

Մ.Յ. ПЕТРОСЯН, Н.А. АВАКЯН, Г.О. ТОРОСЯН

РАЗРАБОТКА НОВЫХ СОРБЕНТОВ ДЛЯ ОЧИСТКИ СТОЧНЫХ ВОД

Исследованы адсорбционные свойства сорбентов из цеолитов и активированных углей, полученных из кожуры грецких орехов и сливовых косточек. Установлено, что наилучшие результаты получаются в случае цеолитов, насыщенных четвертичными аммониевыми солями и активированным углем из кожуры сливовых косточек.

Ключевые слова: сорбент, цеолит, очистка сточных вод, адсорбция, четвертичные аммониевые соли, кожура орехов и сливовых косточек, активированный уголь.

M.Z. PETROSYAN, N.A. AVAKYAN, G.H. TOROSYAN

DEVELOPING NEW SORBENTS FOR SEWAGE TREATMENT

The adsorption properties of the zeolite sorbents and activated carbons of the walnut peels and plum bones have been studied. It is determined that the best results are obtained by zeolites saturated with quaternary ammonium salts and activated carbon of the plum bone peels.

Keywords: sorbent, zeolite, wastewater treatment, adsorption, quaternary ammonium salts, nut peel and plum stone peels, activated carbon.

ՀՏԴ 547.31/39+546.271

**Ա.Ս. ՊՈԱԶՅԱՆ, Հ.Գ. ՏԵՐ-ՀԱԿՈՔՅԱՆ, Գ.Պ. ՀՈՎՀԱՆՆԻՍՅԱՆ,
Ա.Հ. ԶԵՐՔԵԶՅԱՆ, Գ.Հ. ԹՈՐՈՍՅԱՆ**

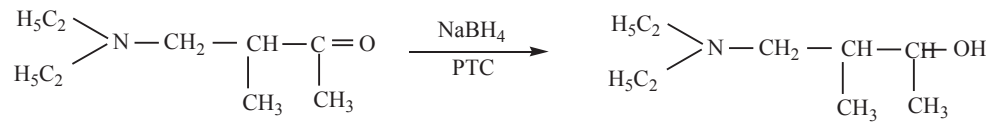
ԱՄԻՆԱԿԵՏՈՆԻ ԵՎ ԱՄԻՆԱՍԱԿԻՐՏԻ ՔԱՆԱԿԱԿԱՆ ՈՐՈՇՄԱՆ ԱՆԱԼԻՏԻԿ ՄԵԹՈԴԻ ՀԱՄԱԿԱՐԳԻ ՀԱՄԱՊԱՏԱՍԽԱՆՈՒԹՅՈՒՆԸ

Մշակվել է ամինակետոնի և ամինասպիրտի քանակական որոշման անալիտիկ մեթոդ՝ բարձր արդյունավետությամբ հեղուկային քրոմատոգրաֆիայի մեթոդով: Կատարվել է համակարգի համապատասխանության թեստ:

Առանցքային բառեր. ամինակետոն, ամինասպիրտ, անալիտիկ մեթոդ, քանակական որոշում, համակարգի համապատասխանություն:

Ներածություն: Հայտնի է ամինասպիրտի կարևորությունը որպես ելանյութ գանգլերոնի և քվատերոնի ստացման գործընթացում: Վերջիններս կարևոր դեղանյութեր են, որոնց արտադրությունը կազմակերպված է ՀՀ ԳԱԱ օրգանական և դեղագործական քիմիայի գիտատեխնոլոգիական կենտրոնում: Գանգլերոնը և քվատերոնը, որպես գանգլիոպաշարիչներ, կիրառվում են հիպերտոնիկ հիվանդության, ստամոքսի, 12-մատնյա աղիքի խոցային հիվանդությունների, ստենոկարդիայի բուժման նպատակով:

Ստորև բերված է ամինակետոնի վերականգնումը միջֆազային կատալիզի պայմաններում [1]

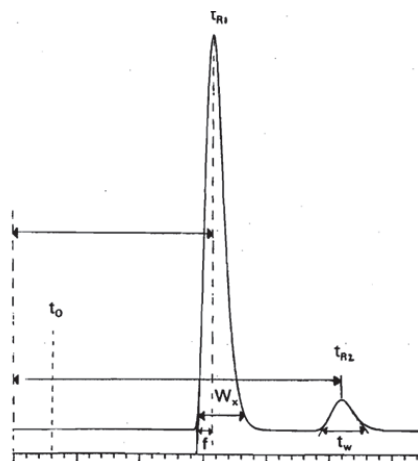


Մշակվել է ամինակետոնի և ամինասպիրտի բաժանման և քանակական որոշման անալիտիկ մեթոդ:

