

# ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОТЕКАНИЯ РЕАКЦИИ ФЕНИЛГИДРАЗИНА С ЦИКЛОГЕКСАНОМ В ЗАРЯЖЕННЫХ МИКРОКАПЛЯХ ФАКЕЛА ЭЛЕКТРОСПРЕЯ

Д.О. Кулешов<sup>1,4</sup>, И.А. Громов<sup>2</sup>, А.А. Дьяченко<sup>2</sup>, И.И. Пиковской<sup>3</sup>, Н.В. Ульяновский<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Институт аналитического приборостроения РАН, 198095, Россия, г. Санкт-Петербург,  
ул. Ивана Черных, 31-33, лит. А;

<sup>2</sup> Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, 194021, Россия, г. Санкт-Петербург,  
ул. Политехническая, 26;

<sup>3</sup> Северный Арктический Федеральный Университет, ЦКП “Арктика”, 163002, Россия,  
г. Архангельск, ул. Северодвинская, 14;

<sup>4</sup> ООО “Микрокапельные технологии”, 195220, Россия, г. Санкт-Петербург,  
Гражданский пр-т, 26.

E-mail: hellchemist@yandex.ru

В настоящей работе исследовалось протекание реакции между фенилгидразином и циклогексаноном в заряженных микрокаплях факела электроспрея при распылении на жидкий электрод (далее – ЖЭ). Методика ВЭЖХ-МС-анализа и экспериментальная установка описаны в работе [1]. Для целей исследования готовилась реакционная смесь, представляющая собой раствор 5 мкл фенилгидразина и 5 мкл циклогексанола в 2,5 мл метанола. Сразу же после приготовления аликвота реакционной смеси объемом 200 мкл распылялась на ЖЭ (метанол объемом 40 мл) в течение 2 минут. Электрораспыление свежеприготовленных реакционных смесей осуществлялось в режиме генерации положительно заряженных либо отрицательно заряженных микрокапель, при этом  $Q$  (скорость подачи раствора) имело значение 100 мкл/мин,  $U$  (напряжение на распылительном капилляре) имело значения  $\pm 3,4$  кВ,  $L$  (расстояние от распылительного капилляра до ЖЭ) имело значение 8 мм. Сразу же после распыления выполнялся ВЭЖХ-МС-анализ состава ЖЭ и исходной реакционной смеси, предварительно разведенной в 200 раз метанолом (исходная реакционная смесь выдерживалась при комнатной температуре в течение времени, за которое осуществлялось распыление). В результате ВЭЖХ-МС-анализа было обнаружено два основных продукта взаимодействия фенилгидразина с циклогексаноном: продукт 1-  $m/z=189,1393$  и  $t_R$  (здесь и далее – время удерживания для экстрагированной хроматограммы по иону с указанным  $m/z$ )=9,27 мин; продукт 2-  $m/z=187,1235$  и  $t_R=9,69$  мин. Предполагается, что продукт 1 – фенилгидразон циклогексанола, а продукт 2 – 1,2,3,4,6,10b-гексагидробензо[с]циннолин, при этом продукт 2 образуется из продукта 1. Для всех трех условий проведения реакции для обоих продуктов был определен параметр  $K$ , рассчитываемый по формуле  $K=I_p/(I_p+I_s)$ , где  $I_p$  – сумма площадей хроматографических пиков для экстрагированных хроматограмм по молекулярному иону продукта 1 или 2, аддуктам молекулярного иона продукта, а также ионам, соответствующим соединениям, образующимся предположительно в интерфейсе масс-спектрометра из продуктов 1 и 2 и имеющим те же времена удерживания;  $I_s$  – площадь хроматографического пика для экстрагированной хроматограммы по молекулярному иону фенилгидразина ( $m/z=109,0764$ ). Для продукта 1, полученного в “колбе”, значение  $K_1$  составило 0,87; в положительно заряженных микрокаплях  $K_2=0,76$ ; в отрицательно заряженных микрокаплях  $K_3=0,79$ . Для продукта 2  $K_1=0,08$ ;  $K_2=0,23$ ;  $K_3=0,14$ . Т.о. можно заключить, что при проведении реакции фенилгидразина с циклогексаноном в заряженных микрокаплях в составе продуктов увеличивается доля 1,2,3,4,6,10b-гексагидробензо[с]циннолина и уменьшается доля фенилгидразона циклогексанола, при этом для положительно заряженных капель эффект более выражен.

## Библиографический список

1. Application of a liquid electrode for collecting products of chemical reactions carried out in charged microdroplets of an electrospray torch / D.O. Kuleshov, A.V. Solovieva, I.A. Gromov [et al.] // St. Petersburg State Polytechnical University Journal. Physics and Mathematics. – 2023. – Vol. 16, Iss. 1.1. – P. 491–497.