:

мольное соотношение компонентов реакционной смеси ТЭОС : H_2O : ДМФА : EtOH : ПЭГ ($M_r 1000$) : ЦПХ равно $1.0 : 4.6 : 1.4 : 7.6 : 0.26 : 7.8 \cdot 10^{-3}$;

количество реакционной смеси, наносимой на предварительно подготовленную подложку, составляет $0.067\text{-}0.072 \text{ мл/см}^2$;

для получения монолитных блоков и монолитных слоев сорбента режим термообработки одинаков и заключается в высушивании смеси при комнатной температуре в течение 2 суток, затем в сушильном шкафу в течение 4 суток. В первые сутки температуру повышают от $40 \text{ }^\circ\text{C}$ до $60 \text{ }^\circ\text{C}$ со скоростью $5 \text{ }^\circ\text{C/ч}$, во вторые сутки с той же скоростью доводят температуру в сушильном шкафу до $90\text{-}95 \text{ }^\circ\text{C}$ и при этой температуре продолжают высушивание оставшееся время;

после высушивания монолитные образцы промывают ацетонитрилом или этилацетатом.

На полученных монолитных слоях сорбента тестовая смесь красителей разделяется гораздо быстрее, чем в условиях традиционной ТСХ.

ЛИТЕРАТУРА

1. Фролова А.М. Получение тонких монолитных слоев неорганического сорбента методом золь-гель синтеза / Фролова А.М., Чухлеб М.А., Дробот А.В., Крохмаль А.П.,

- Бойченко А.П., Логинова Л.П. // Вісник Харк. нац. ун-ту, Серія Хімія. – 2008. – Вип. 16(39). – С. 160-167.
2. Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии. — М.: Химия. – 1989. – 448 с.
 3. Frolova A.M. Producing of Monolithic Layers of Silica for Thin-Layer Chromatography by Sol-Gel Synthesis / Frolova A.M., Chukhlieb M.A., Drobot A.V., Kryshal A.P., Loginova L.P., Boichenko A.P. // The Open Surface Science Journal - 2009. – V. 1.– P. 40-45.
 4. Фролова А.М. Синтез и сорбционные свойства монолитных неорганических сорбентов на основе кремнезема / Фролова А.М., Бойченко А.П., Коновалова О.Ю., Логинова Л.П. // Вісник Харк. нац. ун-ту, Серія Хімія. – 2009. – Вип. 17(40). – С. 157-165.
 5. Sun Y.W. Triblock copolymer and poly(ethylene glycol) as templates for monolithic silica material with bimodal pore structure / Sun Y.W., Wang Y.J., Guo W., Wang T., Luo G.S. // Microporous and Mesoporous Materials – 2006. – V. 88. – P. 31-37.
 6. Ma X. A novel way for preparing high surface area silica monolith with bimodal pore structure / Ma X., Sun H., Yu P. // J. Mater. Sci. – 2008. – V. 43. – P. 887-891.
 7. Nunes O. Preparation of monolithic silica columns for high-performance liquid chromatography / Nunes O., Nakanishi K., Tanaka N. // J. Chromatogr. A – 2008. – V. 1191. – P. 231-252.
 8. Nakanishi K. Sol-gel process of oxides accompanied by phase separation // Bull. Chem. Soc. Jpn. – 2006. – V. 79, No. 5. – P. 673-691.
 9. Hara T. Performance of monolithic silica capillar columns with increased phase ratios an small-sized domains / Hara T., Kobayashi H., Ikegami T., Nakanishi K., Tanaka N. // Anal. Chem. – 2006. – V. 78. – P. 7632-7642.
 10. Nakanishi K. Pore structure control of silica gels based on phase separation // J. Porous Materials. – 1997. – V. 4. – P. 67-112.
 11. Sato S. Control of pore size distribution of silica gel through sol-gel process using water soluble polymers as additives / Sato S., Murakata T., Ohgawara T. // J. Mater. Sci. – 1990. – V. 25. – P. 4800-4885.
 12. Brinker C.J. Sol-gel science. The physics and chemistry of sol-gel processing / Brinker C.J., Scherer G.V. – Academic: Boston. – 1990. – 910 p.
 13. Nakanishi K. Designing double pore structure in alkoxy-derived silica incorporated with nonionic surfactant / Nakanishi K., Nagakane T., Soga N. // J. Porous Materials. – 1998. – V. 5. – P. 103-110.

Поступила в редакцию 15 марта 2010 г.

А. М. Фролова, О. Ю. Коновалова, О. П. Бойченко, Л. П. Логінова. Розробка методики одержання монолітних сорбентів на основі кремнезема, придатних для площинної хроматографії.

На основі систематичного вивчення умов золь-гель синтезу і факторів, що впливають на поруватість і сорбційні властивості монолітних сорбентів на основі кремнезему, сформульовано основні положення методики одержання тонких монолітних шарів сорбенту. Оптимальний склад реакційної суміші для золь-гель синтезу відповідає мольному співвідношенню тетраетоксисилан : вода : диметилформамід : етанол : поліетиленгліколь (M_r 1000) : цетилпіридиній, що дорівнює 1.0 : 4.6 : 1.4 : 7.6 : 0.26 : 7.8·10⁻³. Регламентовано умови термообробки і промивання матеріалу, операцію нанесення реакційної суміші на підкладку. Встановлено, що додавання до реакційної суміші поліетиленгліколю з M_r 1000 поліпшує кінетичні характеристики сорбції на моноліті. Одержаний монолітний шар сорбенту використано для швидкого планарного хроматографічного розділення тестової суміші барвників. Три барвника розділено за 5 хв при довжині пробігу рухомої фази 2 см.

Ключові слова: монолітні сорбенти, кремнезем, сорбція, золь-гель процес, тонкошарова хроматографія.

A. M. Frolova, O. Yu. Konovalova, A. P. Boichenko, L. P. Loginova. A new method for obtaining monolithic silica sorbents suitable for planar chromatography.

The main aspects of the technique for producing thin monolithic layers of silica sorbents are formulated on the basis of the systematic investigation of sol-gel synthesis conditions and factors, which affect the porosity and

sorption properties of monolithic sorbents. The optimal reaction mixture for sol-gel synthesis contains tetraethoxysilane, water, dimethylformamide, ethanol, polyethyleneglycol (M_r 1000) in the ratio 1.0 : 4.6 : 1.4 : 7.6 : 0.26 : $7.8 \cdot 10^{-3}$. The heat-treatment and washing conditions, procedure of reaction mixture laying onto the carrier were regulated. It was established, that kinetic characteristics of sorption on the monoliths are enriched by adding of polyethyleneglycol (M_r 1000) to the reaction mixture. The obtained monolithic layers were used for rapid planar chromatography separation of dyes test mixture. Three dyes were separated in 5 min with 2 cm propagation of the solvent front.

Key words: monolithic sorbents, silica, sorption, sol-gel process, thin layer chromatography.

Kharkov University Bulletin. 2010. № 895. Chemical Series. Issue 18(41).