

*Анне ОРАВ, Кай КУНИНГАС,  
Сильвия РАНГ, О. ЭЙЗЕН*

## РАЗДЕЛЕНИЕ *n*-ТРИДЕЦЕНОВ, *n*-ТЕТРАДЕЦЕНОВ И *n*-АЛКИНОВ C<sub>10</sub>—C<sub>14</sub> НА КАПИЛЛЯРНЫХ КОЛОНКАХ С ПОЛИЭТИЛЕНГЛИКОЛЕМ 20М РАЗНОЙ ПОЛЯРНОСТИ

В связи с тем, что в [1—5] использовались капиллярные колонки с довольно толстым слоем стационарной жидкой фазы, некоторые изомеры *n*-алкенов и *n*-алкинов C<sub>10</sub>—C<sub>14</sub> не поддавались разделению и выходили из колонок вместе. Чтобы разделить эти изомеры, и потребовалось настоящее исследование. Нами были изготовлены капиллярные колонки с более тонким слоем полиэтиленгликоля 20М (ПЭГ 20М) и изучены их свойства.

Основные цели работы:

- 1) усовершенствование способа нанесения жидкой фазы на стенки капиллярной колонки для обеспечения ее высокой эффективности и селективности;
- 2) исследование аналитических свойств полученных колонок;
- 3) установление оптимальных условий газохроматографического разделения вышеназванных углеводов.

### Экспериментальная часть

Исследование проводили на приборе «Хром-3» с пламенно-ионизационным детектором. Газом-носителем служил гелий. Деление газовых потоков на входе в колонку составляло ~1:150. Температура испарителя 300°C. Было испытано пять капиллярных колонок из нержавеющей стали с внутренним диаметром 0,25 мм и длиной 50 м, а также две 100-метровые колонки, которые получали соединением двух 50-метровых (характеристику колонок и условия анализа см. в табл. 1). Капилляры очищали, промывая их растворителями (~15 мл) под давлением аргона (5 кг/см<sup>2</sup>). В качестве растворителей использовали метанол, изопропанол, хлороформ, изопропанол, 10%-ную азотную кислоту, воду, метанол и хлороформ. Неподвижную жидкую фазу наносили на внутреннюю поверхность колонки динамическим методом. Для этого готовили 1—5%-ные растворы ПЭГ 20М в хлороформе; 0,2—0,3 мл раствора под давлением аргона (2,5 кг/см<sup>2</sup>) пропускали через колонку. Для выделения растворителя колонку продували аргоном в течение 24 ч под давлением 1,5 кг/см<sup>2</sup> при комнатной температуре. После этого в течение ~8 ч температуру колонки повышали до 200°.

Характеристики капиллярных колонок с ПЭГ 20М  
при 70 °С и условия эксперимента

Показатель	Колонка						
	1*	2	3	4	5	6	7
Длина колонок, м	100	50	50	50	50	50	100
Содержание ПЭГ 20М в CHCl <sub>3</sub>	5,5	5,6	3,3	2,5	2,5	1,8	2,5
% мг/мл CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>	88,2	88,4	50,1	38,9	38,9	26,7	38,9
Емкостный фактор К: для <i>n</i> -додекана	3,02	3,84	2,84	1,76	1,70	1,50	2,09
для 1-тетрадецена	15,6	20,2	14,9	9,10	9,80	7,83	10,9
Число теоретических тарелок: по <i>n</i> -додекану	57000	50000	54000	63000	56000	52000	100000
по 1-тетрадецену	86000	90000	72000	90000	90000	79000	120000
Число теоретических тарелок на 1 м: по <i>n</i> -додекану	570	1000	1080	1260	1120	1040	1000
по 1-тетрадецену	860	1800	1440	1800	1800	1580	1200
Температура колонки, °С	61—80	65—80	65—80	65—75	63—65	65—70	61—80
Давление газа-носителя на входе в колонку, кг/см <sup>2</sup>	3,0—3,5	1,6—2,0	1,5—2,2	1,6—2,0	2,1	1,7—2,2	3,0—3,5
Скорость газа-носителя, мл/мин	0,4—0,5	0,2—0,4	0,2—0,6	0,3—0,4	0,4—0,5	0,3—0,6	0,4—0,5

\* Колонка изготовлена раньше [5].

