ВЫСОКОМОЛЕКУЛЯРНЫЕ СОЕДИНЕНИЯ

Том (А) XXX 1988 № 5

УДК 541.64:543.544

ПРИНЦИПЫ ОПТИМИЗАЦИИ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО РАЗДЕЛЕНИЯ ПО ТИПАМ ФУНКЦИОНАЛЬНОСТИ В КРИТИЧЕСКОЙ ОБЛАСТИ НА ПРИМЕРЕ ГИДРОКСИЛСОДЕРЖАЩИХ ОЛИГОБУТАДИЕНОВ

Горшков А. В., Веренич С. С., Эстрин Я. И., Евреинов В. В., Энтелис С. Г.

Проанализированы возможные варианты оптимизации процесса хроматографического разделения по функциональности в критических условиях (на примере гидроксилсодержащих олигобутадиенов), включающие модификацию неподвижной фазы и функциональных групп олигомера, регулирование специфических взаимодействий функциональных групп в подвижной фазе и температуры. Подобраны условия, позволяющие проводить анализ распределения по типам функциональности телехелатных олигобутадиенов в критических условиях.

В последнее время нами был предложен и экспериментально обоснован новый вариант хроматографии макромолекул — разделение в критической области (**РКО**) на границе эксклюзионного и адсорбционного режимов разделения [1, 2]. Метод РКО, в частности, позволяет решать проблему анализа РТФ реакционноспособных олигомеров. Суть метода заключается в том, что в критической точке перехода клубок — адсорбированный клубок практически исчезает зависимость объемов удерживания от размеров макромолекул, и деление происходит по другим признакам, например, числу и типу функциональных групп.

В работах [1—5] было показано, что критическая область может быть воспроизводимо найдена и стабилизирована путем изменения состава бинарного элюента (или температуры) для гомополимеров различной химической природы и адсорбентов различных типов.

Регистрация критической области и критического состава бинарного растворителя $N_{кр}$ осуществляется по исчезновению деления по размерам линейных однородных макромолекул. При этом для бесфункционального гомополимера коэффициент распределения $K_d^0=1$, а объем удерживания $V_R^{(0)}=V_0+V_p$, где V_0 и V_p — объемы межчастичного пространства и пор соответственно.

Коэффициенты распределения и объемы удерживания функциональных макромолекул в критических условиях. Коэффициенты распределения функциональных макромолекул в критической области не зависят от длины цепи при $R>D$, где R и D — размеры макромолекулы и поры адсорбента соответственно, однако не равны единице и определяются размером пор адсорбента, типом функциональных групп и их числом [2]

$$K_d^{(1)}=1+\frac{2a}{D}(e^{\varphi_f-\varphi_{кр}}-1) \quad (1)$$

$$K_d^{(2)}=[K_d^{(1)}]^2 \quad (2)$$

В широких порах ($R<D$) коэффициент распределения легко оценить, учитывая тот факт, что клубок взаимодействует с поверхностью только начиная с расстояния R, а в масштабах, меньших R, это взаимодействие

такое же, как и в поре размером R

$$K_d^{(2)} = \frac{D-2R}{D} + \frac{2R}{D} K_d^{(2)}(D \approx R) = 1 - \frac{2R}{D} + \frac{2R}{D}\left\{1 + \frac{a}{R}(e^{\varphi_f - \varphi_{кр}} - 1)\right\}^2 \quad (3)$$

Выражения (2) и (3) можно обобщить на случай, например, трифункциональных молекул

$$K_d^{(3)} = \left\{1 + \frac{2a}{D}(e^{\varphi_f - \varphi_{кр}} - 1)\right\}^3, \quad R > D \quad (4)$$

$$K_d^{(3)} = \frac{D-2R}{D} + \frac{2R}{D}\left\{1 + \frac{a}{R}(e^{\varphi_f - \varphi_{кр}} - 1)\right\}^3 \quad (5)$$

В уравнениях (1)–(5) φ_f и $\varphi_{кр}$=const – эффективные энергии взаимодействия концевого сегмента, содержащего функциональную группу и сегмента цепи с поверхностью адсорбента (с учетом конкурентной адсорбции растворителя); $\varphi > 0$, если попадание сегмента в адсорбционный слой энергетически выгодно. Величина a для гибких цепей имеет порядок размера сегмента, D – размер пор адсорбента, R – размер макромолекулы в растворе.

