—— ОРИГИНАЛЬНЫЕ СТАТЬИ ——

УДК 543.544.3:543.51:547-316

ПРИНЦИПЫ КОНТРОЛЯ ПРАВИЛЬНОСТИ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИХ ИНДЕКСОВ УДЕРЖИВАНИЯ РАНЕЕ НЕ ОХАРАКТЕРИЗОВАННЫХ АНАЛИТОВ (НА ПРИМЕРЕ 2-АРИЛ-1,3-ДИОКСОЛАНОВ И -1,3-ДИОКСАНОВ)

© 2020 г. И. Г. Зенкевич^{*a*, *}, Е. В. Елисеенков^{*a*}

^аСанкт-Петербургский государственный университет, Институт химии Университетский просп., 26, Санкт-Петербург, 198504 Россия *e-mail: izenkevich@yandex.ru Поступила в редакцию 13.04.2020 г. После доработки 03.07.2020 г. Принята к публикации 03.07.2020 г.

Серии продуктов взаимодействия замещенных бензальдегидов XC_6H_4 CHO с несколькими алифатическими диолами (этандиол, 1,2-пропандиол, 1,3-пропандиол, 1,3-бутандиол и рацемический 2,3-бутандиол) впервые охарактеризованы аналитическими параметрами для их хромато-массспектрометрической идентификации: масс-спектрами с ионизацией электронами и газохроматографическими индексами удерживания на стандартной неполярной полидиметилсилоксановой неподвижной фазе (RI). Показано, что такую характеристику новых соединений целесообразно сочетать с контролем правильности значений RI путем проверки их корреляции с данными для одного или нескольких рядов более простых и, следовательно, подробнее охарактеризованных структурных аналогов. Предлагаемый алгоритм позволил не только подтвердить корректность всех впервые определенных индексов удерживания, но и выявить ошибочное справочное значение индекса удерживания 4-этоксифенола. Соответствующий выбор структурных аналогов позволяет применять этот способ для контроля индексов удерживания соединений, в молекулах которых проявляются стерические взаимодействия структурных фрагментов.

Ключевые слова: 2-арил-1,3-диоксоланы, 2-арил-1,3-диоксаны, газохроматографические индексы удерживания, контроль правильности, корреляции индексов структурных аналогов, масс-спектры. **DOI:** 10.31857/S0044450220120154

Все расширяющееся применение различных баз справочной информации в современной химии предъявляет жесткие требования к корректности представленных в них данных. В наибольшей степени это относится к базам, используемым при хромато-масс-спектрометрической идентификации следовых количеств аналитов в сложных смесях, содержащим масс-спектры электронной ионизации (ИЭ) и газохроматографические индексы удерживания на стандартных неподвижных фазах. Например, версия 2017 г. базы [1]¹ включает масс-спектры ИЭ 267376 соеди-

зы [1]² включает масс-спектры и <u>9</u> 207576 соединений и газохроматографические индексы удерживания 99400 соединений. Однако по объективным причинам как отдельные соединения, так и их совокупности (гомологические ряды, группы конгенеров, изомеров и др.) остаются охарактеризованными недостаточно подробно. Основные причины этого перечислены в работах [2–4]; здесь, помимо большого числа изомеров высших гомологов любых рядов, можно упомянуть отсутствие соединений в природных объектах и сложности синтеза.

Если масс-спектры ИЭ не представленных в базах соединений уникальны (не всегда, но достаточно часто это можно предсказать заранее), то их отсутствие заметно не ухудшает результаты идентификации других аналитов. Однако хорошо известен факт сходства масс-спектров многих органических соединений различной химической природы, а в этом случае не представленные в базах объекты могут быть ошибочно отнесены к содержащимся в ней аналитам (так называемые ошибки II рода). Подобная проблема актуальна, в частности, для идентификации представителей такого недостаточно подробно охарактеризован-

¹ Авторы хотели бы специально отметить, что приведенные далее в тексте упоминания базы [1] не следует рассматривать как критические замечания. Эта база относится к наиболее надежным, а один из авторов (И. Зенкевич) принимал участие в разработке ее хроматографического фрагмента в течение 1999–2018 гг.



Рис. 1. Гистограмма распределения индексов удерживания дибутилфталата (73 значения RI) на неполярных неподвижных фазах [1] (комментарии см. в тексте).

ного класса соединений, как моноалкиловые эфиры бензол-1,2-дикарбоновой (фталевой) кислоты (моноалкилфталаты), масс-спектры которых трудно отличить от масс-спектров диалкилфталатов [4—6], нередко даже с другими алкильными фрагментами в молекулах. В качестве еще одного примера можно упомянуть ошибочное единичное значение RI 4-этоксифенола в базе [1], выявленное при обработке данных настоящей работы (см. ниже).

При сходстве масс-спектров аналитов газохроматографические индексы удерживания (RI) приобретают решающее значение для их идентификации. Однако применение таких аналитических параметров характеризуется своими элементами неопределенности. Достаточно часто значения RI определяют для компонентов реальных образцов, идентификация которых базируется как раз на их масс-спектрах, вследствие чего ошибки масс-спектрометрической идентификации "воспроизводятся" в значениях RI. Некоторая часть справочных значений RI оказывается ошибочно приписанной соединениям со сходными масс-спектрами. В качестве примера можно привести гистограмму распределения 73 значений RI дибутилфталата на неполярных неподвижных фазах (данные сайта http://webbook.nist.gov [1]), приведенную на рис. 1. Именно построение гистограмм - наиболее простой и наглядный способ выявления аномалий индексов удерживания, обусловленных объединением данных из разных источников информации в одни и те же выборки [7].

Гистограмма на рис. 1 характеризуется двумя максимумами, что сразу исключает однородность массива значений RI. Более детальный анализ исходных данных показывает, что правый максимум образован величинами RI в области среднего значения 1965 ± 6 и относится к так называемым semi-standard (терминология [1]) неподвижным фазам (полидиметилсилоксаны, содержащие 5% фенильных групп). Значения RI на стандартных неполярных полидиметилсилоксановых фазах (среднее значение 1924 ± 12) попадают в левую группу, однако ее ширина в шкале RI (от 1900 до 1940) представляется значительно большей, чем это характерно для индивидуальных соединений. Таким образом, в рассматриваемом массиве данных нельзя исключить присутствия значений RI не только дибутилфталата, но и его изомеров с разветвленным углеродным скелетом (например, бутилизобутилфталата). Подобная ситуация наблюдается как для многих других диалкилфталатов [4], так и для соединений иных классов, что обусловливает необходимость специального контроля справочных значений их индексов удерживания.

