

УДК 665.52

DOI: 10.15587/2312-8372.2016.65452

## ЗАСТОСУВАННЯ ПРЕПАРАТИВНОЇ ХРОМАТОГРАФІЇ ДЛЯ ВИДІЛЕННЯ МОНОФРАКЦІЙ СКЛАДНИХ СУМІШЕЙ ПРИРОДНОГО ПОХОДЖЕННЯ

Фролова Н. Е., Українець А. І., Силка І. М.

## ПРИМЕНЕНИЯ ПРЕПАРАТИВНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ ДЛЯ ВЫДЕЛЕНИЯ МОНОФРАКЦИЙ СМЕСЕЙ СЛОЖНОГО СОСТАВА ПРИРОДНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ

Фролова Н. Э., Украинец А. И., Сылка И. Н.

## PREPARATIVE CHROMATOGRAPHY USAGE FOR RELEASE OF MONOFRACTIONS OF COMPLEX MIXTURE FROM THE NATURAL SOURCES

Frolova N., Ukrainets A., Silka I.

*Для виділення монофракцій складних сумішей розроблено ефективну насадку препаративної колонки, яка складається з нерухомої фази ПЕГ 6000, нанесеної окремими порціями на секції твердого носія Хромосорб А. Для мінімізації втрат монофракцій удосконалено систему вловлювання. Оптимізовано параметри препаративної системи, розрахована продуктивність і інші технологічні показники.*

**Ключові слова:** монофракція, чиста речовина, ефірна олія, препаративна колонка, твердий носій, нерухома фаза, продуктивність.

*Для выделения монофракций из смесей сложного состава разработана эффективная насадка препаративной колонки, которая состоит из неподвижной фазы ПЭГ 6000, нанесенной отдельными порциями на секции твердого носителя Хромосорба А. Для минимизации потерь монофракций усовершенствована система улавливания. Оптимизированы параметры препаративной системы, рассчитана производительность и другие технологические показатели.*

**Ключевые слова:** монофракция, чистое вещество, эфирное масло, препаративная колонка, твердый носитель, неподвижная фаза, производительность.

### 1. Вступ

Дефіцит «чистих» концентрованих речовин (монофракцій) відчувається в різних галузях промисловості. Розповсюдженою практикою є додавання

монофракцій синтетичного походження (приміром ліналоолу) для посилення аромату натуральних продуктів [1].

Термін «чистота», «ступінь чистоти», «% чистоти» застосовується найчастіше не в абсолютному, а у відносному значенні, за кількістю наявних домішок. Для синтезованих речовин ступінь чистоти приймається 85...95 %. Кількість домішок чистих натуральних речовин допускається на рівні 35...45 %. Стандартні речовин і зразки-тести потребують чистоти 99 % і більше [2].

Очищені зразки-тести використовуються науковцями при вивченні механізмів хімічних реакцій, для ідентифікації речовин складної суміші. У виробничих лабораторіях хімічної, нафтохімічної, фармацевтичної, парфумерно-косметичної, харчової промисловостей «чисті» речовини застосовують у техніко-хімічному контролі [2].

З огляду на сказане, розширення варіантів виділення «чистих» концентрованих речовин (монофракцій) із складних сумішей природного походження має наукову і практичну мотивацію.

## **2. Аналіз літературних даних та постановка проблеми**

Світові наукові розробки способів отримання «чистих» речовин (монофракцій) базуються передусім на седиментації, сепарації, фільтрації, флотації, кристалізації, просіюванні, фракційній екстракції, ректифікації, поділу в рідинах різної щільності та інші. Кожний з перерахованих способів має свої переваги і складності [3]. Переважна більшість означених методів забезпечує поділ складних сумішей на фракції [4]. Збагатити вже отримані фракції дозволяють способи засновані на відмінностях у дисперсності і щільності. Концентровані речовини «чистого» складу отримують хімічним синтезом [2]. Натуральні індивідуальні компоненти утворюються в результаті біотехнологічних процесів [3].

Можливості селективного виділення зростають із застосуванням багатоступеневих процесів розділення, зокрема препаративної хроматографії (PGC) [5]. Особливо PGC корисна у виробництві речовин високої чистоти, коли при відносно малому обсязі потреб вирішальним є асортиментна лінійка і якість кінцевого продукту [6].

В останні 25 років використання PGC поширилося в нафтовій та хімічній промисловості, технології натуральних ароматизаторів, причому не тільки для контролю виробництва й формування асортименту продукції, але і для отримання чистих речовин-тестів і зразків порівняння [7, 8].

## **3. Об'єкт, ціль та задачі дослідження**

За *об'єкт* дослідження обрано складну суміш природного походження – ефірну олію кмину.

Проведені дослідження ставили за *мету* використання механізмів препаративного розділення для селективного виділення і концентрування монофракцій природних складних сумішей, зокрема ефірних олій (ЕО).