Следует отметить (см. выражение (3)), что для бифункциональных молекул в широких порах появляется зависимость $K_d^{(2)}$ от размера макромолекул, связанная с существованием корреляции между положениями концов цепи при $R < D$.

Объемы удерживания функциональных молекул составят

$$V_R^{(i)} = V_0 + V_p K_d^{(i)} \quad (6)$$

Для оценки энергии взаимодействия олигомера, содержащего функциональные группы с поверхностью поры и изменения объемов удерживания при изменении состава N подвижной фазы можно использовать широко распространенный корреляционный подход Снайдера [6], согласно которому энергия взаимодействия вещества X из растворителя S на адсорбенте A записывается в виде

$$\varphi = E_{XA} - E_{SA} + E_{SS} - E_{XS} \quad (7)$$

В тех случаях когда взаимодействия вещества X с растворителем и молекул растворителя друг с другом имеют одну и ту же природу $E_{SS} \approx E_{XS}$

$$\varphi = E_{XA} - E_{SA} \quad (8)$$

Это соотношение можно переписать через корреляционные параметры

$$\varphi = 2{,}3\alpha(X_0 - A_X\varepsilon_0), \quad (9)$$

имеющие простой физический смысл; α – активность адсорбента, связанная с содержанием в нем воды; X_0 – энергия взаимодействия сегмента цепи с адсорбентом; A_X – его молекулярная площадка; ε_0 – хроматографическая сила растворителя. Для бинарной смеси растворителей ε_0 является функцией состава

$$\varepsilon_0^{(1,2)} = \varepsilon_0^{(1)} + \frac{1}{\alpha A_X} \lg\left[N_2 \cdot 10^{\alpha A_X(\varepsilon_0^{(2)} - \varepsilon_0^{(1)})} + 1 - N_2\right], \quad (10)$$

где $n_1 \approx n_2 \approx A_X$ – молекулярные площадки растворителей 1 и 2; $\varepsilon_0^{(1)}$ и $\varepsilon_0^{(2)}$ – их хроматографическая сила ($\varepsilon_0^{(2)} > \varepsilon_0^{(1)}$), N_2 – мольная доля растворителя 2. Уравнения (8) и (9) позволяют для критического состава бинарного растворителя $N_{кр}$ найти $\varepsilon_{кр}$ и φ_f и оценить по уравнениям (1)–(6) масштаб объемов удерживания функциональных молекул [3, 7].

Принципы оптимизации разделения макромолекул по типам функциональности в критических условиях. Разделение в критических условиях – новый вариант жидкостной хроматографии макромолекул, существенно отличающийся как от адсорбционного, так и от эксклюзионно-

то режимов разделения с присущими ему характерными теоретическими закономерностями и методическими особенностями. Во-первых, нахождение критических условий, если они неизвестны, требует предварительных исследований хроматографического поведения однородных макромолекул вблизи критической точки адсорбции. Во-вторых, после нахождения критических условий и их стабилизации растворитель практически исключается из внешних параметров, используемых для оптимизации разделения. В-третьих, в общем случае сама по себе реализация критических условий на конкретной хроматографической системе еще не является гарантией успешного разделения в этих условиях по функциональности или по каким-либо другим признакам. Это связано с тем, что масштаб объемов удерживания в критических условиях, например для линейных функциональных макромолекул, зависит как от селективности адсорбента, которая определяется разностью энергий взаимодействия функциональных групп и групп цепи с поверхностью адсорбента ($\varphi_f-\varphi_{кр}$), так и от размера его пор D.

Используемый для разделения адсорбент должен обладать в растворителе критического состава оптимальной селективностью по отношению к функциональным группам и группам цепи анализируемого образца $(\varphi_f-\varphi_{кр})_{опт}$ и иметь определенный размер пор $D_{опт}$, обеспечивающий для функциональных молекул экспериментально измеряемый интервал значений K_d

$$[K_d^{(i)}]_{мин}<K_d^{(i)}<[K_d^{(i)}]_{макс}$$

При $(K_d)_{мин}>K_d^{(i)}$ зоны бесфункциональных и функциональных молекул могут просто не разрешаться, а при $K_d^{(i)}>(K_d)_{макс}$ не детектироваться из-за необратимой адсорбции функциональных групп.