Изложенное выше позволяет считать характеристику соединений ранее подробно не рассматривавшихся классов как масс-спектрами, так и газохроматографическими индексами удерживания (при условии специального контроля их правильности) актуальной задачей. Из отечественных авторов значительный вклад в целенаправленную характеристику гомологов разных рядов (например, алкилоксазолов и -тиазолов [8], алкилтиенилсульфидов [9], 1,3-оксотиоланов и 1,3-дитиоланов [10] и многих других) принадлежит проф. Р.В. Головня. Достаточно распространены случаи, когда в пределах рядов даже хорошо известных относительно несложных соединений почти не охарактеризованы отдельные подгруппы гомологов. Так, например, диалкилацетали и 2-монозамещенные 1,3-диоксоланы (продукты взаимодействия альдегидов со спиртами и диолами) весьма подробно представлены в базах как масс-спектров, так и индексов удерживания. Однако их ближайшие структурные аналоги – диал-

2020

килкетали и 2,2-дизамещенные 1,3-диоксоланы потребовали специального рассмотрения [2, 3].

Для 2-арилзамещенных 1,3-диоксоланов значения RI на стандартных неполярных неподвижных фазах ранее были известны только для простейших гомологов (2-фенил-, 1215) [11, 12] и 2-бензил- (1277) [13]. Кроме этого, для последнего соединения определено значение RI на стандартной полярной фазе (1940) [14].

Настоящая работа продолжает характеристику недостаточно подробно представленных в современных массивах справочной информации подгрупп 1,3-диоксоланов на примере 2-арилзамещенных соединений этого класса. Проанализированы критерии проверки правильности определения RI новых соединений в результате их сравнения с индексами удерживания более простых структурных аналогов, в том числе соответствующих замещенных бензальдегидов, и между собой. Рассматриваемые алгоритмы применимы и к соединениям других классов.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Реагенты и способы синтеза. Для получения микроколичеств ацеталей использовали бензальдегиды со следующим набором заместителей: незамещенный, 3-метил-, 4-метил-, 4-этил-, 4-изопропил-, 4-*трет*-бутил-, 2-метокси-, 3-метокси-, 4-метокси-, 2-этокси-, 4-этокси-, 2-пропилокси-(синтезирован из салицилового альдегида по методике [15]) и диолы: этиленгликоль (Реахим, Москва), 1,2-пропандиол, 1,3-пропандиол (Мегск, Шухардт, Германия), 1,3-бутандиол (Мегск, Дармштадт, Германия) и рацемический 2,3-бутандиол (Реахим, Москва).

Смешивали 1 ммоль карбонильного соединения с полуторакратным мольным избытком гликоля без растворителя при добавлении 40–50 мг гидросульфата магния на силикагеле в пенициллиновом флаконе. Реакционные смеси перемешивали на магнитной мешалке при 40–60°С в течение 10–20 мин. После этого реакционные смеси растворяли в 5–6 мл смеси дихлорметан—*н*-гексан (1:2, по объему) и встряхивали с 1.5–2.0 мл дистиллированной воды. Органические фазы переносили в пенициллиновый флакон емк. 10 мл и высушивали прокаленным Na₂SO₄ (0.5–1.0 г) в течение 1–2 ч. Перед анализом полученный раствор разбавляли *н*-гексаном в 10–15 раз.

Гидросульфат магния на силикагеле готовили по модифицированной методике [16]: гептагидрат сульфата магния (Вектон, Санкт-Петербург; 2.253 г, 18.7 ммоль) в стеклянном стакане емк. 50 мл прокаливали при 200°С до постоянной массы и по каплям добавляли 1.91 г (18.7 ммоль) 96%ной серной кислоты при перемешивании стеклянной палочкой. Полученную твердую массу при периодическом перемешивании выдерживали при комнатной температуре в течение 30 мин. Добавляли 4.20 г силикагеля для колоночной хроматографии 60 (фракция 0.063–0.200 мм, Merck, Германия) и перемешивали в течение 10 мин. Хранили в герметично закрывающейся таре.

Хромато-масс-спектрометрический анализ проводили на хромато-масс-спектрометре Shimadzu QP 2010 SE с ионизацией электронами (энергия ионизации 70 эВ), температуры интерфейса и источника ионов 250°С. Колонка Optima 1, длина 25 м, внутренний диаметр 0.32 мм, толщина пленки неподвижной фазы 0.35 мкм. Режим анализа: изотерма 40°С (3 мин), программирование температуры от 40 до 250°С со скоростью 10 град/мин. изотерма 250°С (10 мин), температура испарителя 250°С, температура детектора 250°С, газ-носитель гелий, объемная скорость 1.82 мл/мин (линейная скорость 53.3 см/с), деление потока 1 : 10, объем дозируемых проб 1.0 мкл. Для определения индексов удерживания в образцы добавляли раствор смеси реперных н-алканов С8-С22 (в разных комбинациях) в гексане.

Обработка результатов. Целевые компоненты образцов характеризовали линейными индексами удерживания. В отдельных случаях (для контроля) вычисляли линейно-логарифмические индексы удерживания (программа QBasic). Для статистической обработки данных использовали ПО Excel (Microsoft Office 2010) и Origin (версия 4.1). В качестве источника справочных данных по индексам удерживания использовали базу данных [1].

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Проблему оценки надежности впервые определяемых аналитических характеристик (в том числе масс-спектров и хроматографических индексов удерживания) всегда отличает высокая актуальность. Некоторые известные примеры несоответствия результатов природе характеризуемых соединений под названием "аналитические артефакты²" рассмотрены в монографии [17]. Особенно важно использование алгоритмов подобного контроля для впервые характеризуемых аналитов, когда полученные данные не с чем сравнить (дублированные данные обеспечивают возможность контроля так называемой "межлабораторной воспроизводимости"). Один из давно применяющихся приемов - сопоставление как масс-спектров, так и значений RI с данными для других гомологов тех же рядов. В течение многих лет именно сравнение масс-спектров гомологов оставалось важнейшим способом установления общих закономерностей фрагментации в услови-

² Принятый в Европе вариант этого слова – "artefact", тогда как в США (и, следовательно, в ссылке [15]) используют написание "artifact".



