

УДК 665.7.038

## Парофазная хроматография в стеклянной капиллярной колонке высокополярных и труднолетучих углеводородсодержащих производных эфиров дитиобензойной кислоты

В.М. Фарзалиев, д.т.н.,  
М.Н. Алиева, д.т.н.  
Институт химии присадок

e-mail: alieva.mahizer@mail.ru

**Ключевые слова:** капиллярная колонка, неподвижная жидкая фаза, газ-носитель, парофазная хроматография, алифатические спирты, кислоты, амины, производные эфиров дитиобензойной кислоты.

DOI.10.37474/0365-8554/2020-6-7-54-56

**Yüksək polyar və çətinuçuucu karbohidrogen saxlayan ditiobenzozy turşusu efilrinin törəmələrinin şüşə kapilyar kolonkədə buxar fazalı xromatografiyası**

V.M. Fərzəliyev, t.e.d., M.N. Əliyeva, t.e.d.  
Aşqarlar Kimyası İnstitutu

**Açar sözlər:** kapilyar sütun, stasionar maye faza, daşıyıcı qaz, buxar fazalı xromatografiya, alifatik spirtlər, turşular, aminlər, ditiobenzozy turşusu efilrinin törəmələri.

Maqalədə şüşə kapilyar kolonkalar hərəkətsiz maye faza "polifenil efil" ilə hopdurulmuş və karbohidrogen qarışıqları: alifatik spirtlər, turşular, aminlər və ditiobenzozy turşusu efilrinin törəmələri buxar fazalı xromatografiya üsulu ilə analiz edilmişdir.

Alinan nəticələrdən məlum olmuşdur ki, qaz-arıncı azot, su buxan ilə əvəz edildikdə birləşmələrin analiz müddəti azalır və bölünmənin keyfiyyəti yaxşılaşır. Buna görə də, polyar və yüksək daracədə qaynayan üzvi birləşmələri analiz etmək üçün buxar fazalı xromatografiya üsulu və şüşə kapilyar kolonkalardan istifadə etmək məqsəduyğundur.

**Vapor-phase chromatography in glass-capillary column of high polar and involatile hydrocarbon-containing ether derivatives of disulpho-benzoic acid**

V.M. Farzaliyev, Dr. in Tech. Sc., M.N. Alieva, Dr. in Tech. Sc.  
Institute of Chemical Additives

**Keywords:** capillary column, liquid stationary phase, gas-carrier, vapor-phase chromatography, aliphatic alcohols, acids, amines, ether derivatives of disulpho-benzoic acid.

The paper deals with the results of capillary columns implementation in vapor-phase chromatography. Glass and narrow-bore columns covered with liquid stationary phase and polyphenyl ether were used, the mixtures of aliphatic alcohols, acids, amines and ether derivatives of disulpho-benzoic acid, which are semi-products of additive synthesis analyzed. The usage of water vapor as a moving carrier of nitrogen enabled to decrease the analysis time and improve division efficiency. The retention time, height values of equivalent theoretic plates and coefficient of analyzed components asymmetry were calculated.

Obtained results justify the practicability of glass capillary application for the analysis of disulpho-benzoic acid derivatives via vapor-phase chromatography method.

Особенности и преимущества хроматографического анализа в парах воды рассмотрены, в частности, в литературе [1–3]. В работе [1] исследовано влияние присутствия водяного пара в газе-носителе и температуры на удерживание ахиральных и хиральных соединений, энантиоселективность и характеристики открытой трубочной колонки с циклодекстринодерживающей фазой. Применение газа-носителя, содержащего водяной пар, при определении оптически активных изомеров, таких как камфора, немного увеличивает коэффициент удерживания. Обнаружено улучшение характеристик колонки: для гидроксисоединений производительность колонки увеличилась в два-три раза, а симметрия пика улучшилась более чем в два раза.

Данное исследование является продолжением наших предыдущих работ [2, 3] по использованию микронасадочной колонки в парофазной хроматографии органических веществ.

Цель работы – применение парофазной хроматографии для анализа углеводородсодержащих производных эфиров дитиобензойной кислоты.

Эксперименты проводили с использованием паров воды в качестве подвижного носителя в капиллярной хроматографии. Капилляр промывали по три раза каждым из растворителей – ацетоном, гексаном, этанолом и бензолом, пропуская их под давлением азота со скоростью 2–5 мм/с. Затем 10 %-ым раствором полифенилового эфира (ПФЭ) в бензоле заполняли часть колонки (примерно 20 см) и далее продавливали этот раствор через колонку под

давлением азота с той же скоростью. При этом способе важно поддерживать в колонке минимальный перепад давления во избежание резкого изменения скорости газа в момент выхода раствора из колонки. Избыток раствора удаляли путем постепенного увеличения скорости азота до 1 мл/мин в течение 1 ч.

Анализ проводили при 130 °С в стеклянной капиллярной колонке диаметром 0,5 мм, длиной 50 м. На стенки колонки в качестве неподвижной жидкой фазы наносили "Силикон-30" в бензольном растворе. Давление водяного пара на входе составляло 0,025 МПа. Измерения проведены на хроматографе "Цвет-4". Результаты сравнительных экспериментов по хроматографическому анализу смеси углеводородов C<sub>10</sub>–C<sub>13</sub> в подвижных носителях (азот, пары воды) приведены в табл. 1. Как следует из данных, использование паров воды в качестве подвижного носителя вместо азота дает возможность сократить продолжительность анализа и улучшить эффективность разделения высококипящих полярных соединений. В этом случае водяной пар является модифицирующим агентом, подавляющим адсорбцию хроматографируемых веществ на поверхности раздела неподвижной жидкой фазы – стенки капилляра. Водяной пар увеличивает эффективность разделения на капиллярной колонке и уменьшает асимметричность получаемых хроматографических зон.