## Обсуждение результатов

Измерены были индексы удерживания (*I*) *n*-тридеценов, *n*-тетрадеценов и *n*-алкинов C<sub>10</sub>—C<sub>14</sub> на колонках с различной толщиной слоя ПЭГ 20М в интервале температур 61—80° (табл. 2, 3) и емкостные факторы (*K*) тех же углеводородов при 65—70° (табл. 3, 4), а также изучена зависимость структурных инкрементов (*H*) от *K* при 70° для 1-алкинов и 1-алкинов (рис. 1). Средняя квадратичная ошибка измерений *I* составляла ±0,5 ед.

**Зависимость *I* от *K*** носит нелинейный характер: величины изученных соединений увеличиваются с повышением коэффициента *K*, но лишь до образования определенной толщины пленки ПЭГ 20М (табл. 2—4, рис. 1). С увеличением числа атомов углерода *n* в молекуле величины *K* *n*-алкенов и *n*-алкинов увеличиваются больше в случае колонок с более толстым слоем ПЭГ 20М. Благодаря этому время анализа высших гомологов с уменьшением толщины слоя ПЭГ 20М сокращается. Более низкие значения *I* *n*-алкенов и *n*-алкинов на колонках с тонким слоем неподвижной фазы можно объяснить частичной ориентацией гидроксильных групп ПЭГ 20М к поверхности стенки капилляра [6]. Зависимость *I* от *K* выражается уравнением

$$I = A + B/K, \quad (1)$$

константы *A*, *B* и коэффициенты корреляции *r* которого для *n*-тетрадеценов приведены в табл. 5.

Индексы удерживания I n-алкенов C<sub>13</sub>—C<sub>14</sub> на капиллярных колонках с ПЭГ 20М при 65 и 70 °С

Углеводород	Колонка											
	1		2		3		4		6		7	
	65°	70°	65°	70°	65°	70°	65°	70°	65°	70°	65°	70°
1-Додецен *	1242,9	1243,6	1242,5	1241,9	1242,6	1235,7	1236,3	1231,6	1232,2	1235,1	1236,3	
1-Тридецен	1342,6	1343,1	1342,5	1340,8	1342,0	1334,5	1335,8	1331,6	1331,9	1334,6	1335,5	
транс-2-Тридецен	1357,9	1358,1	1357,2	1355,0	—	1347,5	1348,4	1343,3	1344,1	1348,0	1349,0	
цис-2-Тридецен	1366,8	1367,7	1367,3	1365,4	—	1356,6	1357,2	1351,6	1352,8	1357,0	1358,8	
транс-3-Тридецен	1388,8	1389,0	1387,7	1387,0	—	1380,8	1382,3	1328,0	1328,0	1331,1	1331,8	
цис-3-Тридецен	1340,5	1341,2	1341,8	1340,8	—	1332,7	1334,5	1328,9	1330,7	1333,4	1334,2	
транс-4-Тридецен	1329,6	1329,8	1328,4	1328,1	—	1324,8	1326,5	1319,1	1320,8	1322,4	1323,7	
цис-4-Тридецен	1332,8	1333,6	1331,9	1331,3	—	1324,8	1326,5	1321,9	1322,9	1325,5	1326,9	
транс-5-Тридецен	1328,1	1328,4	—	—	—	1321,8	1322,7	1317,9	1318,6	1321,4	1322,3	
цис-5-Тридецен	1327,1	1327,9	—	1325,8	—	1320,5	—	1315,9	1317,5	1319,5	—	
транс-6-Тридецен	1325,4	1325,9	—	—	—	1319,7	1321,0	1316,5	1317,9	1319,5	1320,4	
цис-6-Тридецен	1323,4	1324,3	—	1323,1	—	1317,4	1317,9	1313,9	1315,3	1317,5	1319,0	
1-Тетрадецен	1442,1	1442,6	1442,9	1440,9	1441,7	1433,5	1434,7	1428,7	1431,4	1431,9	1433,9	
транс-2-Тетрадецен	1457,7	1458,0	1456,2	1454,8	1455,5	1445,6	1447,1	1441,4	1443,3	1444,3	1446,9	
цис-2-Тетрадецен	1466,2	1466,0	—	—	—	—	—	1449,4	1451,3	1453,3	1456,0	
транс-3-Тетрадецен	1437,8	1438,0	1437,5	1436,3	1436,8	1430,1	1430,3	1425,9	1428,3	1428,3	1430,1	
цис-3-Тетрадецен	1439,8	1439,2	1439,6	1439,3	1440,0	1431,4	1432,7	1427,3	1429,1	1430,2	1432,4	
транс-4-Тетрадецен	1428,1	1428,5	1428,2	1426,9	1428,0	1421,2	1422,3	1417,5	1419,9	1421,7	1421,7	
цис-4-Тетрадецен	1430,2	1431,1	1432,0	1430,1	1431,1	1422,5	1424,4	1419,4	1422,3	1424,0	1424,4	
транс-5-Тетрадецен	1425,6	1426,1	1426,9	1425,0	1425,6	1419,3	1420,6	1415,8	1418,6	1418,0	1419,8	
цис-5-Тетрадецен	1424,4	1425,3	1424,4	1423,6	1424,6	1417,0	1418,6	1413,6	1416,1	1417,9	1417,9	
транс-6-Тетрадецен	1423,3	1423,8	1423,4	1422,2	1422,4	1416,4	1418,3	1411,8	1415,3	1416,1	1417,1	
цис-6-Тетрадецен	1419,9	1420,8	1420,7	1420,0	1421,4	1413,0	1415,2	1410,3	1411,7	1412,4	1414,7	
транс-7-Тетрадецен	1421,7	1422,3	1421,5	1420,6	1421,6	1415,8	1417,3	1412,5	1414,7	1415,8	1415,8	
цис-7-Тетрадецен	1418,7	1419,5	1418,0	1417,6	1418,5	1411,1	1412,2	1408,3	1410,0	1410,2	1412,5	

