

К. УРОВ, Юта РИККЕН, И. КЛЕСМЕНТ, О. ЭЙЗЕН

ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ РАЗДЕЛЕНИЕ АНТРАЦЕНА И ФЕНАНТРЕНА В НАСАДОЧНОЙ КОЛОНКЕ

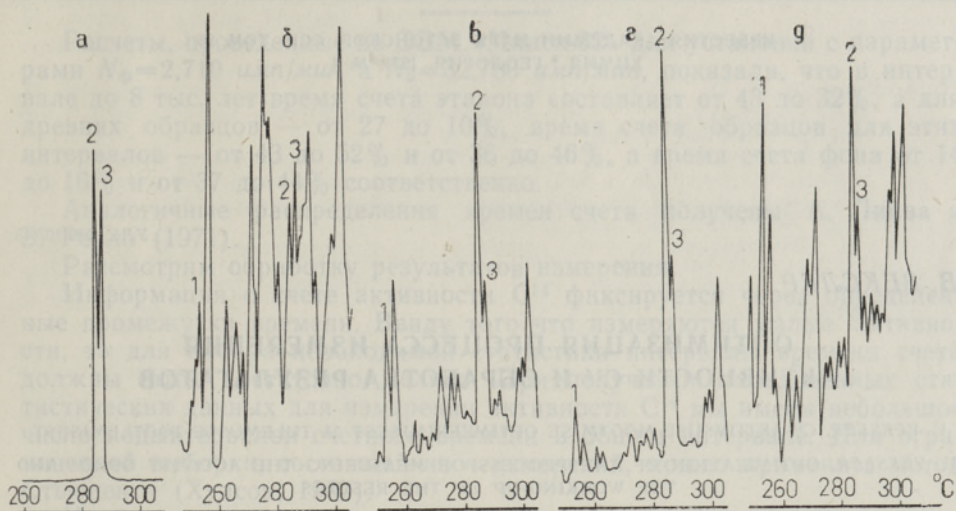
K. UROV, Jüta RIKKEN, I. KLESMENT, O. EISEN. ANTRATSEENI JA FENANTREENI GAASIKROMATOGRAAFILINE LAHUTAMINE TÄIDISKOLONNIS

K. UROV, Jüta RIKKEV, I. KLESMENT, O. EISEN. GAS CHROMATOGRAPHIC SEPARATION OF ANTHRACENE AND PHENANTHRENE IN PACKED COLUMN

Газохроматографическое разделение антрацена и фенантрена представляет значительные трудности из-за высокой температуры кипения и близких физико-химических свойств. По данным литературы [1], в насадочных колонках на обычных жидких фазах они не разделяются или разделяются очень плохо. Для анализа этих соединений использованы длинные капиллярные колонки [2, 3] или газо-адсорбционная хроматография [4]. Исключение составила [1], где удалось добиться разделения указанных углеводородов в 10-метровой капиллярной колонке на неподвижной жидкой фазе OV-101. Нехроматографические методы отдельного определения антрацена и фенантрена (окисление до хинонов, реакция с малеиновым ангидридом, спектрофотометрический [5]) трудоемки и часто неточны.

Наш опыт показал, что разделения антрацена и фенантрена можно достичь в эффективной насадочной колонке средней длины на апиезоне в условиях программирования температуры в широком диапазоне. Применялась колонка из нержавеющей стали длиной 5,8 м и внутренним диаметром 3 мм, носитель — силанизированный хромосорб P DMCS (45—60 меш), неподвижная жидкая фаза — апиезон L (6% веса носителя). Хроматограммы снимались на аппарате «Хром-4» с пламенно-ионизационным детектором (H_2 — 30 мл/мин, воздух — 550 мл/мин) при программировании температуры от 80° до 300°С со скоростью 3°/мин. Скорость газа-носителя (гелий) менялась от 55 мл/мин при 80° до 40 мл/мин в конце программирования. Идентификация антрацена и фенантрена проводилась с помощью эталонных соединений.

На рисунке приведены фрагменты хроматограмм искусственной смеси и концентратов полициклических ароматических углеводородов, извлеченных из технических продуктов, откуда явствует, что в примененных условиях достигается разделение антрацена и фенантрена, достаточное для оценки их относительных количеств. Так, если в смоле полукоксования кукерсита, полученной при стандартном режиме нагрева (полукоксование в алюминиевой реторте), количества антрацена и фенантрена близки при небольшом перевесе антрацена, то в дистилляте коксования



Фрагменты хроматограмм смесей полициклических ароматических углеводородов. *а* — искусственная смесь антрацена и фенантрена; *б* — смола полукоксования кукерсита в алюминиевой реторте; *в* — дистиллят продолжительного коксования остатка атмосферной разгонки генераторной смолы [6]; *г* — смола термического разложения кукерсита в породном отвале Кукрузе [7]; *д* — смола полукоксования диктионемового сланца ЭССР. 1 — флуорен, 2 — фенантрен, 3 — антрацен.

(с дефлегмацией) остатка атмосферной перегонки генераторной смолы [6], а также в смоле, образовавшейся при медленном термоллизе кукерсита в горящем породном отвале [7], фенантрена примерно вдвое больше, чем антрацена. Преобладает фенантрен и в смоле полукоксования диктионемового сланца.

ЛИТЕРАТУРА

1. Gouw T. H., Whittemore I. M., Jentoft R. E., *Anal. Chem.*, **42**, 1394 (1970).
2. Grant D. W., *Anal. Abstr.*, **8**, 3824 (1969).
3. Cantuti V., Carloni G. P., Liberty A., Torri A. G., *J. Chromatogr.*, **17**, 60 (1965).
4. Zane A., *J. Chromatogr.*, **38**, 130 (1968).
5. Глузман Л. Д., Эдельман И. И., Лабораторный контроль коксохимического производства, М., 1968.
6. Клесмент И., Риккен Ю., Эйзен О., Пурре Т., *Изв. АН ЭССР, Хим. Геол.*, **21**, 3 (1972).
7. Уров К. Э., Клесмент И. Р., *Изв. АН СССР. Сер. геол.*, № 6, 121 (1974).

Институт химии
Академии наук Эстонской ССР

Поступила в редакцию
12/XI 1973