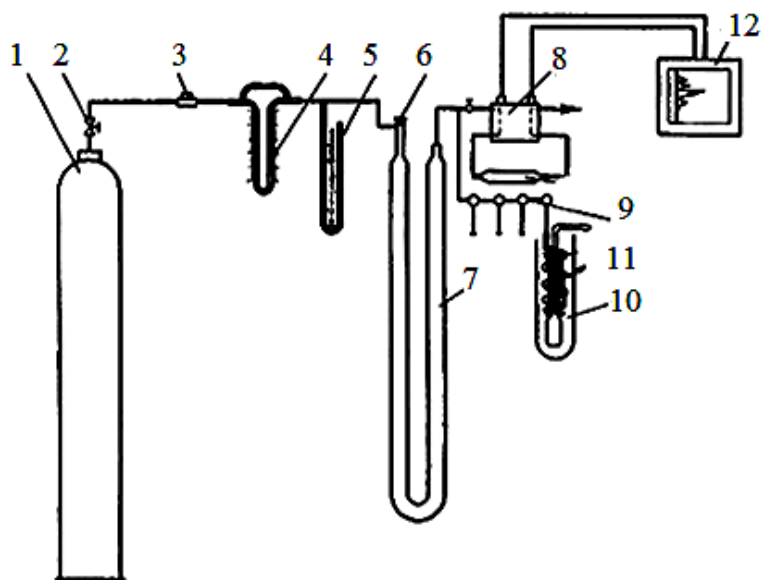
Основним теоретичним завданням розробки було обґрунтування градієнтного заповнення РГ колонки виготовленою насадкою. Контролем ефективності прийнятих рішень обрано коефіцієнт розділення та число теоретичних тарілок.

Завданням експериментальних досліджень було розроблення параметрів РГС для отримання широкої зони концентрування окремої монофракції з можливістю пролонгованого виходу її з РГ колонки і максимального вловлювання у чистому вигляді. Контролем ефективності прийнятих рішень обрано частку монофракцій відділених в результаті РГ розділення по відношенню до початкового вмісту –  $S_v$  і ефективність препаративного уловлювання –  $P_m$  о.ч.

#### 4. Матеріали та методи дослідження препаративного концентрування і виділення монофракції ефірної олії кмину

##### 4.1. Досліджувані матеріали та обладнання, що використовувались в експерименті

Для виділення монофракцій ЕО кмину використовували препаративну систему, яка складалася із препаративного хроматографа «Хром-31А» і блоку збирання фракцій. Схема препаративної системи наведено на рис. 1.



**Рис. 1.** Схема препаративної системи розділення складних сумішей: 1 – балон з гелієм; 2 – редуктор; 3 – регулятор швидкості; 4 – реометр; 5 – манометр; 6 – випаровувач; 7 – препаративна градієнтна колонка; 8 – катарометр; 9 – приймальник фракцій; 10 – посуд Дьюара; 11 – адсорбційна колонка; 12 – фіксатор сигналів

##### 4.2. Методика визначення контрольованих показників

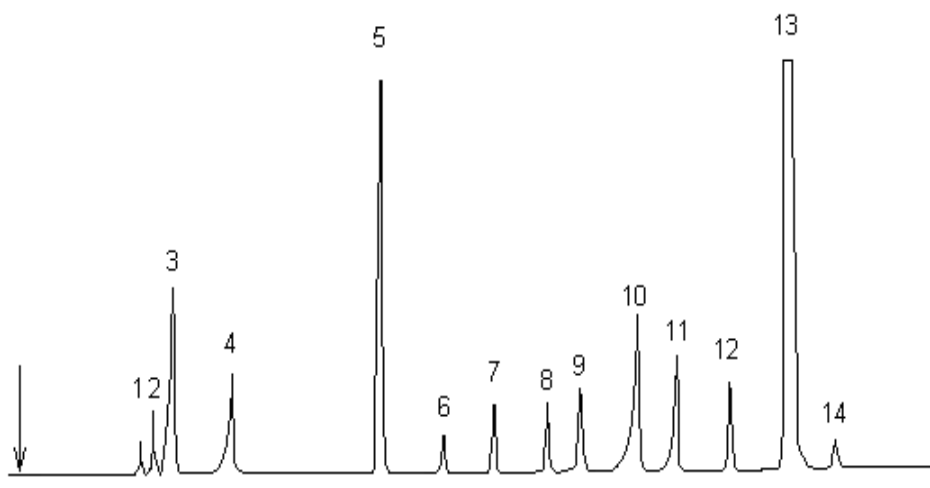
Газохроматографічний аналіз ЕО кмину, монофракцій проводили за методикою [9]. Ідентифікацію компонентів здійснювали за індексами Ковача,

масові співвідношення компонентів визначали методом внутрішньої нормалізації.

