

Содержание

Предисловие	7
Введение	8
Классификация хроматографии	9
Теоретические принципы хроматографических процессов разделения	12
Удерживающая способность	12
Теоретические основы эксклюзионной хроматографии	15
Объемные отношения в гелевом наполнителе	16
Параметры элюирования в хроматографии исключения	17
ГЛАВА 1. АНАЛИТИЧЕСКИЕ РАЗДЕЛЕНИЯ	21
1.1. Приборы (устройства)	21
1.1.1. Насосы	22
1.1.2. Градиентные системы	22
1.1.3. Дозатор для проб	22
1.2. Колонки	22
1.3. Наполнители колонки	23
1.3.1. Силикагели и структурированные органические полимеры	23
1.4. Подвижные фазы	24
1.5. Детекторы	24
1.6. Устройства для сбора и обработки данных	24
ГЛАВА 2. ПРЕПАРАТИВНОЕ РАЗДЕЛЕНИЕ	25
2.1. Приборы	26
2.1.1. Насосы	26
2.1.2. Подготовка проб	26
2.1.3. Дозировка проб	27
2.2. Колонки	27
2.3. Материалы для заполнения колонки	27
2.3.1. Силикагели	28
2.3.2. Структурированные органические полимеры	28
2.4. Подвижные фазы	28
2.5. Детекторы	29
2.6. Коллектор фракций	29
2.7. Приборы по регистрации и обработке данных	30
ГЛАВА 3. ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ РАЗДЕЛИТЕЛЬНЫЕ СИСТЕМЫ	31
3.1. Выбор подходящей системы разделения	31
3.1.1. Растворимость в растворителях	33
3.1.2. Аналитические разделения	35
3.1.3. Препаративные разделения	35
3.2. Тонкослойная хроматография (ТХ) в качестве пилотного метода	36
3.2.1. Перенос с ТХ на силикагеле на колонку с силикагелем	37

3.2.2. Перенос с ТХ на колоночную хроматографию с помощью Сефадекса LH-20	39
3.3. ВЭЖХ в качестве пилотного метода	39
3.3.1. Перенос с аналитической ВЭЖХ на препаративную ВЭЖХ	40
3.3.2. Перенос аналитической ВЭЖХ на колоночную хроматографию (КХ) низкого давления	43
ГЛАВА 4. ПРИМЕРЫ РАЗДЕЛЕНИЯ ИЗ ПРАКТИКИ	52
4.1. Продукты реакции	52
4.1.1. Синтез <i>n</i> -фенилендиизоцианата	52
4.1.2. Производные <i>m</i> - и <i>n</i> -фенилендиизоцианата	55
4.1.3. Метанолизат моноглицерида	57
4.1.4. Эмульгатор для прядильной препарации	59
4.1.5. Водорастворимое производное лигнина	62
4.1.6. Реакционный продукт из масляной (бутановой) кислоты, глицерида и акриловой кислоты	63
4.1.7. Смесь триметилпропанакрилата	65
4.1.8. Сложный эфир кислоты жирного ряда 3-диметиламино-1,2-пропандиола	66
4.1.9. Продукт переэтерификации – изолирование сложного метилового эфира рицинолевой кислоты	70
4.2. Эмульгаторы	71
4.2.1. Полиглицоль спирта	72
4.2.2. Сложный эфир полиглицоля кислоты жирного ряда	82
4.2.3. Этоксилированный метиловый эфир полидиметилсилоксана и полиглицоль спирта жирного ряда	91
4.2.4. Эмульгатор и соэмульгатор	92
4.2.5. Этоксилированный сложный сорбитановый эфир	95
4.2.6. Сополимеры этилена и пропиленоксида	97
4.2.7. Полиэтиленгликоли	99
4.3. Сложный эфир сорбитановой кислоты жирного ряда	106
4.3.1. Сорбитанмонолаурат	107
4.3.2. Сорбитановый моноолеат	108
4.3.3. Сорбитантриолеат	108
4.4. Сложный эфир фосфорной кислоты	109
4.4.1. Смеси сложных эфиров фосфорной кислоты	109
4.5. Масла сложных эфиров	112
4.5.1. Смесь сложных тетраэфиров пентаэритрита	113
4.5.2. Сложный эфир триметилпропана	116
4.5.3. Смесь масел сложного эфира	118
4.6. Жидкостно-хроматографическое разделение лекарственного сырья	118
4.7. Сефадекс LH-20 в сравнении с высокоэффективной жидкостной хроматографией (ВЭЖХ) и гель-проникающей хроматографией (ГПХ)	123