\* Данные для 1-додецена приведены для сравнения (здесь и в табл. 4 и 5).

Индексы удерживания  $I$  и емкостные факторы  $K$   $n$ -алкинов  $C_{10}-C_{14}$ 

Угле- водород	Колонка 1				Колонка 7			
	$I$			$K$	$I$			$K$
	61°	70°	80°	70°	61°	70°	80°	70°
1-Децин	1228,8	1226,8	1230,0	3,78	1211,1	1212,1	—	2,14
2-Децин	1253,2	1255,5	1256,9	4,48	1234,5	1237,1	—	2,55
3-Децин	1197,5	1202,7	1203,1	3,13	1185,3	1187,5	—	1,80
4-Децин	1184,4	}1186,1	}1188,1	}2,80	1170,2	1172,5	—	1,62
5-Децин	1182,7				1168,4	1171,0	—	1,60
1-Ундецин	—	1329,1	1329,7	7,38	1307,8	1310,0	1311,6	4,24
2-Ундецин	—	1354,0	1355,9	8,74	1330,4	1334,1	1337,4	5,04
3-Ундецин	—	1300,0	1301,3	6,06	1281,1	1283,8	1285,8	3,53
4-Ундецин	1281,6	1282,5	1284,1	5,38	1264,7	1267,6	1269,1	3,15
5-Ундецин	1277,5	1278,8	1280,4	5,25	1261,1	1263,6	1266,0	3,07
1-Додецин	—	1427,8	1428,9	14,37	1404,8	1407,4	1409,6	8,47
2-Додецин	—	1452,0	1455,0	16,92	1426,7	1430,9	1434,7	10,01
3-Додецин	—	1398,5	1400,0	11,80	1377,1	1380,0	1382,5	6,96
4-Додецин	—	1379,5	1381,0	10,37	1359,7	1362,7	1365,3	6,17
5-Додецин	—	}1374,0	}1375,9	}10,00	1354,5	}1357,7	}1360,8	}5,95
6-Додецин	—				1353,7			
1-Тридецин	—	1526,1	1527,2	27,84	—	1503,8	1506,7	16,78
2-Тридецин	—	1549,9	1552,9	32,68	—	1526,9	1531,5	19,77
3-Тридецин	—	1495,3	1498,5	22,63	—	1476,5	1479,7	13,83
4-Тридецин	—	1475,8	1478,7	19,85	—	1458,0	1461,2	12,13
5-Тридецин	—	1469,2	1472,2	18,99	—	1452,3	1455,4	11,65
6-Тридецин	—	1466,5	1469,4	18,64	—	1449,1	1452,6	11,39
1-Тетрадецин	—	—	1626,2	—	—	—	1603,5	—
2-Тетрадецин	—	—	1651,8	—	—	—	1628,3	—
3-Тетрадецин	—	—	1596,0	—	—	1572,2	1576,4	27,24
4-Тетрадецин	—	—	1576,0	—	—	1553,6	1557,8	23,88
5-Тетрадецин	—	—	1568,6	—	—	1546,9	1551,0	22,77
6-Тетрадецин	—	—	1564,3	—	—	1543,0	1546,9	22,14
7-Тетрадецин	—	—	1562,3	—	—	1541,3	1545,1	21,88

**Разделение изомерных  $n$ -тридецинов и  $n$ -тетрадецинов.** Исследовали разделение всех теоретически возможных 11 изомеров  $n$ -тридецинов (9 из них кипят в пределах  $1,6^\circ$ ) и 13 изомеров  $n$ -тетрадецинов (11 из них кипят в пределах  $2^\circ$ ). Наиболее трудно поддавались разделению изомеры с двойной связью в середине цепи (5-, 6- и 7-алкены), а также 1-алкен и *цис*-3-алкен.

