

Тийна ЛИННАС, О. КИРРЕТ

## ГЕЛЬ-ХРОМАТОГРАФИЯ ДИКАРБОНОВЫХ КИСЛОТ И ИХ ДИМЕТИЛОВЫХ ЭФИРОВ С НОРМАЛЬНОЙ И РАЗВЕТВЛЕННОЙ ЦЕПЬЮ

Tiiina LINNAS, O. KIRRET. NORMAALSE JA HARGNENUD AHELAGA DIKARBOKSOOLHAPETE JA NENDE DIMETÜLESTRITE GEELKROMATOGRAAFIA

Tiiina LINNAS, O. KIRRET. GEL-CHROMATOGRAPHY OF LINEAR AND BRANCHED CHAIN DICARBOXYLIC ACIDS AND DIMETHYL ESTERS OF DICARBOXYLIC ACIDS

Адсорбционная хроматография на сефадексе G-25 и LH-20 была успешно применена для анализа и разделения бензойной кислоты от алифатических кислот [1] линейных и циклических мономеров в найлонах 66, 6 и 6 10 [2], а также для препаративного разделения различных изомеров пуринов [3].

В данной работе сделана попытка разделить на геле LH-20 различные дикарбоновые кислоты и их эфиры, имеющие нормальную и разветвленную цепь.

### Экспериментальная часть

Для гель-хроматографии использовалась установка, состоящая из колонны (9,5 мм × 2,0 м), сосуда элюента и фракционного коллектора OE-604 (скорость элюирования 16 мл/ч). Для наполнителя колонны применяли сефадекс LH-20 (фирмы Pharmacia) в метаноле. Для определения  $V$  (объем элюирования) и  $V_0$  (свободный объем) в колонну вводили 1 мл пробы в 1 мл метанола. Оптическую плотность ( $D_{\text{опт.}}$ ) фракции определяли в диапазоне 230 мк на УФ-спектрофотометре (СПЕКТРОМОМ 201).

### Разделение диметилвых эфиров дикарбоновых кислот на сефадексе LH-20

Фракции диметилвых эфиров дикарбоновых кислот	Состав смеси диэфиров, %		Объем элюирования $V$ , мл		Свободный объем $V_0$ , мл
	Эфир с нормальной цепью	$\alpha$ -метил	Эфир с нормальной цепью	$\alpha$ -метил	
$C_6$	96,6	3,4	100,0	107,0	43,5
$C_7$	96,0	4,0	97,0	100,5	43,5
$C_8$	95,0	5,0	95,0	99,5	43,5

Примечание.  $C_6$  — смесь диметилвых эфиров адипиновой и  $\alpha$ -метил адипиновой кислот;  $C_7$  — смесь диметилвых эфиров пимелиновой и  $\alpha$ -метил пимелиновой кислот;  $C_8$  — смесь диметилвых эфиров пробоквой и  $\alpha$ -метил пробоквой кислот.

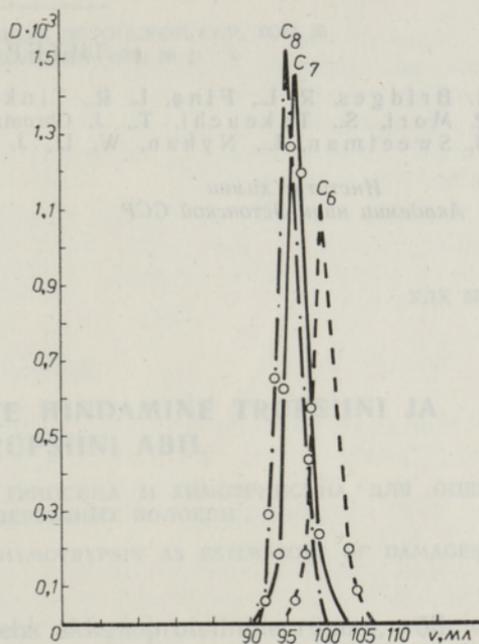


Рис. 1. Хроматограмма чистых диметилвых эфиров  $C_6$  (диметилвый эфир адапниновой кислоты),  $C_7$  (диметилвый эфир пимелиновой кислоты),  $C_8$  (диметилвый эфир корковой кислоты).