Рис. 2. Линейная зависимость индексов удерживания три-*н*-алкиламинов (C_nH_{2n+1})₃N от значений RI 1-бромалканов C_nH_{2n+1} Вг на стандартных неполярных неподвижных фазах. Параметры уравнения линейной регрессии (2): $a = 2.58 \pm 0.03$, $b = -652 \pm 24$, R = 0.9996, $S_0 = 17$.

ях ИЭ [18, 19]. Аналогичный прием известен и в хроматографии [20]. Поскольку инкременты гомологической разности CH_2 соединений разных рядов в шкале индексов удерживания составляют около 100 (для *н*-алканов они равны 100 по определению), этим свойством можно воспользоваться для предварительного контроля значений RI ранее не охарактеризованных соединений, сравнивая их с данными для других гомологов, отличающихся на одну или несколько групп CH_2 . Разветвление sp^3 -углеродного скелета молекул обычно приводит к уменьшению RI на 30–50 единиц; отклонения от этого правила типичны для стерически затрудненных молекул [21].

Соотношения для сопоставления индексов удерживания соединений разных рядов. Более общий алгоритм не только контроля корректности, но и вычисления значений RI с достаточно высокой точностью основан на сравнении их значений для ранее не охарактеризованных соединений с данными для их более простых и, следовательно, подробнее представленных в базах данных структурных аналогов. При достаточно больших вариациях числа атомов углерода в молекулах гомологов взаимосвязь газохроматографических индексов удерживания соединений разных рядов [RI(I) и RI(II)] может быть аппроксимирована линейно-логарифмическим уравнением следующего общего вида [22, 23]:

$$\lg \operatorname{RI}(\operatorname{II}) = a \lg \operatorname{RI}(\operatorname{I}) + bA + c, \tag{1}$$

где A — параметр, обеспечивающий взаимно однозначное соотнесение сравниваемых гомологов в пределах обоих рядов (число атомов углерода в молекуле, молекулярная масса, число кратных связей, циклов и др.), a, b, c — коэффициенты, вычисляемые методом наименьших квадратов. В относительно небольших диапазонах вариаций числа атомов углерода в молекуле вместо уравнения (1) вполне допустимо использовать более простые соотношения, например линейные выражения (2), коэффициенты которых также вычисляют методом наименьших квадратов:

$$RI(II) = aRI(I) + b,$$
(2)

или, в предположении $a \equiv 1$, еще более простой и вследствие этого чаще используемый вариант:

$$RI(II) = RI(I) + (\Delta RI \pm s_{\Delta RI}).$$
(3)

Соотношение (2) рекомендовано для решения таких "экзотических" задач, как взаимный пересчет значений RI, определяемых в разных системах реперных компонентов [24, 25], когда значения коэффициента а существенно отличаются от единицы. Это же условие ($a \ge 1$ или $a \ll 1$) характеризует взаимную корреляцию значений RI многорядных и однорядных гомологов. Например, на рис. 2 приведен график зависимости индексов удерживания симм-три-н-алкиламинов $(C_nH_{2n+1})_3N$ от значений RI 1-бромалканов C_nH_{2n + 1}Br (параметры уравнения линейной регрессии приведены в подписи к рисунку). Поскольку каждому изменению числа атомов углерода в алкилбромидах на единицу в аминах соответствуют три атома углерода, то значение коэффициента а в данном случае оказывается равным 2.58 \pm 0.03. При корреляции RI однорядных гомологов различных рядов значения коэффициентов а близки к единице.

Уравнение (3) — основа разнообразных аддитивных схем оценки хроматографических индексов удерживания с использованием различных инкрементов (Δ RI $\pm s_{\Delta RI}$) (см., например, [26, 27]). Формально возможности соотношений (2) и (3) для оценки RI близки между собой. Вариант (2) точнее, но в то же время более чувствителен к вариациям режимов разделения, что влияет на значения коэффициентов *a* и *b*. В уравнениях вида (3) такие вариации компенсируются стандартными отклонениями инкрементов индексов удерживания, $S_{\Delta RI}$. Можно полагать, что бо́льшая точность соотношений (2) по сравнению с (3) должна проявляться в том, что значения генеральной дисперсии (S_0) линейной регрессии (2) оказываются меньше, чем соответствующие стандартные отклонения величин ΔRI , т.е. удовлетворяют следующему неравенству:

$$S_0 \le s_{\Delta \text{RI}}.\tag{4}$$

Закономерности газохроматографического удерживания удерживания 2-арил-1,3-диоксоланов и **2-арил-1,3-диоксанов**. Все 2-арил-1,3-диоксоланы и -1,3-диоксаны синтезированы по единой схеме из соответствующих замещенных бензальдегидов XC₆H₄CHO (X = 3-Me, 4-Me, 4-Et, 4-*изо*-Pr, 4-*mpem*-Bu, 3-MeO, 4-MeO, 4-EtO) и пяти диолов (n = 0 или 1, R = H или CH₃): этандиола, 1,2пропандиола, 1,3-пропандиола, 1,3-бутандиола и рацемического 2,3-бутандиола. Отдельную подгруппу составляют *орто*-замещенные бензальдегиды (X = 2-MeO, 2-EtO и 2-PrO) и соответствующие им продукты конденсации, характеризующиеся аномалиями индексов удерживания, обусловленными внутримолекулярными стерическими взаимодействиями (схема 1):



Схема 1. Взаимодействие замещенных бензальдегидов с диолами.

Выявление целевых продуктов в составе реакционных смесей основано на ожидаемых значениях молекулярных масс (сигналы молекулярных ионов регистрируются во всех случаях), общих закономерностях фрагментации 1,3-диоксоланов и 1,3-диоксанов [19] (в масс-спектрах указано отнесение основных пиков) и обсуждаемых ниже закономерностях вариаций их газохроматографических индексов удерживания. Масс-спектры ИЭ и газохроматографические индексы удерживания 2-арил-1,3-диоксоланов и -1,3-диоксанов в составе реакционных смесей приведены в табл. 1.