Анализы на ПЭГ 20М проводили при самых низких из возможных температур ( $61-70^\circ$ ). Ниже  $60^\circ$  эффективность колонки резко понижается, так как ПЭГ 20М начинает выкристаллизовываться. Зависимость  $I$  от  $T$  у *цис*-алкенов немного выше, чем у *транс*-алкенов; уменьшение  $T$  ведет к улучшению разделения *цис*- и *транс*-алкенов с двойной связью в середине цепи, так как при  $61-70^\circ$  *цис*-5-, *цис*-6- и *цис*-7-алкены элюируются раньше соответствующих *транс*-алкенов. Отделение 1-алкена от *цис*-3-алкена тоже улучшается при низких температурах колонки.

Другую возможность для улучшения разделения изомеров  $n$ -алкенов открывает уменьшение полярности колонки, которая нелинейно зависит от толщины слоя ПЭГ 20М (рис. 1).

Хроматограммы изомерных  $n$ -тетрадецинов на 50-метровых колонках разной полярности при  $65^\circ$  (рис. 2) показали, что 1- и *цис*-3-тетрадецины, а также *цис*- и *транс*-5-, -6- и -7-тетрадецины разделяются на 4-й колонке немного лучше, чем на 2-й. Разделить *транс*-6- и

Таблица 4

Емкостные факторы  $K$   $n$ -алкенов  $C_{13}$ — $C_{14}$  на капиллярных колонках с ПЭГ 20М при 65 и 70 °С

Углеводород	Колонка										
	1		2		3		4		6		7
	70°	70°	65°	70°	65°	70°	65°	70°	65°	70°	
1-Додецен	4,06	5,14	4,97	3,82	3,10	2,37	2,38	1,86	2,73		
1-Тридецен	7,99	10,17	9,91	7,53	6,45	4,81	5,02	3,79	5,43		
транс-2-Тридецен	8,79	11,24	—	—	—	5,55	5,48	4,20	5,94		
цис-2-Тридецен	9,47	12,04	—	—	—	5,92	5,83	4,47	6,33		
транс-3-Тридецен	7,74	9,94	—	—	—	4,95	4,82	3,76	5,29		
цис-3-Тридецен	—	—	—	—	—	—	4,86	4,04	5,39		
транс-4-Тридецен	7,27	9,94	—	—	—	4,68	4,52	3,50	5,00		
цис-4-Тридецен	7,49	9,54	—	—	—	—	4,72	3,67	5,11		
транс-5-Тридецен	—	—	—	—	—	4,63	4,71	3,63	4,96		
цис-5-Тридецен	—	—	—	—	—	—	4,51	3,39	—		
транс-6-Тридецен	7,12	—	—	—	—	4,57	4,54	3,58	4,90		
цис-6-Тридецен	7,12	—	—	—	—	—	4,43	3,41	4,85		
1-Тетрадецен	15,64	20,17	19,95	14,92	13,49	9,71	10,38	7,83	10,54		
транс-2-Тетрадецен	17,18	22,08	22,00	16,38	14,69	10,50	11,22	8,58	11,51		
цис-2-Тетрадецен	18,49	—	—	—	—	—	11,92	9,04	12,30		
транс-3-Тетрадецен	15,14	19,50	19,32	14,42	13,09	9,45	10,18	7,65	10,29		
цис-3-Тетрадецен	15,50	19,97	19,72	14,74	13,21	9,57	10,07	7,90	10,44		
транс-4-Тетрадецен	14,24	18,28	18,10	13,59	12,25	8,89	9,45	7,33	9,70		
цис-4-Тетрадецен	14,61	18,73	18,50	13,87	12,37	9,02	9,60	7,47	9,87		
транс-5-Тетрадецен	14,22	18,09	18,00	13,36	12,07	8,78	9,34	7,13	9,58		
цис-5-Тетрадецен	14,22	17,77	17,67	13,27	11,82	8,66	9,24	7,09	9,40		
транс-6-Тетрадецен	—	17,64	17,50	13,07	11,86	8,64	9,03	7,04	9,47		
цис-6-Тетрадецен	13,54	17,50	17,24	12,98	11,54	8,45	8,86	6,95	9,25		
транс-7-Тетрадецен	—	17,60	17,44	13,00	11,78	8,58	9,04	7,27	9,32		
цис-7-Тетрадецен	13,30	17,22	16,94	12,73	11,35	8,29	8,77	6,84	9,19		