Обрахування матеріального балансу виділення монофракцій із ЕО кмину здійснювали за адаптованими формулами [10]. В розрахунках використано такі показники:  $V_s$ , – навантаження РГ колонки,  $\text{см}^3$ ;  $m_s$  – масова частка монофракцій в ЕО, о. ч.;  $\tau$  – тривалість циклу розділення і виділення монофракцій, хв.;  $S_b$  – частка виділеної монофракції по відношенню до її початкового вмісту в ЕО, о. ч.;  $P_m$  – ефективність препаративного уловлювання, о. ч.;  $\eta$  – ступінь чистоти отриманих монофракцій, %;  $P_s$  – продуктивність,  $\text{см}^3/\text{год}$ .

## 5. Результати досліджень отримання монофракцій

На рис. 2 наведено хроматограму ЕО кмину, з даними ідентифікації компонентів і визначенням їх кількісних співвідношень.



**Рис. 2.** Хроматограма ЕО кмину на насадковій колонці з нерухомою фазою 20 % дінонілфталат: 1 –  $\alpha$ -туйен (0,01 % мас.); 2 – сабінен (0,04 % мас.); 3 –  $\beta$ -мірцен (1,24 % мас.); 4 – *p*-цимол (0,06 % мас.); 5 – лимонен (39,71 % мас.); 6 – ліналоол (0,05 % мас.); 7 – цитраль (0,16 % мас.); 8 – цис-лімоненоксид (0,15 % мас.); 9 – транс-лімоненоксид (0,18 % мас.); 10 –  $\alpha$ -терпінеол (1,06 % мас.); 11 – дигідрокарвон (0,58 % мас.); 12 – цис-карвеол (0,27 % мас.); 13 – карвон (56,39 % мас.); 14 – каріофілен (0,1 % мас.)

Отримання монофракцій із ЕО кмину забезпечувала створена авторами статті насадка РГ колонки, яка повністю реалізує механізми препаративного розділення і зумовлює чистоту вилучених монофракцій. Обґрунтовуючи етапи її створення можна зазначити, що авторами статті бралися до уваги висновки Лаптева та Карханіна [11] щодо результативності секційного заповнення насадкової колонки твердим носієм. З огляду на сказане, авторами статті встановлювався коефіцієнт селективності  $\alpha$  щодо розділення критичної пари карвон-каріофілен ЕО кмину при секційному заповненні РГ колонки твердим носієм (ТН) марки Хромосорб А. Паралельно контролювалась тривалість

повного виходу  $\tau$  монофракцій карвону. Результати наведено в табл. 1. Об'єм зразку EO – 0,5 см<sup>3</sup>.

**Таблиця 1**

Селективність препаративної колонки щодо розділення критичної пари карвон-каріофілен EO кмину за секційним заповненням ТН

Серія дослідів	Кількість ТН у секціях, мас %			$\tau$ , год	коефіцієнт селективності $\alpha$
	перша, 2...3 мм	друга, 1...2 мм	третя, 0,56...1 мм		
1	20±0,5	15±0,3	65±0,1	2,0±15 хв	1,18±0,02
2	15±0,5	25±0,3	60±0,1	1,33±9 хв	1,26±0,04
3	20±0,5	30±0,3	50±0,1	1,77±12 хв	1,24±005

За отриманими результатами, ефективним розташуванням ТН в колонці за секціями визнано 2 серію дослідів. Частина колонки, що з'єднується із інжектором-випарником заповнюється ТН у кількості 15±0,5 % із розміром зернин – 2...3 мм. Це створює умови швидкого переведення суміші у газоподібний стан. Найбільша за обсягом ТН є основна третя секція із розміром зернин – 0,56...1 мм.

Для препаративного розділення авторами статті використано НФ на основі поліетиленглікольдипінату марки ПЕГ-6000. Властивості НФ обраної марки наведено в роботі [12].

Щодо варіантів розміщення НФ в препаративній колонці досліджувалося градієнтне заповнення РГ колонки, тобто поступова зміна кількості НФ по довжині колонки. Порції НФ наносилися на окремі секції ТН. Контролювали число теоретичних тарілок  $N$  і тривалість виходу карвону  $\tau$ . Результати досліджень наведено в табл. 2