Простые оценки показывают, что для получения на колонке с числом теоретических тарелок $N_т=4000$ разрешения $R_s=1$ для би- и монофункциональных макромолекул $(K_d^{(1)})_{мин}\approx1{,}13$. Что касается значений $(K_d)_{макс}$, то современные жидкостные хроматографы достаточно надежно детектируют пики полимеров с $K_d\leqslant15-20$. В тех случаях когда концентрация сильно удерживаемых компонентов велика, удается проводить количественное детектирование пиков до $K_d\approx25-40$.

На основе проведенных анализов и имеющихся экспериментальных данных можно считать, что оптимальными значениями коэффициентов распределения при разделении по функциональности телехелатных олитомеров являются $K_d^{(1)}=1{,}5-4$ и $K_d^{(2)}=2{,}5-16$.

Оптимизация разделения в критической области для функциональных макромолекул может осуществляться несколькими путями, в основе которых лежит направленное регулирование параметров φ и D.

Как следует из уравнений (1)–(5), зависимость $K_d^{(i)}$ от размера пор D тривиальна. Единственной нетривиальной величиной, определяющей масштаб объемов удерживания функциональных макромолекул, является эффективная энергия взаимодействия функциональной группы с поверхностью поры. Эта величина тесно связана с химической природой макромолекулы, адсорбента и растворителя. К сожалению, простые оценки на основе корреляционной теории Снайдера доступны далеко не для всех типов адсорбентов и функциональных групп. Поэтому для нахождения хроматографической системы, обеспечивающей оптимальную селективность по отношению к функциональным группам и группам цепи $\varphi_f-\varphi_{кр}$, необходимо привлекать огромный эмпирический материал, накопленный в адсорбционной хроматографии.

Рассмотрим различные пути оптимизации разделения по функциональности в критической области на примере анализа РТФ гидроксилсодержащих олигобутадиенов (**ОБД**).

Эксперименты по разделению ОБД проводили на хроматографе SP-8700 фирмы «Spectra-Physics» (детекторы – рефрактометр модель 771 «Micromeritics» и УФ-детектор SP-8300, $\lambda=254$ нм) и «Dupon-8810» (детекторы – рефрактометр серии 8800, спектрофотометр 8800).

Результаты обрабатывали на интеграторе SP-4100. Исследовали образцы ОБД различной ММ и функциональности, характеристики которых приведены в табл. 1.

Таблица 1

Молекулярные характеристики исследуемых ОБД

Образец, №	M_n	$M_э$	f_n	Содержание фракции, %	f фракции	Образец, №	M_n	$M_э$	f_n	Содержание фракции, %	f фракции
1	1 200	–	0	100	0	9	10 960	10 980	1,61	39	1
2	3 080	–	0	100	0		3 630	1 815		61	
3	8 630	–	0	100	0	10	8 230	8 200	1,56	44,1	1
4	12 000	–	0	100	0		5 510	2 630		55,9	2
5	65 000		0	100	0	11	10 000	10 000	1,65	34,4	1
6	64 000	64 000	1	100	1		7 000	3 600		65,6	2
7 *	10 000	10 960	1,80	20	1	11 **	10 000	10 000	1,65	35	1
	5 240	2 640		80	2		7 000	3 500		65	2
8	11 750	11 750	1,56	44	1	12	8 910	4 500	1,70	27,7	1
	4 075	2 037		56	2		3 090	1 550		72,3	2

* Образцы 7—12 состоят из двух фракций, содержащих моно- и бифункциональные молекулы.

** Гидроксильные группы заменены на уретановые.

Ранее нами было изучено поведение функциональных ОБД различной ММ при переходе от эксклюзионного к адсорбционному режиму разделения и найдены критические условия в бинарном растворителе гептан — МЭК с использованием [3] немодифицированного силикагеля, колонки Si-100 размером 250×4 мм при 24°. Критическим условиям соответствовало содержание 0,5 об.% МЭК в гептане. Аналогичные переходы и критические условия были найдены в подвижных фазах гексан — метиленхлорид (27/73 об.%) и гексан — толуол (85/15 об.%) при 24° [8].