Таблица 5

Константы  $A$ ,  $B$  и коэффициенты корреляции  $r$  уравнения (1) для  $n$ -тетрадециенов при 65 и 70 °С

Углеводород	$A$	$B$	$r$	$A$	$B$	$r$
	65°			70°		
1-Додецен	1251,4	-47,2	-0,9985	1252,4	-37,8	-0,9996
1-Тридецен	1350,0	-94,4	-0,9885	1352,2	-77,4	-0,9989
1-Тетрадецен	1453,8	-264,7	-0,9950	1452,9	-171,5	-0,9953
транс-2-Тетрадецен	1468,1	-308,6	-0,9818	1468,9	-222,3	-0,9966
транс-3-Тетрадецен	1447,7	-224,7	-0,9971	1446,2	-141,4	-0,9824
цис-3-Тетрадецен	1451,3	-247,6	-0,9866	1452,5	-186,7	-0,9987
транс-4-Тетрадецен	1436,9	-186,2	-0,9953	1437,4	-130,7	-0,9956
цис-4-Тетрадецен	1441,2	-215,2	-0,9800	1441,3	-145,6	-0,9893
транс-5-Тетрадецен	1434,7	-179,3	-0,9948	1433,5	-108,6	-0,9913
цис-5-Тетрадецен	1434,3	-195,1	-0,9911	1434,3	-131,4	-0,9944
транс-6-Тетрадецен	1433,1	-194,1	-0,9983	1430,7	-108,1	-0,9997
цис-6-Тетрадецен	1429,7	-177,8	-0,9750	1432,5	-145,5	-0,9997
транс-7-Тетрадецен	1429,1	-152,2	-0,9963	1430,3	-113,0	-0,9994
цис-7-Тетрадецен	1427,1	-170,2	-0,9816	1428,3	-128,1	-0,9912

цис-5-тетрадециены на 50-метровых колонках с ПЭГ 20М не удалось. На 50-метровых колонках не разделялись также транс-6- и цис-5-тридециены и 1- и цис-3-тридециены (рис. 3, А). Для повышения эффективности разделения соединили 4-ю и 5-ю колонки и получили таким

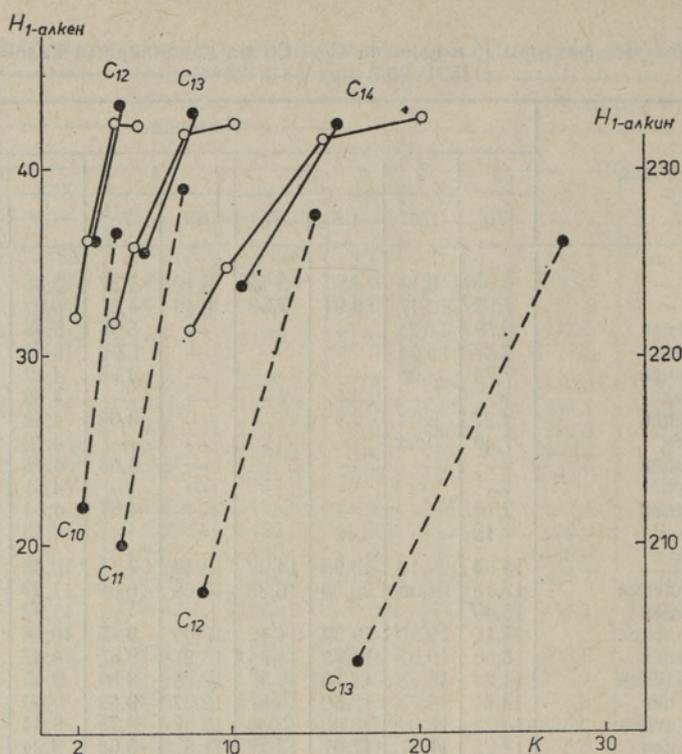


Рис. 1. Зависимость структурных инкрементов  $H$  от емкостного фактора  $K$  для 1-алкенов (сплошная линия) и 1-алкинов (пунктир)  $C_{10}$ — $C_{14}$  при  $70^\circ\text{C}$ ;  $\circ$  — 50-метровые и  $\bullet$  — 100-метровые колонки.

