

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОТЕКАНИЯ РЕАКЦИИ ФЕНИЛГИДРАЗИНА С ЦИКЛОГЕКСАНОМ В ЗАРЯЖЕННЫХ МИКРОКАПЛЯХ ФАКЕЛА ЭЛЕКТРОСПРЕЯ

Д.О. Кулешов^{1,4}, И.А. Громов², А.А. Дьяченко², И.И. Пиковской³, Н.В. Ульяновский³

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

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

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

⁴ 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.