Однако на немодифицированном силикагеле во всех трех парах растворителей наблюдали необратимую адсорбцию функциональных макромолекул, т. е. $K_d^{(i)} \gg (K_d)_{макс}$, ($i$=1, 2). Количественная оценка значений $K_d^{(1)}=10^2$ и $K_d^{(2)}=10^4$, проведенная по выражениям (2)—(4), служила дополнительным подтверждением необратимой адсорбции функциональных макромолекул. Анализ тех же выражений показывает, что увеличение размера пор до величины $D=10^3$ Å не позволяет получать на силикагеле экспериментально определяемых коэффициентов распределения из-за слишком высоких значений энергии взаимодействия функциональных групп φ_f с поверхностью.

Хотя на данной хроматографической системе и удалось провести разделение ОБД по функциональности при небольшом сдвиге в эксклюзионную область, из-за наложения деления по ММ на деление по функциональности задача проведения анализа РТФ в критической области оставалась в общем случае не решенной.

Поскольку колонки с немодифицированным силикагелем не обеспечивают оптимальную селективность для функциональных макромолекул в критической области, естественной представлялась попытка реализовать то же разделение на менее полярной (например, —CN) и более полярной (например, $-NH_2$) по сравнению с силикагелем фазах.

1. Колонки с неподвижной фазой «Зорбакс-CN».

На колонке «Зорбакс-CN» настолько слабо адсорбировались звенья цепи ОБД, что даже в гептане при 24° наблюдался эксклюзионный режим разделения бесфункциональных образцов и имеющийся набор растворителей не позволял реализовать критические условия.

M_n	1200	3080	8630	12 000
V_R, мл	3,21	3,19	3,01	2,59

2. Колонка с неподвижной фазой «Сепарон-NH_2» (D=60 Å, размер 150×6 мм, V_0=0,9 мл, V_0+V_p=1,2 мл).

2.1. Подвижная фаза гексан — МЭК, 23°. Переход через критическую область достигался добавлением гексана к МЭК. Критическим условиям

соответствовало содержание 1,4% МЭК в гексане.

M_n	1200	3080	8630	12 000
V_R, мл	1,25	1,26	1,25	1,25

Однако как и для колонки Si-100 на фазе $-NH_2$ в бинарном растворителе гексан – МЭК наблюдалась необратимая адсорбция функциональных макромолекул $K_d^{(i)} \gg (K_d)_{макс}$.

2.2. Подвижная фаза гексан – ТГФ, 24°, регулирование специфических взаимодействий в подвижной фазе. Как уже отмечалось, при реализации критических условий химическая природа компонентов бинарного растворителя не играет определяющей роли, а при разделении в критической области растворитель вообще исключается из внешних параметров, используемых для оптимизации хроматографического процесса.

Для оптимизации разделения по функциональности может использоваться такой тонкий эффект, как регулирование специфических взаимодействий функциональных групп с подвижной фазой [1], влияющих на значение φ_f и, следовательно, позволяющих воздействовать на масштаб $K_d^{(i)}$ функциональных макромолекул. Например, в случае использования в качестве полярного компонента бинарного растворителя ТГФ, в критических условиях $E_{xfs} > E_{xs}$ за счет специфических взаимодействий ОН-групп ОБД с ТГФ, что приводит к уменьшению значения $K_d^{(i)}$. Реально это означает, что в критических условиях для адсорбции концевого сегмента в отличие от адсорбции сегмента цепи необходимо затратить энергию не только на десорбцию растворителя, но и дополнительно на разрыв водородных связей ОН-групп с ТГФ.

Действительно, использование в качестве полярного компонента ТГФ, позволило в критических условиях (гексан – ТГФ 94,4/5,6 об.%, 24° (табл. 2) на адсорбенте «Сепарон-NH_2») разделить моно ($K_d^{(1)}=6$) и бифункциональные ($K_d^{(2)}=40$) макромолекулы (рис. 1).