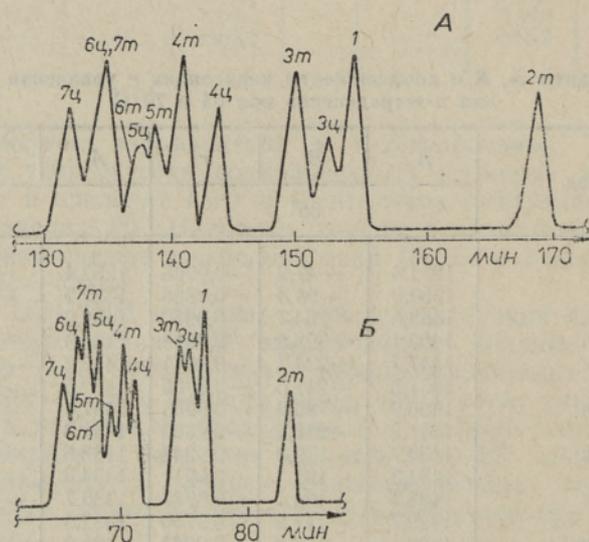


Рис. 2. Хроматограммы  $n$ -тетрадеценов на 2-й (А) и 4-й (Б) колонках с ПЭГ 20М при температуре  $65^\circ\text{C}$  и давлении гелия  $2,1 \text{ кПа}$ . Цифры у пиков — положение двойной связи; ц, т — *цис*- и *транс*-изомеры.

образом 100-метровую, на которой разделялись 1- и *цис*-3-тридецены, а также улучшилось разделение *транс*-4- и *транс*-5-тридеценов, *цис*-6-

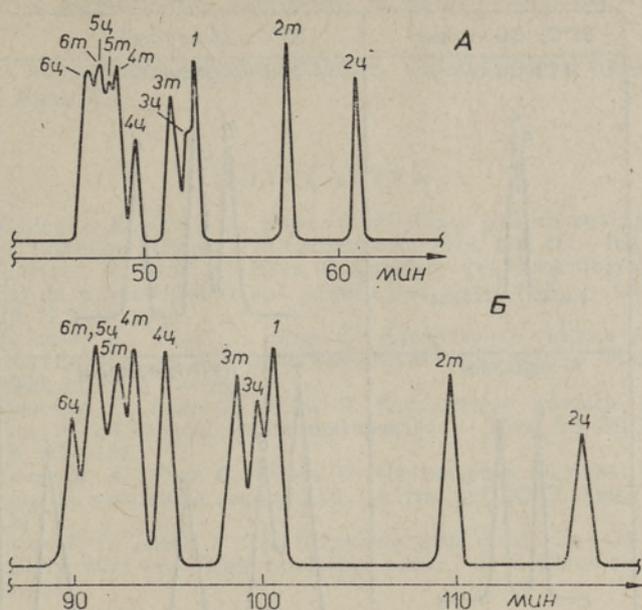


Рис. 3. Хроматограммы *n*-тридеценов на 50-метровой (А) и 100-метровой (Б) колонках с ПЭГ 20М при 64 °С.

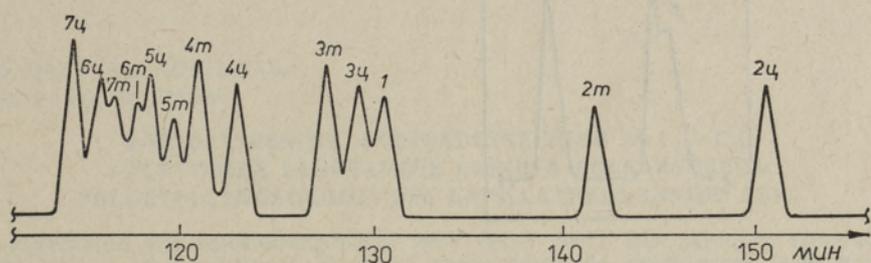


Рис. 4. Хроматограмма *n*-тетрадеценов на 7-й 100-метровой колонке с ПЭГ 20М при 71 °С и давлении гелия 3,1 кг/см<sup>2</sup>.

и *цис*-5-тридеценов (рис. 3, Б). И все же *цис*-5- и *транс*-6-тридецены остались не разделенными. При 65° поддались разделению 12 изомеров *n*-тетрадеценов из 13 возможных. Чтобы улучшить разделение *цис*-5- и *транс*-6-тетрадеценов, температуру колонки повысили до 71° (рис. 4).