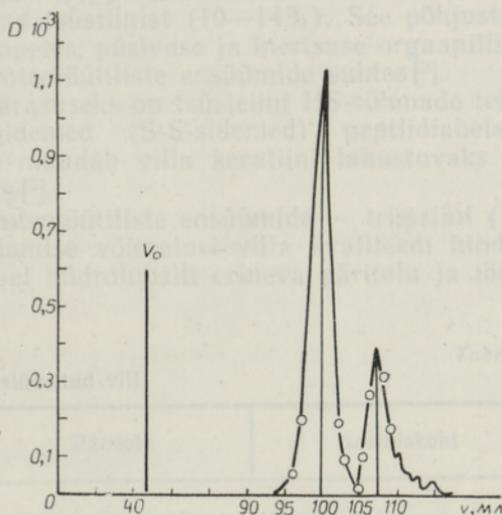


Рис. 2. Хроматограмма диметилвых эфиров фракции  $C_6$ . Свободный объем ( $V_0$ ) определен с помощью поливинилового ацетата.

Эфиры дикарбоновых кислот с различной длиной цепи элюируются по общим правилам гель-фильтрации, т. е. эфиры с длинными цепями элюируются раньше (таблица), а разделение их по такой методике невозможно (рис. 1).

$\alpha$ -Метилпроизводные эфиров дикарбоновых кислот элюируются позже эфиров с нормальной цепью (таблица), и эту методику в принципе можно применять для количественного разделения их (рис. 2).

На этой же колонне и в таком же порядке, как эфиры, были элюированы дикарбоновые кислоты  $C_{10}$  и  $C_5$ , однако, поскольку их пики размываются, разделение на колонке с LH-20 невозможно.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Bridges, R. L., Fina, L. R., Tinkler, S. L., J. Chromatogr., **39**, 519 (1969).
2. Mori, S., Takeuchi, T., J. Chromatogr., **50**, 419 (1970).
3. Sweetman, L., Nyhan, W. L., J. Chromatogr., **32**, 662 (1968).

Институт химии  
Академии наук Эстонской ССР

Поступила в редакцию  
13/XI 1975

Таблица 1. ДИМЕТИЛСЫ ДИКАРБОНОВЫХ КИСЛОТ И ИХ ЭФИРОВ

Таблица 2. ДИМЕТИЛСЫ ДИКАРБОНОВЫХ КИСЛОТ И ИХ ЭФИРОВ С НОРМАЛЬНОЙ И РАЗВЕТВЛЕННОЙ

Таблица 3. ДИМЕТИЛСЫ ДИКАРБОНОВЫХ КИСЛОТ И ИХ ЭФИРОВ С НОРМАЛЬНОЙ И РАЗВЕТВЛЕННОЙ

Таблица 4. ДИМЕТИЛСЫ ДИКАРБОНОВЫХ КИСЛОТ И ИХ ЭФИРОВ С НОРМАЛЬНОЙ И РАЗВЕТВЛЕННОЙ

Таблица 5. ДИМЕТИЛСЫ ДИКАРБОНОВЫХ КИСЛОТ И ИХ ЭФИРОВ С НОРМАЛЬНОЙ И РАЗВЕТВЛЕННОЙ

Таблица 6. ДИМЕТИЛСЫ ДИКАРБОНОВЫХ КИСЛОТ И ИХ ЭФИРОВ С НОРМАЛЬНОЙ И РАЗВЕТВЛЕННОЙ

Таблица 7. ДИМЕТИЛСЫ ДИКАРБОНОВЫХ КИСЛОТ И ИХ ЭФИРОВ С НОРМАЛЬНОЙ И РАЗВЕТВЛЕННОЙ

Таблица 8. ДИМЕТИЛСЫ ДИКАРБОНОВЫХ КИСЛОТ И ИХ ЭФИРОВ С НОРМАЛЬНОЙ И РАЗВЕТВЛЕННОЙ

Таблица 9. ДИМЕТИЛСЫ ДИКАРБОНОВЫХ КИСЛОТ И ИХ ЭФИРОВ С НОРМАЛЬНОЙ И РАЗВЕТВЛЕННОЙ

Таблица 10. ДИМЕТИЛСЫ ДИКАРБОНОВЫХ КИСЛОТ И ИХ ЭФИРОВ С НОРМАЛЬНОЙ И РАЗВЕТВЛЕННОЙ

Таблица 11. ДИМЕТИЛСЫ ДИКАРБОНОВЫХ КИСЛОТ И ИХ ЭФИРОВ С НОРМАЛЬНОЙ И РАЗВЕТВЛЕННОЙ