2.3. Модификация функциональных групп олигомера. С целью уменьшения энергии φ_f, а следовательно, и значений $K_d^{(i)}$, в работе была осуществлена модификация концевых гидроксильных групп ОБД – их уретанирование при реакции с α-нафтилизоцианатом.

Тем не менее такая модификация не привела к ожидаемым результатам, хотя для уретанированных образцов были получены меньшие значения $K_d^{(1)} \sim 5{,}5$ и $K_d^{(2)} \sim 27$.

2.4. Регулирование температуры колонки. В приведенных выше примерах реализация критических условий проводилась при фиксированной температуре 24°. Так как критические условия определяются параметрами $\varphi = \Delta F/RT$, где ΔF – изменение свободной энергии взаимодействия сегмента цепи с поверхностью, очевидно, что критическую область можно найти и путем изменения температуры в колонке. Однако следует отметить, что изменение температуры вызывает ряд изменений в хроматогра-

Таблица 2

Критические условия для разделения ОБД на хроматографической системе адсорбент («Сепарон-NH_2», D =60 Å) – элюент (гексан – ТГФ, 24°)

Образец, №	M_n	V_R (мл) при содержании ТГФ, %				Образец, №	M_n	V_R (мл) при содержании ТГФ, %			
		9	6,4	5,6	4,0			9	6,4	5,6	4,0
1	1 200	1,13	1,17	1,15	1,3	9	10 960	–	–	2,64	–
2	3 080	1,09	1,17	1,17	1,47		3 630	–	–	13,72	–
3	8 630	1,02	1,14	1,17	2,15	11	10 000	–	–	2,72	–
4	12 000	0,97	1,12	1,17	2,60		7 000	–	–	11,72	–
7	10 960	–	–	2,76	–	11 *	10 000	–	–	2,52	–
	5 240	–	–	12,12	–		7 000	–	–	9,52	–
8	11 750	–	–	2,60	–	12	8 910	–	–	2,84	–
	4 075	–	–	14,92	–		3 090	–	–	13,12	–

* Гидроксильные группы заменены на уретановые.

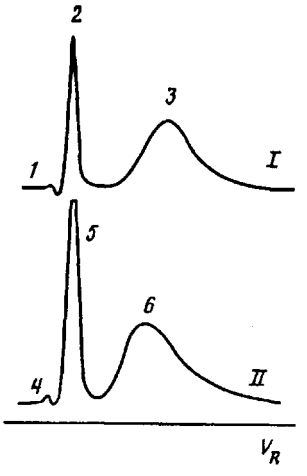

Рис. 1

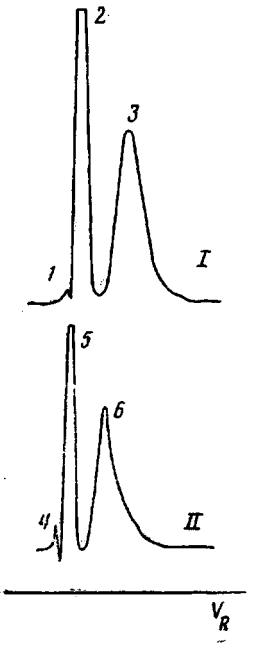

Рис. 2

Рис. 1. РТФ-хроматограммы ОБД, полученных в критических условиях. Адсорбент «Сепарон-NH_2», D=60 Å, элюент гексан : ТГФ=94,4 : 5,6 об.%, 4 мл/мин, объем пробы 10 мкл, 24°. V_R=1,12 (*1*), 2,72 (*2*), 11,72 (*3*) 1,16 (*4*), 2.52 (*5*), 9,52 мл (*6*). Здесь и на рис. 2 и 3 номера пиков соответствуют номерам образцов табл. 1

Рис. 2. Хроматограммы гидроксилсодержащего (I) и уретанированного (II) образцов ОБД в критических условиях при 51°. Адсорбент «Сепарон-NH_2», D=60 Å, элюент гексан : ТГФ=96 : 4 об.%, мл/мин, объем пробы 10 мкл. V_R=1,16 (*1*), 2,68 (*2*), 12,44 (*3*), 1,08 (*4*), 2,32 (*5*), 9,52 мл (*6*)

фической системе. Так, например, смещение равновесия между компонентами растворителя в свободном объеме и на поверхности адсорбента приводит к изменению элюирующей силы растворителя.