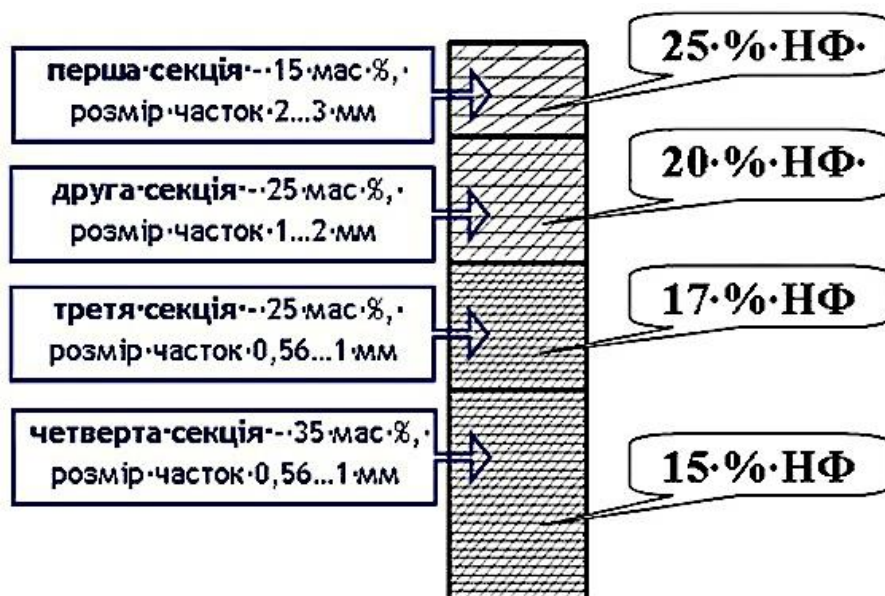
**Таблиця 2**

Показники ефективності РГ колонки за градієнтним нанесенням НФ на ТН

Серії дослідів	Порції НФ до маси ТН, % мас				$\tau$ , год.	N, т. т.
	Перша	Друга	Третя	Четверта		
1	20±1,0	20±1,0	20±1,0	20±1,0	1,77±15 хв	432±6,0
2	15±1,0	20±1,0	24±1,0	25±1,0	1,33± 10 хв	449±2,0
3	25±1,0	20±1,0	17±1,0	15±1,0	1,33±10 хв	482±4,0

Отримані результати засвідчили доцільність поділу НФ на 4 порції з нанесенням їх на ТН у градієнтній послідовності. Найбільш результативною за контрольними параметрами є 3 серія дослідів, зокрема: перша порція НФ наноситься у кількості 25 % до маси носія; друга порція – 20 %, третя – 17 %, четверта –15 %. Третя і четверта порція наносилася на третю секцію ТН.

Загальна схема градієнтного приготування насадки РГС колонки показана на рис. 3.

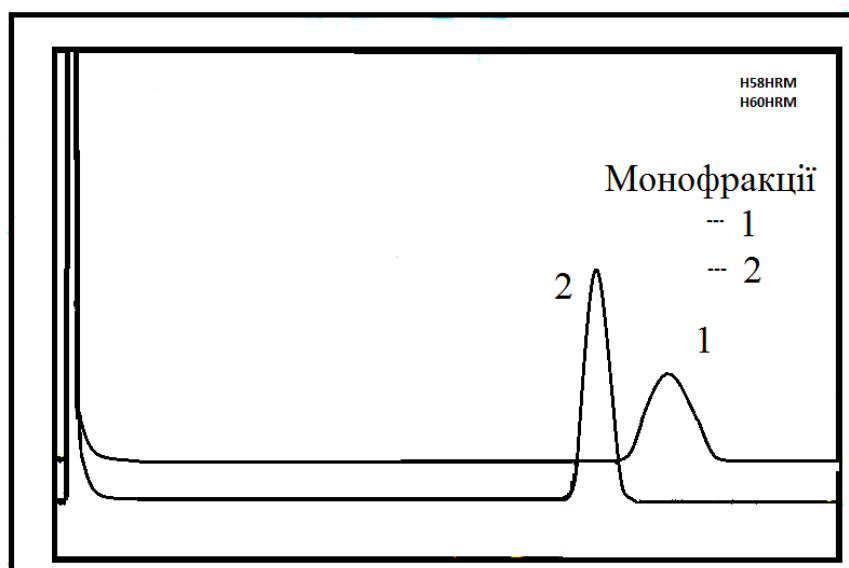


**Рис. 3.** Схема приготування насадки препаративної колонки

Розроблено умови РГ розділення і виділення монофракцій ЕО кмину, зокрема:

- твердий носій: Хромосорб А (30/40 меш), розмір зернин – градієнтний;
- нерухома фаза Поліетіленглікольадіпінат –ПЕГ-6000. Нанесення НФ на ТН – градієнтне;
- температура: інжектору – 180...250 °С, колонки – 145...210 °С (з уточненням для кожної монофракції);
- газ-носії: азот 50...85 см<sup>3</sup>/хв; Витрати ГН слід уточнювати окремо для кожної суміші і корегували з можливостями РГ колонки;
- навантаження колонки: 0,6±0,1 до 1 см<sup>3</sup> (при повторних циклах).

На рис. 4 наведено хроматограму монофракцій карвону і каріофілену виділених із ЕО кмину.