**Разделение изомерных *n*-алкинов C<sub>10</sub>—C<sub>14</sub>.** Большие величины времен удерживания *n*-алкинов на ПЭГ 20М дают возможность разделять на этих колонках при 61—80° не только изомеры *n*-три- и тетрадецинов, но и изомеры *n*-алкинов C<sub>10</sub>—C<sub>12</sub>. Индексы удерживания этих соединений уменьшаются с уменьшением полярности колонки больше, чем *n*-алкенов. На 1-й колонке (5,5% ПЭГ 20М) величины *I* *n*-алкинов на 12—20 ед., а *n*-алкенов на 7—10 ед. больше, чем на 7-й колонке (2,5% ПЭГ 20М) (табл. 2 и 3).

Самые трудноразделяемые пары при анализе изомерных *n*-алкинов C<sub>10</sub>—C<sub>14</sub> — это 4- и 5-децины, а также 5- и 6-додeciны. Другие изомеры на 100-метровых колонках с ПЭГ 20М разделяются полностью. На 7-й колонке (100 м, 2,5% ПЭГ 20М) при 61° и давлении гелия 3,0 кг/см<sup>2</sup> не полностью разделились 4- и 5-децины (*dI*=1,8 ед.) и 5-

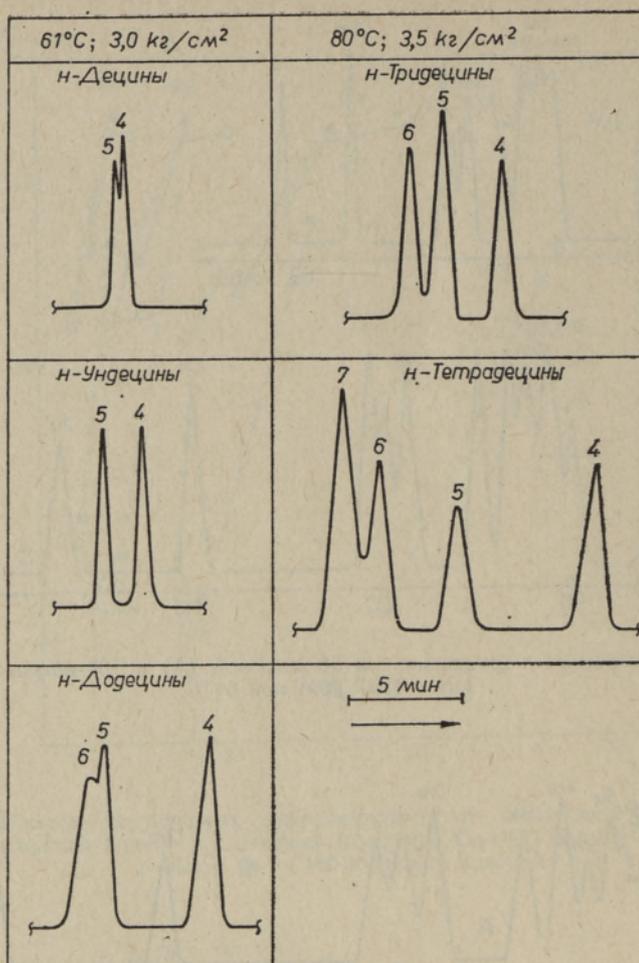


Рис. 5. Разделение внутренних изомеров *n*-алкинов  $C_{10}$ — $C_{14}$  на 7-й 100-метровой колонке с ПЭГ 20М. Цифры у пиков — положение тройной связи.

и 6-доддецины ( $dI=0,8$  ед.). Время удерживания *n*-доддецинов 3,5 ч. Так как элюирование *n*-три- и тетрадецинов на колонке с ПЭГ 20М занимает много времени, а разделение 5- и 6-тридецинов, а также 5-, 6- и 7-тетрадецинов не представляет трудностей, то их анализ можно проводить при более высоких температурах колонки и давлениях газаносителя (рис. 5). При 80° и давлении гелия 3,5 кг/см<sup>2</sup> время выхода *n*-тридецинов 2 ч, а *n*-тетрадецинов 3 ч 50 мин.