Таблица 1

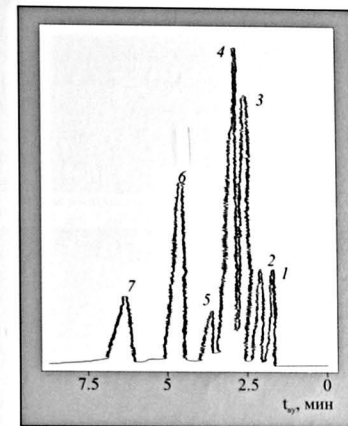
Углеводород	Время удерживания, с		ВЭТТ, мм	
	азот	водяной пар	азот	водяной пар
n-Декан	47	26	0,9	0,9
n-Ундекан	69	48	0,8	0,8
n-Додекан	111	90	1,4	1,3
n-Тридекан	186	165	2,3	1,6

Таблица 2

Соединение	Время удерживания, с		А <sub>с</sub>	
	азот	водяной пар	азот	водяной пар
CH <sub>3</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -SCH <sub>3</sub>	226	190	2,7	1,5
CH <sub>3</sub> O-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -SCH <sub>3</sub>	165	103	4,3	2,0
CH <sub>3</sub> O-C <sub>6</sub> H <sub>3</sub> -SCH <sub>3</sub>	254	227	4,5	4,0

В табл. 2 приведены время удерживания и коэффициенты асимметричности AS высо-

кокипящих серосодержащих соединений при разделении на капиллярной колонке в азоте и потоке водяного пара. Применение паров воды в качестве подвижной фазы позволяет уменьшить асимметричность хроматографической зоны и время удерживания анализируемых соединений.



Хроматограмма разделения на капиллярной колонке в потоке водяного пара смеси ароматических углеводородов:

1 – n-кислот, 2 – m-кислот, 3 – кензол, 4 – стирол, 5 – изопропилбензол, 6 – 1,4-дизтилбензол, 7 – метилбен

Хроматограммы анализа смесей углеводородов C<sub>6</sub>–C<sub>23</sub>, ароматических углеводородов приведены на рисунке. Разделение проведено на капиллярной колонке длиной 30 м и диаметром 0,4 мм с "Полисилоксаном SE-30" в качестве жидкой стационарной фазы. При температуре 100–2000 °С давление пара на входе в колонку составляло 0,1–0,15 кг/см<sup>2</sup> со скоростью 5 град/мин. Как видно из хроматограмм, наблюдается четкое разделение анализируемых соединений и улучшается асимметричность пиков.

Методом парофазной хроматографии анализированы производные дитиобензойной кислоты, которые являются полупродуктами синтеза присадок. Обнаружено, что время удерживания высокополярных и трудноле-

тучих соединений уменьшается, а эффективность колонок при изменении природы подвижной фазы увеличивается. Таким образом, полученные результаты свидетельствуют о

целесообразности применения паров воды в качестве подвижной фазы в капиллярной хроматографии при анализе труднолетучих и высокополярных веществ.

#### Список литературы

1. *Berezkin V.G., Sorokina E.Yu., Sokolov A.I., Rudenko B.A.* Effect of Water Vapor on Chromatographic Characteristics of the Cyclodextrin-Containing Stationary Liquid Phase in Capillary Gas Chromatography // *Journal of Analytical Chemistry*, 2003, Vol. 58, pp. 61-67. doi:10.1023/A:1021890332628.
2. *Фарзалиев В.М., Алиева М.Н.* Применение капиллярных колонок для анализа органических соединений методом парофазной хроматографии // *Azərbaycan Kimya Jurnalı*, 2013, № 3, с. 20-23.
3. *Фарзалиев В.М., Алиева М.Н.* Определение условий разделения хроматографируемых соединений, являющихся полупродуктами синтеза присадок // *Азербайджанское нефтяное хозяйство*, 2018, № 5, с. 51-54.

#### References

1. *Berezkin V.G., Sorokina E.Yu., Sokolov A.I., Rudenko B.A.* Effect of water vapor on chromatographic characteristics of the cyclodextrin-containing stationary liquid phase in capillary gas chromatography // *Journal of Analytical Chemistry*, 2003, vol. 58, pp. 61-67. doi:10.1023/A:1021890332628.
2. *Farzaliev V.M., Alieva M.N.* Primenenie kapillyarnykh kolonok dlya analiza organicheskikh soedineniy metodom parofaznoy chromatographii // *Azerbaijan Kimya Zhurnaly*, 2013, No 3, s. 20-23.
3. *Farzaliev V.M., Alieva M.N.* Opredelenie usloviy razdeleniya chromatographiruemykh soedineniy, yavlyayuchsikhnya poluproduktami sinteza prisadok // *Azerbaijzhanskoje neftyanoe khozjaistvo*, 2018, No 5, s. 51-54.