ГЛАВА 5. ПРЕПАРАТИВНОЕ РАЗДЕЛЕНИЕ СЛОЖНЫХ СМЕСЕЙ ВЕЩЕСТВ	126
5.1. Прядильные препараты	126
5.2. Свойства современных прядильных препаратов	126
5.3. Состав прядильных препаратов	127
5.3.1. «Внутренняя» и «внешняя» смазка (главный компонент)	127
5.3.2. Эмульгаторы (главный компонент)	127
5.3.3. Антистатики (главный компонент)	127
5.3.4. Средство для компактности (собраннысти) нити (главный компонент)	127
5.3.5. Смачивающее средство (вспомогательный компонент)	128
5.3.6. Бактерициды (вспомогательный компонент)	128
5.3.7. Средства защиты от коррозии (вспомогательный компонент)	128
5.4. Колоночно-жидкостный хроматографический анализ готовых препаратов, компонентов и экстрактов волокон	128
5.4.1. Препаративное предварительное разделение по возрастающей полярности	129
5.4.2. Гексан в качестве элюата	129
5.4.3. Дихлорметан в качестве элюата	129
5.4.4. Элюат метанола	138
5.4.5. Разделение масел сложных эфиров и эмульгаторов	154
5.5. Экстракция полиэфирных и полиамидных волокон	156
5.5.1. Экстракция с помощью петролейного эфира и метанола	157
5.5.2. Экстракция этанолом	157
5.5.3. Разделение различных смесей	157
5.6. Результаты анализов экстрактов волокон (полиэфирные и полиамидные волокна)	165
5.7. Прядильные препараты для синтетического нитяного материала	166
ГЛАВА 6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЛЕДОВЫХ КОЛИЧЕСТВ – СЛЕДОВЫЙ АНАЛИЗ	168
6.1. Количественное определение свободных мономерных диизоцианатов в экстрактах полиуретана	168
6.2. Дифениловый эфир в деполимеризатах полигликолевой кислоты	169
6.2.1. Деполимеризация – обогащение – количественная оценка	169
6.3. Количественное определение изопропанола в растительных маслах	171
6.4. Количественное определение фенола в воде	172
6.5. Количественное определение N-метилпирролидона в воде	172
ГЛАВА 7. АНАЛИТИКА ПОЛИМЕРОВ	173
7.1. Полиуретаны	173
7.1.1. Анализ полиуретанов	174
7.2. Сложный полиэфир	179
7.2.1. Анализ сложных полиэфиров	180
7.3. Поликарбонаты	181
7.3.1. Анализ поликарбонатов	181

ГЛАВА 8. АНАЛИТИЧЕСКИЕ И ПРЕПАРАТИВНЫЕ РАЗДЕЛЕНИЯ	185
8.1. Аналитическая ВЭЖХ	185
8.1.1. Шшиватели для полиуретанов	186
8.1.2. С ₄ -дикарбоновые кислоты	187
8.1.3. Дилаураты полиэтиленгликоля-200 (ПЭГ-200)	188
8.1.4. Мальто- и целлодекстрины	189
8.2. Препаративные разделения на готовых стеклянных колонках	189
8.2.1. Технический моностеарат глицерина	189
8.2.2. Метанолизат сложных эфиров полигликоля кислоты кокосового масла	191
8.2.3. Технический саркозид олеиновой кислоты	192
8.2.4. Экстракт полиэфирных волокон	193
8.2.5. Экстракт полиамидных волокон	194
8.2.6. Реакционная смесь (1977)	195
8.3. Препаративная гелевая хроматография	196
8.3.1. Разделение алифатических гидрокси- и дикарбоновых кислот (1976)	196
8.3.2. Алифатические кислоты (1974)	196
8.3.3. Экстракт этилацетата	198
8.3.4. Полярные компоненты прядильной препарации	199
8.3.5. Продукт реакции	199
8.3.6. Метанолизат ко-эмульгатора	200
8.3.7. Сложный эфир кислоты жирного ряда полиэтиленоксидсорбитана	202
8.3.8. Пробы	202
8.3.9. Смесь тиокарбамида – роданида аммония (1971)	206
8.3.10. Полиамид-2,2-деполимеризат (1971)	207
8.3.11. Триэтиленгликоль и 2-этилгексанол	208
8.3.12. Разделение аддуктов додецилфенол – ЭО	209
8.3.13. Мальтодекстрины	210
ГЛАВА 9. ИНСТРУКЦИЯ ПО ПРОВЕДЕНИЮ АНАЛИЗОВ	212
9.1. Переэтерификация	212
9.1.1. Принцип	212
9.1.2. Проведение	213
9.2. Дериватизация через этерификацию	214
9.2.1. Получение раствора простого эфира диазометана	214
9.3. Катионит	215
9.3.1. Проведение	215
9.4. Определение общего количества этиленоксида	216
9.4.1. Принцип химико-аналитического метода	216
Сокращения и символы	219
Литература	220
Список фирм	224
Приложение	225