### Выводы

1. Изготовлены капиллярные колонки с разной толщиной пленки ПЭГ 20М и исследована на них зависимость  $I$  от  $K$  для *n*-алкенов и *n*-алкинов  $C_{10}$ — $C_{14}$ .
2. Установлены оптимальные условия, обеспечивающие разделение 10 из 11 изомеров *n*-тридецинов, всех 13 изомеров *n*-тетрадецинов и всех изомеров *n*-алкинов  $C_{10}$ — $C_{14}$ . Времена удерживания *n*-алкенов и *n*-алки-

нов  $C_{10}$ — $C_{14}$  на 50-метровых колонках не превышают 2,5 ч, на 100-метровых — 3,5 ч.

3. Выведено корреляционное уравнение, позволяющее предсказать величины  $I$  на базе  $K$ .

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Rang, S., Kuningas, K., Orav, A., Eisen, O. Capillary gas chromatography of  $n$ -alkynes. I. Retention indices. — J. Chromatogr., 1976, 119, 451—460.
2. Rang, S., Kuningas, K., Orav, A., Eisen, O. Capillary gas chromatography of  $C_6$ — $C_{14}$   $n$ -alkenes on polyphenylether and polyethylene glycol 4000. — Chromatographia, 1977, 10, N 2, 55—64.
3. Орав А., Кунингас К., Ранг С., Эйзен О. Капиллярная газовая хроматография  $n$ -алкенов  $C_{10}$ — $C_{13}$  на 1,2,3-трис(2-цианэтокси)пропане. — Изв. АН ЭССР. Хим., 1980, 29, № 1, 18—24.
4. Орав А., Кунингас К., Ранг С., Эйзен О. Капиллярная газовая хроматография  $n$ -алкинов на 1,2,3-трис(2-цианэтокси)пропане. — Изв. АН ЭССР. Хим., 1980, 29, № 3, 177—184.
5. Орав А., Кунингас К., Ранг С., Эйзен О. Капиллярная газовая хроматография  $n$ -алкинов на полиэтиленгликоле 20М. — Изв. АН ЭССР. Хим., 1980, 29, № 4, 262—270.
6. Soják, L., Krupčík, J., Janák, J. Gas chromatography of all  $C_{15}$ — $C_{18}$  linear alkenes on capillary with very high resolution power. — J. Chromatogr., 1980, 195, N 1, 43—64.

Институт химии  
Академии наук Эстонской ССР

Поступила в редакцию  
18/IX 1984

Anne ORAV, Kai KUNINGAS,  
Silvia RANG, O. EISEN

#### **$n$ -TRIDETSEENIDE, $n$ -TETRADETSEENIDE JA $C_{10}$ — $C_{14}$ $n$ -ALKÜÜNIDE LAHUTAMINE ERINEVA POLAARSUSEGA POLÜETÜLEENGLÜKOOLI 20M KAPILLAARKOLONNIDE ABIL**

On valmistatud viis polüetüleenglükooli 20M (PEG 20M) kihi paksuselt erinevat 50 meetri pikkust kapillaarkolooni, arvatatud nende koloonide efektiivsused ja mahtuvustegurid, määratud  $n$ -alkeenide retentsiooniindeksid ning leitud optimaalsed tingimused nende isomeeride eraldamiseks. 100 meetri pikkuse õhukese PEG 20M kihiga kolooni abil õnnestus eraldada kõik  $C_{10}$ — $C_{14}$   $n$ -alküünide ja  $C_{13}$ — $C_{14}$   $n$ -alkeenide isomeerid, v. a. *cis*-5- ja *trans*-6-tridetseenid.

Anne ORAV, Kai KUNINGAS,  
Silvia RANG, O. EISEN

#### **CAPILLARY GAS CHROMATOGRAPHY OF $n$ -TRIDECENES, $n$ -TETRADECENES AND $C_{10}$ — $C_{14}$ $n$ -ALKYNES ON POLYETHYLENE GLYCOL 20M OF DIFFERENT POLARITY**

Five 50-meter capillary columns with different thickness of polyethylene glycol 20M (PEG 20M) film were prepared. Efficiency and capacity ratios of these columns were determined. The separation of isomers of  $C_{13}$ — $C_{14}$   $n$ -alkenes and  $C_{10}$ — $C_{14}$   $n$ -alkynes on these columns were studied at minimum low working temperatures of PEG 20M (61—70°). All isomers of  $C_{10}$ — $C_{14}$   $n$ -alkynes and  $C_{13}$ — $C_{14}$   $n$ -alkenes (except *cis*-5- and *trans*-6-tridecenes) were separated on 100-meter columns with thin PEG 20M film and 120 000 theoretical plates.