**Рис. 4.** Хроматограми карвону (1) і каріофілену (2), виділених із ефірної олії кмину

Наведена хроматограма фіксує пролонгований вихід карвону і каріофілену із PG колонки. Широка зона концентрування дозволяє практично повністю збирати монофракції суміші ( $S_b \approx 1,0$ ), що підтверджує оптимальність параметрів препаративної системи.

Збирання монофракцій відбувається у спеціальній вловлювач фракцій, який у вигляді металевої конструкції кріпиться на стінці PG хроматографа. Для безвтратної конденсації монофракцій із парової фази приймальники фракцій занурюють в посуд Дьюара з охолоджуючим середовищем

В табл. 3 систематизовано дані розрахунку матеріального балансу отримання монофракцій із ЕО кмину.

**Таблиця 3**

Матеріальний баланс отримання карвону і каріофілену із ЕО кмину

Монофракції	$V_s, \text{ см}^3$	$m_s,$ о. ч.	$\tau, \text{ хв}$	$S_b,$ о. ч.	$P_m$	$\eta,$ %	$P_s,$ $\text{ см}^3/\text{ГОД}$
(+)-карвон	0,60...1,0	0,88	1,07	1,0	$0,95 \pm 0,01$	99,0	8,67...9,05
(-)-каріофілен	0,54...0,58	0,113	1,1	0,94	$0,91 \pm 0,01$	94,0	3,46...3,51

За оптимальних технологічних параметрів збір монофракцій досягає 94,0...98 % від початкового вмісту в суміші.

## 6. Обговорення результатів дослідження виділення монофракцій

В препаративній хроматографії переважно використовуються насадкові колонки, з плівкою НФ нанесеною на ТН [1, 5]. Однорідність нанесення НФ обумовлена дисперсністю зернин ТН. Колонки з низько дисперсним ТН ефективніші за інші. Однак малі розміри зернин ТН обумовлюють зростання тиску на кінцях PG колонки. При збільшенні дисперсності зернин ТН зростає тривалість аналізу і зменшується продуктивність PG колонки [10]. Авторам статті вдалося вирішити ці протиріччя шляхом заповнення PG колонки трьома секціями ТН з почерговим зменшенням розміру зернин, зокрема 1 секція дисперсністю – 2...3 мм становить 15 % об'єму колонки, 2 секція – 25 % об'єму, дисперсність зернин в межах 1...2 мм, 3 секція – 60 %, розмір зернин – 0,56...1 мм. Такий градієнтний склад ТН забезпечує вищі за інші варіанти значення коефіцієнту селективності  $\alpha$  і меншу тривалість виділення монофракцій (табл. 1).

У науковій спеціалізованій літературі наведені рекомендації щодо вибору НФ високої ефективності [5, 7]. Однак наведені пропозиції не відповідали поставленим завданням. Опускаючи детальні дослідження зазначимо, що вибір НФ ґрунтувався на хімічній природі компонентів суміші (рис. 1) та міжмолекулярних взаємодіях НФ з компонентами ЕО. Найбільшу невизначеність при виборі НФ обумовлювали взаємодії НФ з компонентами ЕО слабого типу, зокрема Ван-дер-Ваальсові та водневі зв'язки. Обрана НФ марки ПЕГ-6000 проявляє селективність до терпенових вуглеводнів і їх кисневмісних похідних, а також характеризується стабільністю за температур до 280 °С.

Узагальнюючи отримані результати зазначимо, що при розподілі всього обсягу НФ за секціями ТН відбувається перевантаження початкової ділянки РГ колонки. Як наслідок, ЕО швидко розподіляється за об'ємом колонки, знижуючи контакт висококиплячих компонентів з НФ. Критичне зниження роздільної здатності колонки зменшується при збільшенні обсягу НФ. Проте, такі дії несприятливо відбиваються на числі теоретичних тарілок  $N$  через зростання опору масообміну в рідкій фазі. Авторами статті запропоновано наносити НФ на ТН окремими порціями. Найбільшу порцію НФ розташовуємо на секції ТН початкової ділянки колонки (табл. 2). Це підвищує ємність РГ колонки і знижує ризик її перевантаження. Поступове зменшення кількості НФ до довжини колонки прискорює вихід монофракцій і сприяє їх безвтратному вловлюванню. У зв'язку з цим, третю секцію ТН пропонується розділяти на дві і в кінці колонки розміщувати найменшу кількість НФ.

Оптимальність розроблених параметрів препаративної системи перевіряли за комплексним коефіцієнтом  $R_S$ , який має бути більше 1. Авторами статті зафіксовано значення  $R_S$  на рівні 1,25.

При виборі температури конденсації монофракції враховували здійсненні спостереження, а саме винос частини монофракції туманом з потоком ГН за температури нижче за  $-45 \pm 2$  °С, а також відсутність повної конденсації монофракцій за температури менше ніж  $-20$  °С. З огляду на сказане, в приймальнику фракції температура має підтримуватися в інтервалі від  $-20$  °С до  $-45 \pm 2$  °С.