Дополнительно в табл. 1 включены данные для 2-(2'-гидроксифенил)-1,3-диоксана – продукта взаимодействия салицилового альдегида и 1,3пропандиола. Другие продукты конденсации гидроксизамещенных бензальдегидов с диолами образуются только с низкими выходами и исключены из рассмотрения. Особенность 2-арил-4-метил-1,3диоксанов, содержащих два асимметрических атома углерода (обозначены звездочками на схеме 1) при наличии в молекулах любых заместителей Х (кроме X = 2-EtO), заключается в разделении диастереомеров, однако разности их индексов удерживания составляют всего 1-4 ед. индекса. В остальных же случаях эффективность используемой хроматографической колонки недостаточна для их разделения.

Принципы проверки корректности полученного массива индексов удерживания рассмотрим на примере данных табл. 2, в которой сопоставлены значения RI 2-арил-1,3-диоксоланов и их нескольких структурных аналогов, а именно замещенных бензальдегидов XC₆H₄CHO, метилбензолов $XC_6H_4CH_3$ и фенолов XC_6H_4OH . Их сравнение, как отмечено выше, можно проводить двумя способами: с использованием уравнений линейной регрессии (2) и разностей (3). Средние значения ∆RI приведены для сочетаний RI 2-арил-1,3-диоксоланов и их всех структурных аналогов. Для замещенных бензальдегидов указаны два набора индексов удерживания: определенные в настоящей работе (I) и приведенные для стандартных неполярных неподвижных фаз в базе данных [1] (II). Разность средних значений ΔRI для этих двух наборов данных составляет 15 ед. индекса, что меньше суммы их стандартных отклонений (14 + 14 = 28) и, следовательно, их различия статистически незначимы.

Все значения ΔRI характеризуются достаточно хорошей воспроизводимостью (на уровне 9-18 ед. индекса), что соответствует оценкам для других классов органических соединений [26]. Коэффициенты корреляции линейных регрессий (2) варьируют от 0.991 до 0.998, а параметры S_0 – от 7 до 16. При этом важно обратить внимание на соотношение стандартных отклонений разностей ΔRI ($s_{\Delta RI}$) и значений параметра S_0 линейных регрессий (2). Во всех случаях $S_0 < s_{\Delta RI}$, как и следовало ожидать на основании неравенства (4); исключением является сравнение определенных нами значений RI 2-арил-1,3-диоксоланов и значений RI замещенных бензальдегидов из базы [1], когда $S_0 = s_{ARI}$. Причина этого заключена в самом принципе формирования базы [1], предполагающем объединение данных из разных источников

ЗЕНКЕВИЧ, ЕЛИСЕЕНКОВ

Х в XC ₆ H ₄ CHO	RI	Масс-спектр: $m/z \ge 39$ ($I_{\text{отн}} \ge 2\%$)	Идентификация		
Продукты взаимодействия с этандиолом (1,3-диоксоланы)					
Н	1204 ± 1	151(2), 150(22) M , 149(100) [M – H], 106(3), 105(37) [C ₆ H ₅ CO], 92(4), 91(15), 90(11), 89(10), 79(3), 78(15), 77(24), 76(2), 74(2), 73(29), 65(2), 64(2), 63(5), 52(2), 51(11), 50(4), 45(14), 43(3), 39(5)	2-Фенил-1,3- диоксолан		
3-Me	1314 ± 1	165(2), 164(22) M, $163(100)$ [M – H], $150(8), 149(78)$ [M – CH ₃], $133(6),$	2-(3'-Толил)-		
		121(3), 120(7), 119(68) [CH ₃ C ₆ H ₄ CO], 106(4), 105(24), 104(6), 103(11), 102(2), 93(3), 92(27), 91(57), 90(3), 89(6), 82(2), 79(3), 78(12), 77(12), 76(2), 74(3), 73(54), 66(3), 65(20), 62(2), 52(3), 51(8), 50(4), 45(24), 43(4), 41(3), 39(14)	1,3-диоксолан		
