

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	α -метил	Эфир с нормальной цепью	α -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 α -метил адипиновой кислот; C_7 — смесь диметилвых эфиров пимелиновой и α -метил пимелиновой кислот; C_8 — смесь диметилвых эфиров пробоквой и α -метил пробоквой кислот.

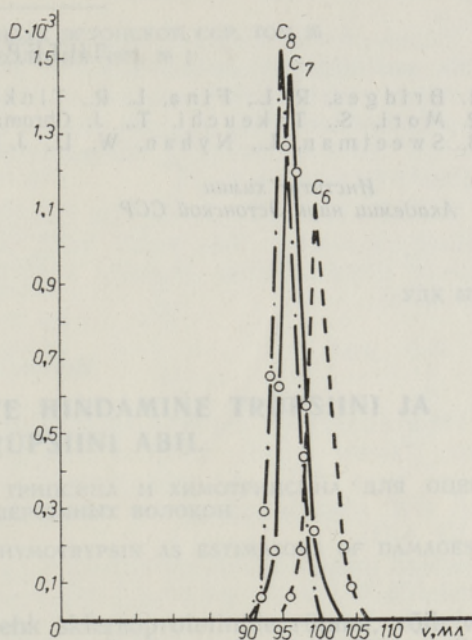


Рис. 1. Хроматограмма чистых диметилвых эфиров C₆ (диметилвый эфир адапниновой кислоты), C₇ (диметилвый эфир пимелиновой кислоты), C₈ (диметилвый эфир корковой кислоты).

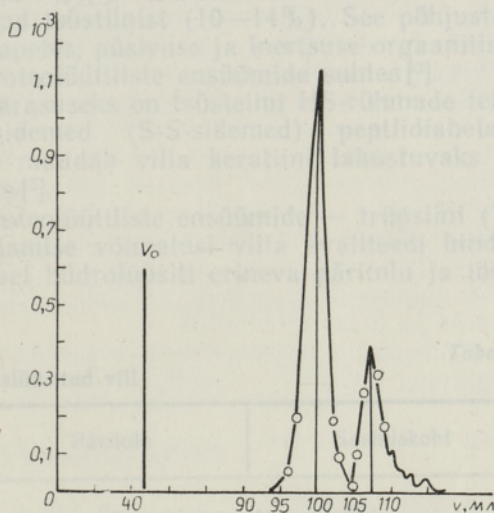


Рис. 2. Хроматограмма диметилвых эфиров фракции C₆. Свободный объем (V₀) определен с помощью поливинилового ацетата.

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).

α -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 C₁₀ и C₅, 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. ХРОМАТОГРАФИЯ ДИКАРБОНОВЫХ КИСЛОТ И ИХ ДИМЕТИЛСЫХ ЭФИРОВ С НОРМАЛЬНОЙ И РАЗВЕТВЛЕННОЙ

ТАБЛИЦА 1. ХРОМАТОГРАФИЯ ДИКАРБОНОВЫХ КИСЛОТ И ИХ ДИМЕТИЛСЫХ ЭФИРОВ С НОРМАЛЬНОЙ И РАЗВЕТВЛЕННОЙ

Рис. 1. Хроматограмма смеси диметилсидных эфиров C₂ (диметиловый эфир уксусной кислоты), C₃ (диметиловый эфир пропионовой кислоты), C₄ (диметиловый эфир масляной кислоты) и C₅ (диметиловый эфир пентагидратной кислоты) на колонке с сорбентом LH-20. Смесь эфиров была приготовлена для анализа и разделена безводной кислотой (1) и водной кислотой (2) на колонке с сорбентом LH-20. Смесь эфиров была приготовлена для анализа и разделена безводной кислотой (1) и водной кислотой (2) на колонке с сорбентом LH-20.

Алюминиевая хроматография на сорбенте LH-20 была успешно применена для анализа и разделения безводной кислотой (1) и водной кислотой (2) на колонке с сорбентом LH-20. Смесь эфиров была приготовлена для анализа и разделена безводной кислотой (1) и водной кислотой (2) на колонке с сорбентом LH-20.

В данной работе с целью изучения разделения на сорбенте LH-20 различных дикарбонновых кислот и их эфиров, проводили нормальную и разветвленную хроматографию.

Экспериментальная часть

Для гелехроматографии использовалась установка, состоящая из колонны (9,5 × 1,3 м), сосуда Эббота и французского коллектора OE-604 (скорость элюирования 18 мл/ч). Для заполнения колонны применяли сорбент LH-20 (фирма Рундгальд) и метанол. Для определения V (общий элюируемый) и V₀ (свободный объем) и колонны, для анализа смеси эфиров применяли сорбент LH-20. Смесь эфиров была приготовлена для анализа и разделена безводной кислотой (1) и водной кислотой (2) на колонке с сорбентом LH-20.

Смесь эфиров была приготовлена для анализа и разделена безводной кислотой (1) и водной кислотой (2) на колонке с сорбентом LH-20. Смесь эфиров была приготовлена для анализа и разделена безводной кислотой (1) и водной кислотой (2) на колонке с сорбентом LH-20.