Проблемним питанням залишається виділення монофракцій чистого складу, які входять до складу суміші в малій кількості ( $\leq 0,05$  м. ч). Вочевидь корисним є попереднє розділення складної суміші на вузькі фракції ключових компонентів із використанням фракційної розгонки під вакуумом. За означеними питаннями проводяться дослідження.

Виділені монофракції високої чистоти знайдуть своє використання в парфумерно-косметичній галузі, технології харчовій ароматизаторів, виробництві фармацевтичних субстанцій натурального походження, а також у науково-дослідних лабораторіях, в тому числі при виявленні фактів фальсифікації природних компонентів. Запропоновані технологічні рішення зберігають нативні зв'язки і повністю відповідають вимогам до натуральної продукції.

## **7. Висновки**

На прикладі отримання монофракцій ефірної олії кмину доведено ефективність і продуктивність застосування препаративної хроматографії для виділення монофракцій складних сумішей природного походження.

Виготовлена насадка препаративної колонки повною мірою реалізує механізми препаративного розділення і складається з чотирьох частин: перша частина, що з'єднується із інжектором містить ТН дисперсністю 2...3 мм у кількості  $15 \pm 0,5$  % і НФ 25 % до маси носія. Друга частина містить ТН дисперсністю 1...2 мм і НФ 20 % до маси носія і вноситься в колонку у кількості  $25 \pm 0,3$  %. Третя порція містить ТН дисперсністю 0,56...1 мм і

поділяється порівну на дві секції. На секції ТН наноситься третя і четверта порція НФ у кількості 17 % і 15 % до маси носія. За такими рішеннями коефіцієнт селективності колонки становить  $1,26 \pm 0,04$ . Число теоретичних тарілок досягає  $482 \pm 4,0$ .

Масові частки відділених (0,94...1,0) і уловлюваних (0,91...0,95) монофракцій ефірної олії кмину засвідчують оптимальність запропонованих рішень. Продуктивність збору карвону –  $8,67 \dots 9,05 \text{ см}^3$ , каріофілену  $3,46 \dots 3,51 \text{ см}^3$  за годину. Чистота відділених монофракції становить 0,94...0,99.

### Література

1. Ткачев, А. В. Исследование летучих веществ растений [Текст] / А. В. Ткачев. – Новосибирск: Офсет, 2008. – 969 с.
2. Чичибабин, А. Е. Основные начала органической химии [Текст] / А. Е. Чичибабин. – М.: Рипол Классик, 2013. – Т. 1. – 804 с.
3. Turton, R. Analysis, Synthesis and Design of Chemical Processes [Text] / R. Turton, R. C. Bailie, W. B. Whiting, J. A. Shaeiwitz. – Pearson Education, 2008. – 1088 p.
4. Moshinskii, A. I. Analysis of the operation of a packed rectifying column in the process of binary mixture separation [Text] / A. I. Moshinskii // Journal of Engineering Physics and Thermophysics. – 2013. – Vol. 86, № 5. – P. 1083–1097. doi:[10.1007/s10891-013-0931-y](https://doi.org/10.1007/s10891-013-0931-y)
5. Schmidt-Traub, H. Preparative Chromatography [Text] / by ed. H. Schmidt-Traub, M. Schulte, A. Seidel-Morgenstern. – Ed. 2. – Wiley-VCH, 2013. – 535 p.
6. Sarker, S. D. Natural Product Isolation [Text] / S. D. Sarker, Z. Latif, A. I. Gray // Natural Products Isolation. – Springer Science + Business Media, 2006. – P. 1–25. doi:[10.1385/1-59259-955-9:1](https://doi.org/10.1385/1-59259-955-9:1)
7. Егазарьянц, С. В. Хроматографические методы анализа нефтепродуктов [Текст] / С. В. Егазарьянц // Вестник Московского университета. – 2009. – Т. 50, № 2. – С. 75–99.
8. Mulder, J. Basic Principles of Membrane Technology [Text] / J. Mulder. – Springer Science & Business Media, 1991. – 363 p. doi:[10.1007/978-94-017-0835-7](https://doi.org/10.1007/978-94-017-0835-7)
9. Фролова, Н. Э. Разработка методик капиллярной хроматографии терпеновых углеводов и кислородсодержащих компонентов эфирных масел [Текст] / Н. Э. Фролова, Е. М. Усатюк // Восточно-Европейский журнал передовых технологий. – 2014. – № 5/11 (71). – С. 57–62. doi:[10.15587/1729-4061.2014.28174](https://doi.org/10.15587/1729-4061.2014.28174)
10. Туркельтауб, Г. Н. Выделение некоторых органохлорсиланов методом препаративной газовой хроматографии [Текст] / Г. Н. Туркельтауб, Е. А. Чернышев // Вестник МИТХТ. Тонкие химические технологии. – 2013. – Т. 8, № 3. – С. 107–111.
11. Зайдель-Моргенштерн, А. Препаративная градиентная хроматография [Текст] / А. Зайдель-Моргенштерн // Журнал Российского химического общества им. Д. И. Менделеева, 2003. – Т. XLVII, № 1. – С. 79–89.