4-Me	1319 ± 1	165(2), 164(19) M , 163(100) [M – H], 150(6), 149(62) [M – CH ₃], 133(3),	2-(4'-Толил)-		
		$120(8), 119(80) [CH_{3}C_{6}H_{4}CO], 106(2), 105(21), 104(9), 103(11), 102(2), 93(3), 92(26), 91(50), 90(3), 89(5), 79(3), 78(13), 77(12), 76(2), 74(2), 73(35), 66(3), 65(18), 64(2), 63(7), 62(2), 52(3), 51(7), 50(3), 45(17), 43(3), 41(3), 39(12)$	1,3-диоксолан		
4-Et	1414 ± 1	179(2), 178(19) M , 177(100) [M – H], 150(9), 149(85) [M – C ₂ H ₅], 147(2), 134(7), 133(58) [C ₂ H ₅ C ₆ H ₄ CO], 120(3), 119(27), 118(3), 117(16), 115(7), 107(2), 106(14), 105(26), 104(4), 103(10), 102(2), 92(4), 91(53), 90(4), 89(5), 79(22), 76(2), 75(2), 74(3), 73(41), 66(2), 65(8), 63(5), 53(2), 52(2), 51(8), 50(3), 45(19), 43(3), 41(2), 39(8)	2-(4'-Этилфе- нил)-1,3-диок- солан		
4- <i>u30</i> -Pr	1487 ± 1	193(2), 192(18) M , 191(100) [M – H], 177(2), 150(9), 149(84) [M – C ₃ H ₇], 148(6), 147(42) [(CH ₃) ₂ CHC ₆ H ₄ CO], 133(7), 132(2), 131(3), 120(5), 119(22), 118(2), 117(11), 116(2), 115(12), 106(7), 105(81) [C ₆ H ₅ CO], 104(6), 103(9), 102(2), 92(2), 91(23), 89(3), 88(2), 79(9), 78(6), 77(17), 76(2), 75(2), 74(2), 73(41), 66(3), 65(5), 63(4), 53(2), 52(2), 51(7), 50(2), 45(15), 43(6), 41(9), 39(8)	2-(4'-Изопро- пилфенил)- 1,3-диоксолан		
4- <i>mpem</i> -Bu	1551 ± 1	207(3), 206(23), 205(100) [M – H], 191(11), 190(3), 162(3), 161(21) [(CH ₃) ₃ CC ₆ H ₄ CO], 150(6), 149(60) [M – C ₄ H ₉], 147(6), 146(2), 145(2), 133(2), 132(2), 131(5), 129(2), 128(2), 122(2), 120(9), 119(90), 118(6), 117(6), 116(4), 115(11), 105(11), 103(5), 95(2), 92(4), 91(43), 90(2), 89(3), 81(2), 79(5), 78(3), 77(10), 74(3), 73(64), 72(2), 65(5), 63(3), 57(5), 55(2), 53(2), 51(4), 45(13), 43(2), 41(17), 39(7)	2-(4'- <i>трет</i> - Бутилфенил)- 1,3-диоксолан		
2-MeO	1439 ± 1	181(5), 180(41) M , 179(100) [M – H], 165(10), 152(13), 150(4), 149(39) [M – CH ₃ O], 148(17), 136(9), 135(80), 134(2), 123(11), 122(4), 121(17), 120(6), 119(26), 118(2), 109(6), 108(73) [CH ₃ OC ₆ H ₅], 107(7), 106(2), 105(9), 104(10), 94(2), 93(8), 92(20), 91(46), 90(9), 89(11), 79(10), 78(19), 77(41), 76(10), 75(3), 74(5), 73(69), 66(2), 65(17), 64(8), 63(10), 62(3), 53(3), 52(3), 51(21), 50(8), 45(33), 44(2), 43(5), 39(16)	2-(2'-Меток- сифенил)-1,3- диоксолан		
3-MeO	1451 ± 1	181(6), 180(50) M , 179(86) [M – H], 152(2), 150(5), 149(39) [M – CH ₃ O], 137(2), 136(9), 135(53) [CH ₃ OC ₆ H ₄ CO], 134(2), 122(3), 121(19), 120(2), 119(8), 109(12), 108(100) [CH ₃ OC ₆ H ₅], 107(27) [CH ₃ OC ₆ H ₄], 105(5), 94(2), 93(5), 92(13), 91(15), 90(3), 89(5), 79(6), 78(20), 77(33), 76(5), 75(2), 74(5), 73(77), 66(2), 65(14), 64(10), 63(11), 62(2), 53(2), 52(2), 51(15), 50(6), 45(34), 43(4), 39(12)	2-(3'-Меток- сифенил)-1,3- диоксолан		
4-MeO	1470 ± 1	181(3), 180(32) M , 179(100) [M – H], 177(8), 150(5), 149(29) [M – CH ₃ O], 136(8), 135(73) [CH ₃ OC ₆ H ₄ CO], 122(4), 121(28), 120(6), 119(9), 109(5), 108(61) [CH ₃ OC ₆ H ₅], 107(12), 105(5), 93(3), 92(12), 91(15), 90(4), 89(4), 79(5), 78(13), 77(28), 76(3), 74(2), 73(17), 66(2), 65(10), 64(7), 63(7), 62(2), 53(2), 52(2), 51(13), 50(4), 45(12), 43(3), 39(8)	2-(4'-Меток- сифенил)-1,3- диоксолан		

