

буферная смесь (1:1). Изучено влияние рН в пределах от 3 до 8 на значения R_f исследуемых соединений. Показано, что методом одномерной хроматографии разделение диарилтеллуридов, ди(4-метокси-фенил)теллурида, ди(4-метоксифенил)дителлурида и Те,Те-ди(4-метокси-фенил)-N-(4-нитробензоил)теллурида провести нельзя. Однако, используя метод двумерной обращено-фазовой тонкослойной хроматографии, удалось провести полное разделение смеси, состоящей из ди(4-метоксифенил)теллурида, ди(4-метоксифенил)теллурида, ди(4-метоксифенил) дителлурида и Те,Те-ди(4-метоксифенил)-N-(4-нитробензоил) теллурида. Подобраны условия экстрагирования исследуемых соединений с ТСХ пластин и записи спектров данных соединений. По данным ИК спектров установлено, что при разделении теллуридов методом ТСХ они взаимодействуют с модификатором с превращением в диарилтеллуридтрифторацетаты и диарилтеллуридацетаты. Идентификация методом ИК-Фурье спектроскопии после разделения методом двумерной обращено-фазовой ТСХ позволила установить, что Те,Те-ди(4-метоксифенил)-N-(4-нитробензоил)теллуриды элюируются без разрушения в фазе, которая не содержит модификатор.

СОРБЦИОННЫЕ И СЕЛЕКТИВНЫЕ СВОЙСТВА ПОЛИМЕРНОЙ СТАЦИОНАРНОЙ ФАЗЫ С ДОБАВКОЙ МОДИФИЦИРОВАННОГО ЦИКЛОДЕКСТРИНА В УСЛОВИЯХ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

И. Гончарова

5 курс, химический факультет

Научный руководитель – проф. Л.А. Онучак

Циклодекстринсодержащие (ЦД) фазы в настоящее время широко используются в качестве стационарных фаз в условиях хиральной газовой хроматографии. Несмотря на большое число работ по аналитическому применению ЦД-фаз, физико-химические закономерности сорбционных явлений в сложных системах «полимер – ЦД – сорбат» изучены недостаточно.

Целью работы явилось изучение термодинамических функций сорбции и селективных свойств двухкомпонентной системы «полидиметилсилоксан – метилированный β -циклодекстрин» («ПМС-100 – Methyl- β -ЦД») в условиях газовой хроматографии. Полученная фаза содержала 90% полимера и 10% макроциклической добавки.

Основной экспериментально определяемой величиной являлся удельный объем удерживания сорбата V_g^T , на основе которого рассчитывали константы распределения K_c сорбата между жидкой и газовой фазами. Вычислялись стандартные изменения внутренней энергии (ΔU), и энтропии ($\Delta S'$), а также константы комплексообразования «сорбат-макроцикл».

Установлено, что внесение макроциклической добавки в полимерную фазу приводит к возрастанию удерживания полярных соединений. Анализ термодинамических характеристик сорбции позволил сделать вывод, что для спиртов рост удерживания связан с диполь-дипольными взаимодействиями с метоксигруппами макроцикла, расположенными у входа в полость. Тогда как для ТГФ, МЭК и пиридина рост удерживания обусловлен вхождением их молекул в гидрофобную полость циклодекстрина.

Селективные свойства сорбента «ПМС-100 – Мethyl- β -ЦД» рассматривали по отношению к оптическим изомерам лимонена и камфена, а также по отношению к *орто*-, *пара*- и *мета*-ксилолам. Так, для энантиомеров лимонена фактор разделения $\alpha_{+/-} = 1,054$ при температуре 100°C. У ксилолов при температуре 60°C *мета*-изомер удерживается сильнее, чем *пара*-изомер, фактор разделения $\alpha_{m./n.} = 1,037$ (60°C).

Работа выполнена при поддержке проекта N 02.740.11.0650 ФЦП "Научные и научно-педагогические кадры инновационной России" на 2009-2013 гг.

ЗАКОНОМЕРНОСТИ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО УДЕРЖИВАНИЯ НЕКОТОРЫХ АЗОЛОВ В УСЛОВИЯХ ОФ ВЭЖХ

Т. Иванова

5 курс, химический факультет

Научный руководитель – ст. преп. Р.В. Шафигулин

Цель исследования: установление физико-химических особенностей хроматографического удерживания некоторых гетероциклических азотсодержащих соединений в условиях обращенно-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии.

Объекты исследования: 8, впервые синтезированных на кафедре органической химии СамГУ, азотсодержащих гетероциклов-производных бензимидазола. Для решения поставленных задач использовали обращенно-фазовую ВЭЖХ.

Исследование хроматографического поведения веществ проводили на жидкостном хроматографе «Милихром А-02» (г. Новосибирск) с применением спектрофотометрического УФ детектора. Детектирование проводили при длинах волн 220 нм, 254 нм, 280 нм. Использовали колонку длиной 80 мм. В качестве подвижной фазы применяли смесь ацетонитрил-вода (1:1 по объему).

Из представленных в докладе данных следует, что в условиях ОФ ВЭЖХ удерживание производных азолов определяется совокупностью физико-химических факторов, связанных, прежде всего со строением сорба-