12. Фролова, Н. Е. Ідентифікація компонентів ефірних олій в режимі препаративного виділення [Текст] / Н. Е. Фролова, В. О. Усенко, І. М. Мацко // Харчова промисловість. – 2005. – № 4. – С. 79–82.

## References

1. Tkachev, A. V. (2008). *Issledovanie letuchih veshchestv rastenii*. Novosibirsk: Ofset, 969.
2. Chichibabin, A. E. (2013). *Osnovnye nachala organicheskoi himii. Vol. 1*. Moscow: Ripol Klassik, 804.
3. Turton, R., Bailie, R. C., Whiting, W. B., Shaeiwitz, J. A. (2008). *Analysis, Synthesis and Design of Chemical Processes*. Pearson Education, 1088.
4. Moshinskii, A. I. (2013, September). Analysis of the operation of a packed rectifying column in the process of binary mixture separation. *Journal of Engineering Physics and Thermophysics, Vol. 86, № 5*, 1083–1097. doi:[10.1007/s10891-013-0931-y](https://doi.org/10.1007/s10891-013-0931-y)
5. In: Schmidt-Traub, H., Schulte, M., Seidel-Morgenstern, A. (2013). *Preparative Chromatography. Ed. 2*. Wiley-VCH, 535.
6. Sarker, S. D., Latif, Z., Gray, A. I. (2006). Natural Product Isolation. *Natural Products Isolation*. Springer Science + Business Media, 1–25. doi:[10.1385/1-59259-955-9:1](https://doi.org/10.1385/1-59259-955-9:1)
7. Yegazariyants, S. V. (2009). Chromatographic methods for the petroleum products analysis. *Moscow University Bulletin, Vol. 50, № 2*, 75–99.
8. Mulder, J. (1991). *Basic Principles of Membrane Technology*. Springer Science & Business Media, 363. doi:[10.1007/978-94-017-0835-7](https://doi.org/10.1007/978-94-017-0835-7)
9. Frolova, N., Usatiuk, E. (2014). Development of techniques for capillary chromatography of terpene hydrocarbons and oxygenated components of essential oils. *Eastern-European Journal Of Enterprise Technologies, 5(11(71))*, 57–62. doi:[10.15587/1729-4061.2014.28174](https://doi.org/10.15587/1729-4061.2014.28174)
10. Turkeltaub, G. N., Chernyshev, E. A. (2013). Vydelenie nekotoryh organohlorsilanov metodom preparativnoi gazovoi hromatografii. *Vestnik MITHT. Tonkie himicheskie tehnologii, Vol. 8, № 3*, 107–111.
11. Seidel-Morgenstem, A. (2003). Preparativnaia gradientnaia hromatografiia. *Journal of the Russian Mendeleev Chemical Society, Vol. XLVII, № 1*, 79–89.
12. Frolova, N. E., Usenko, V. O., Matsko, I. M. (2005). Identyfikatsiia komponentiv efirnykh olii v rezhymy preparatyvnoho vydilennia. *Kharchova promyslovist, 4*, 79–82.

У статті показана можливість використання законів і механізмів препаративної газової хроматографії для виділення монофракцій складних сумішей. Наведені наукові засади і практичні розробки виготовлення насадки препаративної колонки, яка складається з нерухою фази типу Поліетіленглікольадінінат-6000 нанесеної окремими порціями на секції твердого носія марки Хромосорб А.

Насадка має неоднорідний характер та поділена на секції, які мають різну дисперсність твердого носія та різну кількість нерухою фази на ньому. За

такого рішення коефіцієнт селективності колонки становить  $1,26 \pm 0,04$ . Число теоретичних тарілок досягає  $482 \pm 4,0$ . Продуктивність отримання карвону –  $8,67 \dots 9,05 \text{ см}^3$ , каріофілену –  $3,46 \dots 3,51 \text{ см}^3$  за годину. Чистота виділених монофракції становить  $0,94 \dots 0,99$ . Запропоновані технологічні рішення зберігають нативні зв'язки, повністю відповідають вимогам до натуральної продукції та можуть бути використані у будь-якій сфері виробництва.

**Ключові слова:** монофракція, чиста речовина, ефірна олія, препаративна колонка, твердий носій, нерухома фаза, продуктивність.