Խնդրի դրվածքը և մեթոդի հիմնավորումը: Անալիզի քրոմատոգրաֆիական մեթոդները կիրառվում են քիմիապես նման հատկություններ ունեցող օրգանական և անօրգանական միացությունների բաժանման, ինչպես նաև որակական և քանակական որոշումներ իրականացնելու համար [2]:

Քանակական որոշման համար առավել նպատակահարմար է կիրառել բարձր արդյունավետությամբ հեղուկային քրոմատոգրաֆիայի (ԲՎՀՔ) մեթոդը ուլտրամանուշակագույն (ՈՒՄ) դետեկտմամբ (HPLC-UV) կամ դիոդ-մատրիցային դետեկտմամբ (HPLC-DAD) [3]:

Համակարգի համապատասխանության հետազոտությունը հեղուկային և գազային քրոմատոգրաֆիայի մեթոդի կարևորագույն փուլերից է: Այն օգտագործվում է մեթոդի կայունությունն ապահովելու համար: Եթե փորձաքննության ժամանակ համակարգի համապատասխանության թեստը չի բավարարում պահանջներին, ապա փորձաքննությունը դադարացվում է, և ընտրվում են այնպիսի պայմաններ, որոնք կբավարարեն համակարգի համապատասխանության թեստին [4]: Համակարգի համապատասխանության չափորոշիչների նշանակությունները բերված են նկ. 1-ում:



Նկ. 1. Համակարգի համապատասխանության չափորոշիչները.

W_x – հիմնագծից լարվածակետի լայնությունը՝ հաշված լարվածակետի բարձրության 5%-ով (0,05), f – լարվածակետի առավելագույն կետի և սկզբնակետի տարածությունը՝ հաշված W_x -ից, t_0 – զսպման ժամանակ չունեցող նմուշ, t_R – նմուշի զսպման ժամանակը, t_w – լարվածակետի լայնությունը հիմնագծի երկայնքով

Համակարգի համապատասխանության կայունությունն ապահովում են մի շարք չափորոշիչներ.

1. Precision, injection repeatability (RSD) - Ճշգրտություն, ներարկման կրկնելիություն, որը հաշվարկվում է հետևյալ հաջորդական բանաձևերով.

- հաշվարկվում է լարվածակետի մակերեսի միջին արժեքը՝

$$\bar{X} = \frac{X_1 + X_2 + X_3 + X_4 + \dots}{n}, \quad (1)$$

որտեղ $x_1, x_2, x_3, x_4 \dots$ համապատասխան ներարկումների լարվածակետերի մակերեսներն են, n -ը՝ ներարկման քանակը:

- հաշվարկվում է միջին շեղումը՝

$$S = \sqrt{\frac{(X_1 - \bar{X})^2 + (X_2 - \bar{X})^2 + (X_3 - \bar{X})^2 + \dots}{n-1}} : \quad (2)$$

▪ Հարաբերական ստանդարտ շեղումն արտահայտվում է տոկոսներով և ցույց է տալիս միջին շեղման հարաբերությունը լարվածակետի մակերեսի միջին արժեքին՝

$$RSD = \frac{S}{\bar{X}} * 100 : \quad (3)$$

Հարաբերական ստանդարտ շեղումը հաշվարկվում է և՛ լարվածակետի մակերեսի, և՛ զսպման ժամանակի համար:

2. Resolution (Rs) - Հաշվարկվում է հետևյալ բանաձևով՝

$$R_S = \frac{t_{R2} - t_{R1}}{0.5 * (t_{w1} + t_{w2})} : \quad (4)$$

Այս չափորոշիչը ցույց է տալիս, թե ինչպես են երկու լարվածակետերը բաժանվել: Բազմաբաղադրիչ նյութերի քանակական որոշում կատարելու համար կարևոր է լարվածակետերի հստակ բաժանումը:

3. Tailing factor (T) - Հաշվարկվում է հետևյալ բանաձևով՝

$$T = \frac{W_x}{2f} : \quad (5)$$

Քանակական որոշման ճշգրտությունը նվազում է ինտեգրման ժամանակ լարվածակետի պոչավորման գործոնի մեծ արժեքի դեպքում:

4. Asymmetry factor (As) - Հաշվարկվում է հետևյալ բանաձևով՝

$$A_s = \frac{b}{a} : \quad (6)$$

որտեղ a -ն լարվածակետի սկզբնամասի լայնությունն է, b -ն՝ վերջնամասի լայնությունը (հաշվարկված լարվածակետի բարձրության 10%-ից):