Вопреки широко распространенному мнению, что с ростом температуры объем удерживания анализируемого вещества должен уменьшаться, в жидкостной хроматографии часто наблюдается обратная закономерность. Повышение температуры в колонке до 51° (элюент гексан : ТГФ= =96 : 4 об.% (табл. 3)) также не привело к оптимальным значениям

Таблица 3

Критические условия для разделения ОБД на хроматографической системе адсорбент («Сепарон-NH_2», D =60 Å) – элюент (гексан – ТГФ, 51°)

Образец, №	M_n	V_R (мл) при содержании ТГФ, %				Образец, №	M_n	V_R (мл) при содержании ТГФ, %			
		6	4,5	4	3			6	4,5	4	3
1	1 200	1,09	1,12	1,12	1,14	9	10 960	–	–	2,84	–
2	3 080	1,03	1,12	1,13	1,16		3 630	–	–	14,28	–
3	8 630	0,97	1,08	1,13	1,20	10	8 230	–	–	3,00	–
4	12 000	0,91	1,06	1,10	1,20		5 510	–	–	13,84	–
7	10 960	–	–	2,88	–	11	10 000	–	–	2,68	–
	5 240	–	–	15,28	–		7 000	–	–	12,44	–
8	11 750	–	–	2,72	–	11 *	10 000	–	–	2,32	–
	4 075	–	–	14,76	–		7 000	–	–	9,52	–

* Гидроксильные группы заменены на уретановые.

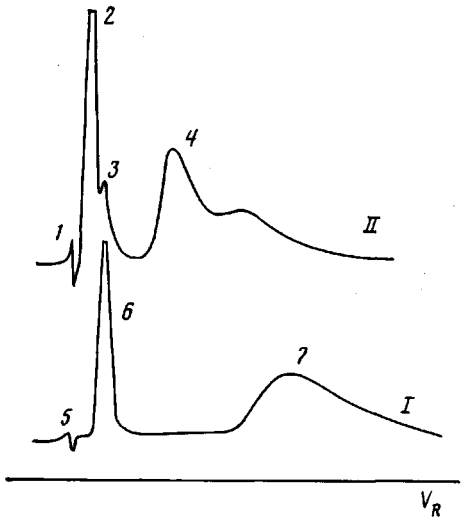

Рис. 3

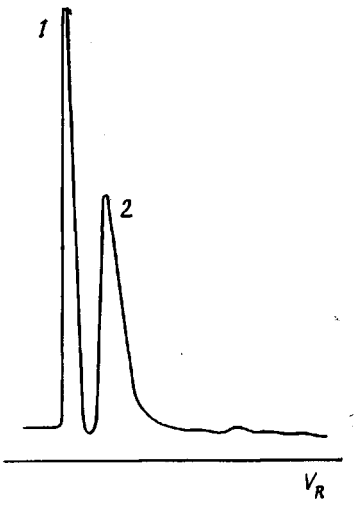

Рис. 4

Рис. 3. Хроматограммы гидроксилсодержащего (I) и уретанированного (II) образцов ОБД, полученные в критических условиях на адсорбенте «Лихросфер-NH_2», D=500 Å. Элюент гексан : ТГФ=95,5 : 4,5 об.%, 1 мл/мин, 25°. V_R=3,06 (*1*), 4,37 (*2*), 5,26 (*3*), 9,99 (*4*), 3,05 (*5*), 5,27 (*6*), 18,05 мл (*7*)

Рис. 4. Разделение плейномеров ОБД, отличающихся одной группой на 5000 групп цепи (образцы *5*, *6* в табл. 1), в критических условиях. Адсорбент «Лихросфер-NH_2», D=500 Å, 2 мл/мин, 24°. V_R=3,40 (*1*), 7,01 мл (*2*)

коэффициентов распределения функциональных макромолекул, которые для гидроксилсодержащих и уретанированных ОБД оказались соответственно равны $K_d^{(1)}$=6, $K_d^{(2)}$=45, и $K_d^{(1)}$=4,5 и $K_d^{(2)}$=30 (рис. 2).