*An opportunity to use the laws and mechanisms of preparative gas chromatography to release of monofractions of complex mixtures is shown in the article. Scientific principles and practical development are given for manufacturing nozzle of preparative column, consisting of the stationary phase type Polyethylene glycol adipate-6000 deposited in batches on the solid support section of Chromosorb A.*

*Nozzle is heterogeneous in nature and divided into sections with different dispersion of solid support and a different number of stationary phase on it. Selectivity factor of the column is  $1,26 \pm 0,04$  for this decision. The number of theoretical trays is  $482 \pm 4,0$ . Productivity of carvone release is  $8,67 \dots 9,05 \text{ cm}^3$ , cariofilen release –  $3,46 \dots 3,51 \text{ cm}^3$  per hour. Purity of released monofractions is  $0,94 \dots 0,99$ . The proposed technological solutions preserve native connection, fully meet the requirements of natural products and can be used in any area of production.*

**Keywords:** monofraction, pure substance, essential oil, preparative column, solid support, stationary phase, productivity.

### **Фролова Наталія Епінетівна**

Кандидат технічних наук, докторант

Кафедра оздоровчих продуктів

Національний університет харчових технологій,

Україна, 01601, м. Київ-33, вул. Володимирська 68

E-mail: [nef1956@mail.ru](mailto:nef1956@mail.ru), конт. телефон 063-451-91-34

Кількість статей в загальнодержавних базах даних – 168

Кількість статей в міжнародних базах даних – 54

Номер ORCID: <http://orcid.org/0000-0002-5009-6026>

### **Українець Анатолій Іванович**

Доктор технічних наук, професор, ректор

Національний університет харчових технологій

Україна, 01601, м. Київ-33, вул. Володимирська 68

Кількість статей в загальнодержавних базах даних – 480

Кількість статей в міжнародних базах даних – 126

Номер ORCID: <http://orcid.org/0000-0001-7115-8006>

(пароль: Ukrainets.Anatoliy@pochta.ua; логин: Ukrainets1234567890)

### **Силка Ирина Николаївна**

Кандидат технічних наук, асистент

Кафедра технології харчування та ресторанного бізнесу

Національний університет харчових технологій

Україна, 01601, м. Київ-33, вул. Володимирська 68

E-mail: irinasilka@ukr.net, конт. тел. 097-954-98-79

Кількість статей в загальнодержавних базах даних – 14

Номер ORCID: <http://orcid.org/0000-0002-2867-7414>

(пароль: irinasilka@ukr.net; логин: Silka1234567890)

### **Фролова Наталья Эпинетовна**

Кандидат технических наук, докторант

Кафедра оздоровительных продуктов

Национальный университет пищевых технологий,

Украина, 01601, г. Киев-33, ул. Владимирская 68

E-mail: nef1956@mail.ru, конт. тел. 063-451-91-34

Количество статей в общегосударственных базах данных - 168

Количество статей в международных базах данных - 54

Номер ORCID: <http://orcid.org/0000-0002-5009-6026>

### **Украинец Анатолий Иванович**

Доктор технических наук, профессор, ректор

Национальный университет пищевых технологий

Украина, 01601, г. Киев-33, ул. Владимирская 68

Количество статей в общегосударственных базах данных - 480

Количество статей в международных базах данных - 126

Номер ORCID: <http://orcid.org/0000-0001-7115-8006>

### **Сылка Ирина Николаевна**

Кандидат технических наук, ассистент

Кафедра технологии питания и ресторанного бизнеса

Национальный университет пищевых технологий

Украина, 01601, г. Киев-33, ул. Владимирская 68

E-mail: irinasilka@ukr.net, конт. тел.: 097-954-98-79

Количество статей в общегосударственных базах данных – 14

Номер ORCID: <http://orcid.org/0000-0002-2867-7414>

### **Frolova Natalya**

Candidate of Technical Sciences, Doctoral

Department of Health Products

National University of Food Technologies

Ukraine, 01601, Kyiv, Volodymyrska str., 68

E-mail: nef1956@mail.ru, Phone 063-451-91-34

Number of articles in national databases - 168

Of articles in international databases - 54

Number ORCID: <http://orcid.org/0000-0002-5009-6026>

### **Ukrainets Anatoliy**

Doctor of Technical Sciences, Professor, Rector

National University of Food Technologies

Ukraine, 01601, Kyiv, Volodymyrska str., 68

Number of articles in national databases - 480

Of articles in international databases - 126

Number ORCID: <http://orcid.org/0000-0001-7115-8006>

### **Silka Irina**

Candidate of Technical Sciences, Assistant

Department of Food Technology and Restaurant Business

National University of Food Technologies

Ukraine, 01601, Kyiv-33, st. Alabama 68

E-mail: [irinasilka@ukr.net](mailto:irinasilka@ukr.net), Phone 097-954-98-79

Number of articles in national databases - 14

Number ORCID: <http://orcid.org/0000-0002-2867-7414>