Հետևալ չափորոշիչները ԲԱՀՔ մեթոդում համակարգի համապատասխանության համար ընդունվում են որպես համակարգի կայունության արդյունք [5]: Յուրաքանչյուր դեպքի համար անհրաժեշտ է հաշվել՝

- $RSD \leq 2.0$,
- $R_s > 2$,
- $T \leq 2.0$,
- $As \leq 2.0$:

Հետազոտության արդյունքները: Գործընթացն իրականացվել է ԲԱՀՔ մեթոդով՝ Shimadzu-Japan սարքով, դիոդ մատրիցային դետեկտմամբ: Քրոմատոգրամն աշտարակ ընտրվել է օկտադեցիլային սիլիկագելով աշտարակ՝ Nucleosil C18, 150x4.6 mm (Macherey-Nagel, Germany): Դետեկտման ալիքի երկարությունը ընտրվել է 200 նմ:

Աղյուսակ 1

Քրոմատագրման պայմանները

N	Դետեկտման ալիքի երկարությունը	200 նմ
1	Հոսքի արագությունը	1 մլ/րոպե
2	Ներարկման ծավալը	20 մկլ
3	Աշտարակի ջերմաստիճանը	30 °C
4	Պոմպի աշխատանքային ռեժիմը	Իզոկրատիկ
5	Շարժուն ֆազը	Ացետոնիտրիլ : 0,05M KH ₂ PO ₄ (pH=3,5)=5 : 95 (V/V)

Ամինակետոնի ստանդարտ լուծույթի պատրաստումը: 10 մգ (հաստատուն կշիռ) ստանդարտ ամինակետոնը տեղավորել 25 մլ չափիչ փորձանոթում, լուծել շարժուն ֆազում, խառնել VORTEX-առանցքային խառնիչով և հասցնել նիշի (0,4 մգ/մլ):

Ամինասպիրտի ստանդարտ լուծույթի պատրաստումը: 10 մգ (հաստատուն կշիռ) ստանդարտ ամինասպիրտը տեղավորել 25 մլ չափիչ փորձանոթում, լուծել շարժուն ֆազում, խառնել VORTEX-առանցքային խառնիչով և հասցնել նիշի (0,4 մգ/մլ):

Ամինակետոնի և ամինասպիրտի ստանդարտ խառնուրդի պատրաստումը: Յուրաքանչյուր լուծույթից 5 մլ տեղափոխել 20մլ չափիչ փորձանոթում և հասցնել նիշի շարժուն ֆազով:

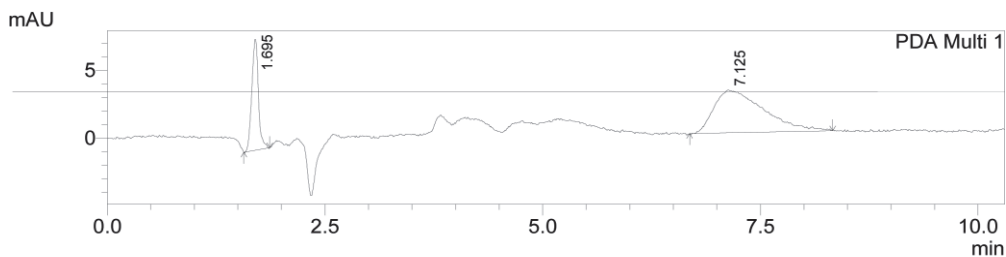
Ամինասպիրտի քանակական որոշումն իրականացնելու համար ներարկվում են նոսրացման լուծույթը (շարժուն ֆազը), ստանդարտ ամինասպիրտի և ռեակցիոն խառնուրդի լուծույթները: Ամինասպիրտի քանակական պարունակությունը, արտահայտված տոկոսային հարաբերությամբ, հաշվարկվում է հետևյալ բանաձևով՝

$$X \% = \frac{A_1 \cdot W_{st} \cdot V_{pr} \cdot 100}{A_0 \cdot V_{st} \cdot W_{pr}}, \quad (7)$$

որտեղ A_1 -ն ամինասպիրտի լարվածակետի մակերեսն է ռեակցիոն խառնուրդում, A_0 -ն՝ ամինասպիրտի լարվածակետի մակերեսը ստանդարտ լուծույթում, W_{st} -ը՝ ստանդարտի կշռվածքը, մգ, W_{pr} -ը՝ ռեակցիոն խառնուրդի կշռվածքը, մգ, V_{st} -ը՝ ստանդարտ լուծույթի նոսրացումը, մլ, V_{pr} -ը՝ ռեակցիոն խառնուրդի նոսրացումը, մլ:

Ստանդարտ ամինակետոնի և ամինասպիրտի խառնուրդի քրոմատոգրիը բերված է նկ. 2-ում, որտեղ ըստ զսպման ժամանակների նշված են ամինակետոնի և ամինասպիրտի լարվածակետերը:

Նույն եղանակով որոշվում է նաև ամինակետոնի քանակությունը՝ ներարկելով ստանդարտ ամինակետոնի և ռեակցիոն խառնուրդների լուծույթները:



1 PDA Multi 1/200nm 4nm

Quantitative Results

PDA ID#	Name	Ret. Time	Area	Height	Conc.	Area %
1	aminoketon	1.695	43249	8188	0.000	25.758
2	aminoalcohol	7.125	124657	3150	0.000	74.242

Նկ. 2. Ամինակետոնի և ամինասպիրտի խառնուրդի քրոմատոգրիը

Մշակված մեթոդի հաստատման համար անհրաժեշտ է կատարել համապատասխանության թեստ:

Ստանդարտ խառնուրդը պատրաստվել է՝ համաձայն վերը նշված մեթոդի և ներարկվել է վեց անգամ: Հաշվարկվել են համակարգի համապատասխանության վերը թվարկված բոլոր չափորոշիչները:

Աղյուսակ 2

Համակարգի համապատասխանության չափորոշիչները

Անվանումը	Precision, injection repeatability (RSD)		Tailing factor (T)	Asymmetry factor (As)	Resolution (Rs)
	լարվածակետի մակերեսը	լարվածակետի զսպման ժամանակը			
Ամինակետոն	0.0281549	0.288768	1.134	1.307	8.259
Ամինասպիրտ	0.2703983	0.601129	1.897	1.625	

Եզրակացություն: Մշակվել է ամինակետոնի և ամինասպիրտի բաժանման և քանակական որոշման անալիտիկ մեթոդ բարձր արդյունավետությամբ հեղուկային քրոմատոգրաֆիայի եղանակով: Համակարգի համապատասխանության կայունությունը հաստատելու համար որոշվել են մշակված մեթոդի համապատասխանության չափորոշիչները: Ըստ կատարված հետազոտության՝ չափորոշիչների արժեքների համապատասխանելիությունը հաստատում է մեթոդի կայունությունը:

ԳՐԱԿԱՆՈՒԹՅԱՆ ՑԱՆԿ

1. 1,2-դիմերթիլ-3-դիէթիլամինոպրոպանոնի վերականգնումը համապատասխան սպիրտի միջֆազային կատալիզի պայմաններում / Գ.Հ. Թորոսյան, Ա.Ս. Պռազյան, Ա.Խ. Նազարեթյան և ուրիշ. // Հայաստանի ճարտարագիտական ակադեմիա. Լրաբեր .- 2010- Հ.12, №2.- էջ 366-368:
2. Яшин Я.И., Яшин А.Я. Высокоэффективная жидкостная хроматография. Состояние и перспективы // Рос. хим. ж.- 2003.- Т.17.- С. 64-78.
3. Snyder L.R. // Anal. Chem. – 2000. - V.72. - P.412.
4. Руководство для предприятий фармацевтической промышленности / Н.В. Юргель, А.Л. Младенцев, А.В. Бурдейн и др.: Методические рекомендации. - М., 2007.- Часть 1. – С. 22-34.
5. Validation of chromatographic methods // Reviewer Guidance. - 1994.- P.11-16.

**Ա.Տ. ՔՐԱԶՅԱՆ, Ա.Գ. ԹԵՐ-ԱԿՕՍՅԱՆ, Գ.Ս. ՕԳԱՆԵՏՅԱՆ, Ա.Ա. ՇԵՐԿԵԶՅԱՆ,
Դ.Օ. ԹՕՐՕՏՅԱՆ**

ПРИГОДНОСТЬ СИСТЕМЫ АНАЛИТИЧЕСКОГО МЕТОДА КОЛИЧЕСТВЕННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ АМИНОКЕТОНА И АМИНОСПИРТА

Разработан аналитический метод количественного определения аминокетона и аминоспирта с использованием высокоэффективной жидкостной хроматографии. Выполнен тест пригодности системы.

Ключевые слова: аминокетон, аминоспирт, аналитический метод, количественное определение, пригодность системы.

**A.S. PRAZYAN, H.G. TER-HAKOBYAN, G.P. HOVHANNISYAN,
A.H. CHERKEZYAN, G.H. TOROSYAN**

THE SYSTEM SUITABILITY OF THE ANALYTICAL METHOD FOR QUANTITATIVE DETERMINATION OF AMINOKETONE AND AMINOALCOHOL

An analytical method for quantitative determination of aminoketone and aminoalcohol by high performance liquid chromatography is developed. The system suitability test is carried out.

Keywords: aminoketone, aminoalcohol, analytical method, quantitative determination, system suitability.