3. Регулирование размера пор неподвижной фазы. Таким образом, проведенное исследование показало, что на полярной фазе $-NH_2$ в смеси гексан – ТГФ $K_d^{(i)}$ функциональных молекул близки к оптимальным. Теперь необходимо сделать последний шаг – увеличить размер поры. Для этой цели в качестве неподвижной фазы был использован аминилированный силикагель «Лихросфер-NH_2» с размером пор D=500 Å (рис. 3).

Как показывает анализ выражений (3) и (5), увеличение размера пор, с одной стороны, может приводить к уменьшению $K_d^{(i)}$ функциональных молекул, с другой – к появлению в критической области зависимости $K_d^{(i)}$ от длины цепи, приводящей к резкому уширению зон с функциональностью $f \geqslant 2$. Для исследованных образцов с $\bar{M}_n$=1000–65 000 на колонке «Лихросфер-NH_2» с D=500 Å (V_0=1,6 мл, V_p=1,5 мл) в критических условиях (гексан : ТГФ=95,5 : 4,5 об.%, 24°), были получены значения $K_d^{(1)}$=2,5 и $K_d^{(2)}$=10 для гидроксилсодержащих и $K_d^{(1)}$=1,8; $K_d^{(2)}$=5,6 для уретанированных ОБД. В заключение покажем, насколько тонкие различия в структуре макромолекул могут быть выявлены и количественно оценены методом РКО. На рис. 4 приведен пример разделения плеиномеров ОБД, отличающихся всего одной группой на ~5000 групп цепи.

Следует отметить, что поскольку основным параметром, определяющим масштаб объемов удерживания макромолекул является разность энергий взаимодействия функциональных групп и групп цепи с поверхностью поры, то важнейшим фактором оптимизации процесса разделения является правильный выбор неподвижной фазы. Последняя должна обладать оптимальной селективностью по отношению к функциональным группам и группам цепи и требуемым размером пор. Дополнительные возможности оптимизации заключены в модификации функциональных групп полимера, регулирования специфических взаимодействий этих групп с подвижной фазой и температуры колонки.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Энтелис С. Г., Евреинов В. В., Кузаев А. И.* Реакционноспособные олигомеры. М., 1985. 304 с.
2. *Entelis S. G., Evreinov V. V., Gorshkov A. V.* // Advance in Polymer Science. V. 76. Berlin – Heidelberg – N. Y.– Tokyo, 1986. P. 129.
3. *Горшков А. В., Евреинов В. В., Энтелис С. Г.* // Журн. физ. химии. 1983. Т. 57. № 11. С. 2665.
4. *Горшков А. В., Евреинов В. В., Энтелис С. Г.* // Докл. АН СССР. 1983. Т. 272. № 3. С. 632.
5. *Горшков А. В., Прудскова Т. Н., Гурьянова В. В., Евреинов В. В.* // Высокомолек. соед. Б. 1985. Т. 27. № 3. С. 182.
6. *Snyder L. R.* Principles of Adsorption Chromatography. N. Y., 1968.
7. *Горшков А. В., Филатова Н. Н., Россина Д. Я., Евреинов В. В., Энтелис С. Г.* // Журн. физ. химии. 1982. Т. 56. № 11. С. 2641.
8. *Горшков А. В., Евреинов В. В., Энтелис С. Г.* // Журн. физ. химии. 1985. Т. 59. № 6. С. 1475.

Институт химической физики
АН СССР

Поступила в редакцию
17.XI 1986

PRINCIPLES OF OPTIMIZATION OF CHROMATOGRAPHIC SEPARATION ACCORDING TO FUNCTIONALITY TYPES IN CRITICAL REGION FOR HYDROXYL-CONTAINING OLIGOBUTADIENES

Gorshkov A. V., Verenich S. S., Estrin Ya. I., Yevreinov V. V., Entelis S. G.

Summary

The possible variants of optimization of chromatographic separation according functionality in critical conditions including modification of the unmobile phase and functional groups of an oligomer, regulation of specific interactions of functional groups in the mobile phase and temperature have been analysed for hydroxyl-containing oligobutadienes. The conditions permitting to analyse the functionality types distribution of telechelate oligobutadienes were found.