Таблица 1. Масс-спектры с ионизацией электронами и газохроматографические индексы удерживания 2-арил-1,3-диоксоланов и 2-арил-1,3-диоксанов в составе реакционных смесей замещенных бензальдегидов XC₆H₄CHO с различными диолами (символом **M** обозначены сигналы молекулярных ионов)

1134

Таблица 1.	Продолжение
------------	-------------

Х в XC ₆ H ₄ CHO	RI	Масс-спектр: $m/z \ge 39$ ($I_{\text{отн}} \ge 2\%$)	Идентификация
2-EtO	1488 ± 1	195(4), 194(37) M , 193(66) [M – H], 166(8), 165(78) [M – C ₂ H ₅], 164(2), 151(3), 149(25) [M – H – CH ₃ CHO], 148(10), 136(3), 135(30), 133(10), 131(5), 123(6), 122(55) [C ₂ H ₅ OC ₆ H ₅], 121(100) [M – H – CH ₃ CHO – CO], 120(14),	2-(2'-Этокси- фенил)-1,3- диоксолан
		119(9), 115(2), 108(3), 107(16), 106(2), 105(13), 104(11), 103(2), 95(5), 94(50), 93(14), 92(11), 91(13), 90(4), 89(6), 80(2), 79(7), 78(8), 77(30), 76(7), 75(2), 74(3), 73(66), 66(5), 65(26), 64(6), 63(7), 62(2), 55(2), 53(3), 52(3), 51(18), 50(5), 45(31), 44(2), 43(7), 41(2), 40(2), 39(19)	
4-EtO	1544 ± 1	195(5), 194(40) M , 193(100) [M – H], 165(13), 164(2), 163(6), 150(5), 149(36) [M – H – CH ₃ CHO; C ₂ H ₅ OC ₆ H ₄], 136(3), 135(14), 134(3), 123(6), 122(51) [C ₂ H ₅ OC ₆ H ₅], 121(55) [C ₂ H ₅ OC ₆ H ₄], 120(2), 119(8), 105(8), 106(4), 95(5), 94(44), 93(8), 92(3),91(3), 89(2), 79(4), 78(8), 77(16), 76(3), 74(2), 73(26), 66(4), 65(17), 64(2), 63(5), 53(2), 52(3), 51(12), 50(3), 45(14), 43(4), 40(2), 20(12)	2-(4'-Этокси- фенил)-1,3- диоксолан
2-PrO	1576 ± 1	$ \begin{array}{l} & 59(12) \\ & 209(3), 208(31) \ \textbf{M}, 207(50) \ [\textbf{M} - \textbf{H}], 166(10), 165(90) \ [\textbf{M} - \textbf{C}_{3}\textbf{H}_{7}], 164(2), \\ & 163(2), 150(2), 149(17) \ [\textbf{M} - \textbf{H} - \textbf{C}_{2}\textbf{H}_{5}\textbf{C}\textbf{HO}], 148(7), 147(5), 145(2), 138(4), \\ & 137(3), 136(21), 135(24), 133(2), 131(2), 123(5), 122(43), 121(100) \ [\textbf{M} - \textbf{H} - \textbf{C}_{2}\textbf{H}_{5}\textbf{C}\textbf{HO} - \textbf{CO}], 119(7), 108(3), 107(20), 105(7), 104(11), 95(5), 94(48), 93(9), \\ & 92(8), 91(8), 90(2), 89(3), 79(4), 78(7), 77(23), 76(5), 74(3), 73(55), 66(4), \\ & 65(18), 64(3), 63(4), 52(2), 51(11), 50(3), 45(25), 44(2), 43(17), 42(2), 41(19), \\ & 40(2), 39(16) \end{array} $	2-(2'-Пропок- сифенил)-1,3- диоксолан
Продукты	взаимоде	йствия с 1,2-пропандиолом (1,3-диоксоланы) (ниже в таблице отнесен	ия сигналов
в масс-с	пектрах д	иастереомеров № 2, идентичных сигналам в масс-спектрах диастереом и символы ионов [M – H] не указаны)	еров № 1,
Н	№ 1 1239 ± 1	165(2), 164(22) M , 163(100), 134(2), 133(6), 120(3), 119(13), 107(2), 106(9), 105(90) [C ₆ H ₅ CO], 92(12), 91(33), 90(27), 89(22), 87(19), 79(11), 78(35), 77(42), 76(3), 74(2), 65(2), 64(3), 63(8), 62(2), 59(21), 57(3), 52(5), 51(24), 50(8), 43(5), 42(8), 41(17), 40(2), 39(9)	4-Метил-2- фенил-1,3- диоксолан (соотношение
	№ 2 1241 ± 1	165(2), 164(24) M , 163(100), 133(5),120(3), 119(13), 107(2), 106(9), 105(87), 92(12), 91(36), 90(27), 89(22), 87(24), 79(11), 78(35), 77(43), 76(3), 75(2), 74(2), 65(3), 64(4), 63(8), 62(2), 59(27), 57(3), 52(5), 51(24), 50(8), 43(6), 42(8), 41(19), 40(2), 39(10)	диастереоме- ров №1/№2 ≈ 1.9)
3-Me	№ 1 1342 ± 1	178(15) M , 177(57), 164(5), 163(45), 147(3), 134(2), 133(11)121(2), 120(11), 119(100) [CH ₃ C ₆ H ₄ CO], 118(2), 106(5), 105(33), 104(8), 103(13), 102(3), 93(7), 92(40), 91(62) [C ₇ H ₇], 90(4), 89(7), 87(20), 79(3), 78(17), 77(17), 76(2), 73(2), 66(2), 65(21), 64(2), 63(9), 62(2), 59(26), 57(3), 53(2), 52(3), 51(10), 50(4), 42(7), 41(20), 40(2), 39(14)	4-Метил-2-(3'- толил)-1,3- диоксолан (соотношение диастереоме-
	№ 2 1345 ± 1	179(2), 178(15) M , 177(62), 164(6), 163(50), 147(2), 134(3), 133(11), 121(2), 120(12), 119(100), 118(2), 106(6), 105(37), 104(8), 103(13),102(2), 93(8), 92(43), 91(66), 90(4), 89(7), 87(27), 79(3), 78(18), 77(18), 76(2), 66(2), 65(23), 64(2), 63(9), 62(2), 59(33), 57(3), 53(2), 52(4), 51(10), 50(4), 43(5), 42(7), 41(23), 40(2), 39(15)	ров №1/№2 ≈ 1.2)
4-Me	№ 1 1351 ± 1	178(14) M , 177(53), 164(3), 163(33), 133(11), 121(2), 120(9), 119(100) [CH ₃ C ₆ H ₄ CO], 118(2), 106(2), 105(24), 104(13), 103(12), 102(2), 93(6), 92(36), 91(49) [C ₇ H ₇], 90(3), 89(6), 87(11), 79(3), 78(16), 77(14), 76(2), 66(2), 65(19), 64(2), 63(7), 62(2), 59(16), 57(2), 53(2), 52(3), 51(9), 50(3), 43(3), 42(6), 41(15), 39(12)	4-Метил-2-(4'- толил)-1,3- диоксолан (соотношение диастереоме- тор №1/№2 ~
	№ 2 1352 ± 1	179(2), 178(14) M , 177(56), 164(4), 163(31), 134(2), 133(10), 121(2), 119(100), 106(3), 105(26), 104(12), 103(12), 102(2), 93(7), 92(38), 91(51), 90(3), 89(6), 87(13), 79(3), 78(16), 77(15), 76(2), 66(2), 65(18), 64(2), 63(7), 62(2), 59(19), 57(2), 53(2), 52(3), 51(9), 50(3), 43(3), 42(5), 41(16), 39(11)	≈ 1.6) ≈ 1.6

Таблица 1.	Продолжение
------------	-------------

X B XC ₆ H ₄ CHO	RI	Масс-спектр: $m/z \ge 39$ ($I_{\text{отн}} \ge 2\%$)	Идентификация	
4-Et	№ 1 1446 ± 1	192(13) M , 191(56), 164(5), 163 (43), 135(2), 134(11), 133(100) $[C_2H_5C_6H_4CO]$, 120(3), 119(30), 118(5), 117(23), 116(2), 115(9), 107(3), 106(21), 105(31), 104(4), 103(11), 102(3), 92(5), 91(66) $[C_7H_7]$, 90(4), 89(6), 87(14), 79(21), 78(7), 77(26), 76(2), 65(8), 63(6), 59(19), 57(3), 53(3), 52(2), 51(10), 50(3), 43(4), 42(6), 41(16), 39(9)	4-Метил-2-(4'- этилфенил)- 1,3-диоксолан (соотношение диастереоме- ров №1/№2 ≈	
	№ 2 1449 ± 1	193(2), 192(16) M , 191(66), 164(6), 163(50), 147(2), 135(2), 134(12), 133(100), 120(4), 119(35), 118(5), 117(22), 116(2), 115(9), 107(3), 106(21), 105(31), 104 (4), 103(10), 102(3), 92(6), 91(65), 90(4), 89(7), 87(19), 79(21), 78(7), 77(26), 76(2), 65(8), 63(6), 59(23), 57(3), 53(2), 52(2), 51(10), 50(3), 43(4), 42(6), 41(17), 39(9)	≈ 1.4)	
4- <i>u30</i> -Pr	№ 1 1508 ± 1	206(13) M , 205(71), 164(5),163(57), 149(2), 148(9), 147(77) [$C_3H_7C_6H_4CO$], 145(2), 134(2), 133(23), 132(3), 131(5), 120(9), 119(22), 118(3), 117(17), 116(3), 115(15), 106(8), 105(100) [$C_3H_7C_6H_4CO - C_3H_6$], 104(6), 103(11), 102(2), 92(3), 91(31), 90(2), 89(4), 87(16), 79(13), 78(7), 77(21), 76(2), 66(2), 65(5), 63(4), 59(20), 57(3), 53(3), 52(2), 51(8), 50(2), 43(11), 42(6), 41(24), 39(9)	4-Метил-2-(4'- изопропилфе- нил)-1,3-диок- солан (соотношение диастереоме-	
	№ 2 1512 ± 1	207(2), 206(16) M , 205(71), 164(6), 163(52), 149(2), 148(9), 147(75), 145(2), 134(2), 133(21), 132(3), 141(4), 120(9),119(23), 118(3), 117(16), 116(4), 115(16), 106(8), 105(100), 104(6), 103(11), 102(3), 92(3), 91(31), 89(4), 87(20), 79(13), 78(7), 77(20), 76(2), 66(2), 65(5), 63(4), 59(24), 57(3), 52(2), 51(9), 50(2), 43(11), 42(6), 41(24), 39(9)	ров №1/№2 ≈ ≈ 1.3)	
4- <i>mpem</i> -Bu	№ 1 1577 ± 1	221(2), 220(22) M , 219(74), 205(5), 164(4), 163(36), 162(7), 161(53) [$C_4H_9C_6H_4CO$], 148(2), 147(11), 146(4), 145(5), 134(3), 133(11), 132(2), 131(9), 129(3), 128(3), 120(10), 119(100) [$C_4H_9C_6H_4CO - C_3H_6$], 118(6), 117(7), 116(5), 115(13), 106(2), 105(20), 104(2), 103(5), 102(2), 92(4), 91(51), 90(2), 89(5), 87(25), 79(7), 78(3), 77(12), 76(2), 73(3), 65(6), 63(3), 59(24), 58(2), 57(17), 55(3), 53(3), 51(6), 50(2), 43(3), 42(5), 41(30), 39(9)	4-Метил-2-(4'- <i>трет</i> -бутил- фенил)-1,3- диоксолан (соотношение диастереоме- ров №1/№2 ≈	
	№ 2 1581 ± 1	221(3), 220(22) M , 219(83), 205(4), 164(4), 163(37), 162(7), 161(53), 148(2), 147(11), 146(4), 145(4), 134(3), 133(9), 132(2), 131(8), 129(2), 128(3), 120(11), 119(100), 118(6), 117(6), 116(5), 115(13), 106(2), 105(19), 104(2), 103(5), 102(2), 92(4), 91(48), 90(2), 89(5), 87(27), 79(6), 78(3), 77(11), 76(2), 73(4), 65(5), 63(3), 59(24), 58(2), 57(16), 55(3), 53(2), 51(5), 43(3), 42(4), 41(28), 39(7)	≈ 1.3)	
3-MeO	№ 1 1479 ± 1	195(4), 194(31) M , 193(62), 164(3), 163(23), 152(2), 150(3), 149(12), 137(2), 136(14), 135(98) [CH ₃ OC ₆ H ₄ CO], 133(4), 122(4), 121(28), 120(3), 119(10), 109(14), 108(100) [CH ₃ OC ₆ H ₅], 107(26) [CH ₃ OC ₆ H ₄], 106(2), 105(12), 94(5), 93(6), 92(17), 91(22), 90(4), 89(7), 88(2), 87(35), 79(9), 78(22), 77(43), 76(5), 75(2), 74(2), 66(4), 65(17), 64(11), 63(12), 62(3), 60(2), 59(44), 57(4), 53(3), 52(3), 51(24), 50(8), 43(6), 42(6), 41(27), 40(2), 39(16)	4-Метил-2-(3'- метоксифе- нил)-1,3-диок- солан (соотношение диастереоме- ров №1/№2 ≈	
	№ 2 1483 ± 1	195(4), 194(37) M , 193(62), 164(3), 163(23), 152(3), 150(4), 149(10), 137(6), 136(17), 135(93), 133(3), 122(4), 121(29), 120(3), 119(11), 109(18), 108(100), 107(26), 106(2), 105(11), 94(6), 93(6), 92(16), 91(21), 90(4), 89(7), 88(2), 87(42), 79(9), 78(23), 77(41), 76(5), 75(2), 74(2), 66(4), 65(16), 64(11), 63(13), 62(3), 60(2), 59(50), 58(2), 57(4), 53(3), 52(3), 51(24), 50(7), 43(6), 42(6), 41(28), 40(2), 39(14)	≈ 1.2)	

Таблица 1.	Продолжение
------------	-------------

X B XC ₆ H ₄ CHO	RI	Масс-спектр: $m/z \ge 39$ ($I_{\text{отн}} \ge 2\%$)	Идентификация
4-MeO	№ 1 1499 ± 1	195(2), 194(20) M , 193(60), 164(3), 163(13), 149(6), 137(3), 136(12), 135(100) [M-C ₃ H ₇ O], 133(2), 122(4), 121(27), 120(16), 119(9), 109(8), 108(63) [CH ₃ OC ₆ H ₅], 107(10), 105(8), 94(3), 93(4), 92(13), 91(20), 90(4), 89(5), 87(6), 79(6), 78(14), 77(33), 76(3), 75(2), 66(3), 65(9), 64(7), 63(8), 62(2), 59(10), 57(2), 53(2), 52(2), 51(17), 50(5), 43(4), 42(4), 41(13), 39(10)	4-Метил-2-(4'- метоксифе- нил)-1,3-диок- солан (соотношение лиастереоме-
	№ 2 1501 ± 1	195(3), 194(19) M , 193(60), 164(2), 163(12), 150(2), 149(7), 137(3), 136(13), 135(100), 133(2), 122(4), 121(30), 120(14), 119(9), 109(9), 108(62), 107(10), 105(8), 94(4), 93(3), 92(13), 91(19), 90(4), 89(5), 87(7), 79(5), 78(15), 77(32), 76(3), 66(2), 65(10), 64(7), 63(7), 62(2), 59(11), 57(2), 53(2), 52(2), 51(16), 50(6), 43(4), 42(4), 41(12), 39(10)	ров №1/№2 ≈ ≈ 1.3)
4-EtO	№ 1 1572 ± 1	209(5), 208(37) M , 207(100), 193(3), 179(3), 178(2), 177(3), 164(3), 163(22), 151(3), 150(12), 149(89) [$C_2H_5OC_6H_4CO$], 136(3), 135(20), 134(21), 133(8), 123(9), 122(72) [M- $C_3H_7O - C_2H_3$], 121(75) [$C_2H_5OC_6H_4CO - C_2H_4$], 120(4), 119(8), 108(6), 107(33), 106(9), 105(21), 104(2), 95(12), 94(82), 93(19), 92(6), 91(8), 90(2), 89(2), 87(13), 79(8), 78(20), 77(35), 76(4), 75(2), 74(2), 67(2), 66(7), 65(30), 64(5), 63(8), 62(2), 59(19), 57(4), 55(3), 53(3), 52(6), 51(24), 50(6), 43(8), 42(6), 41(24), 40(3), 39(20)	4-Метил-2-(4'- этоксифенил)- 1,3-диоксолан (соотношение диастереоме- ров №1/№2 ≈ ≈ 1.2)
	№ 2 1574 ± 1	209(4), 208(35) M , 207(100), 193(3),179(2), 178(2), 177(2), 164(4), 163(20), 151(3), 150(12), 149(87), 136(4), 135(21), 134(17), 133(7), 123(9), 122(69), 121(71), 120(3), 119(10), 108(50, 107(33), 106(8), 105(19), 104(2), 95(12), 94(80), 93(18), 92(5), 91(8), 90(2), 89(2), 87(15), 79(6), 78(18), 77(34), 76(4), 67(2), 66(6), 65(27), 64(4), 63(7), 62(2), 59(21), 57(4), 55(3), 53(3), 52(5), 51(21), 50(6), 43(7), 42(5), 41(23), 40(3), 39(19)	
2-MeO	№ 1 1465 ± 1	195(3), 194(22) M , 193(59), 179(5), 164(3), 163(20), 162(5), 153(5), 152(8), 149(5), 137(3), 136(11), 135(100) [M-C ₃ H ₇ O], 134(2), 133(10), 122(4), 121(24), 120(6), 119(26), 118(2), 109(6), 108(68) [CH ₃ OC ₆ H ₅], 107(10), 106(2), 105(15), 104(11), 93(4), 93(8), 92(22), 91(48), 90(9), 89(12), 87(23), 79(11), 78(20), 77(42), 76(10), 75(2), 74(2), 66(2), 65(15), 64(7), 63(9), 62(2), 59(30), 57(3), 53(4), 52(3), 51(26), 50(8), 45(2), 43(6), 42(6), 41(19), 40(2), 39(15)	4-Метил-2-(2'- метоксифе- нил)-1,3-диок- солан (соотношение диастереоме- ров №1/№2 ≈
	№ 2 1466 ± 1	195(2), 194(23) M , 193(59), 179(5), 164(2), 163(19), 162(5), 153(5), 152(9), 149(6), 137(3), 136(10), 135(100), 134(3), 133(7), 123(9), 122(5), 121(28), 120(7), 119(28), 118(2), 109(7), 108(73), 107(11), 106(2), 105(16), 104(11), 94(4), 93(8), 92(23), 90(10), 89(14), 87(30), 79(12), 78(20), 77(46), 76(10), 75(2), 74(2), 66(3), 65(17), 64(8), 63(10), 62(2), 59(41), 58(2), 57(3), 55(2), 53(4), 52(4), 51(29), 50(9), 45(2), 43(7), 42(7), 41(24), 40(2), 39(18)	≈ 1.1)
2-EtO	1511 ± 1	209(3), 208(21) M , 207(42), 180(4), 179(35), 166(2), 164(2), 163(12), 162(3), 151(5), 150(4), 149(32) [C ₂ H ₅ OC ₆ H ₄ CO], 136(2), 135(24), 134(2), 133(17), 131(5), 123(6), 122(47) [C ₂ H ₅ OC ₆ H ₅], 121(100) [C ₂ H ₅ OC ₆ H ₄ CO - C ₂ H ₄], 120(16), 119(10), 117(2), 115(3), 108(2), 107(15), 106(2), 105(17), 104(10), 103(2), 95(7), 94(47), 93(13), 92(10), 91(15), 90(5), 89(7), 87(24), 79(5), 78(9), 77(28), 76(7), 66(5), 65(21), 64(5), 63(6), 59(29), 57(3), 55(3), 53(3), 52(3), 51(21), 50(5), 43(7), 42(5), 41(19), 40(2), 39(16)	4-Метил-2-(2'- этоксифенил)- 1,3-диоксолан (нет разделе- ния диастерео- меров)

1138

Таблица 1. Продолжение

X B XC ₆ H ₄ CHO	RI	Масс-спектр: $m/z \ge 39$ ($I_{\text{отн}} \ge 2\%$)	Идентификация
2-PrO	№ 1 1594 ± 1	223(2), 222(18) M , 221(33), 180(5), 179(36), 164(3), 163(19) [C ₃ H ₇ OC ₆ H ₄ CO], 162(4), 149(6), 147(4), 138(5), 137(2), 136(18), 135(21), 133(9), 132(2), 131(2), 123(6), 122(42) [C ₃ H ₇ OC ₆ H ₄ CO - C ₃ H ₅], 121(100) [C ₃ H ₇ OC ₆ H ₄ CO - C ₃ H ₆], 120(19), 119(11), 108(3), 107(22), 106(2), 105(11), 104(11), 95(7), 94(53), 93(9), 92(8), 91(11), 90(2), 89(4), 87(17), 79(4), 78(9), 77(25), 76(5), 66(4), 65(17), 64(3), 63(4), 59(21), 57(3), 55(2), 53(2), 52(3), 51(15), 50(4), 43(18), 42(5), 41(31), 40(2), 39(15)	4-Метил-2-(2'- пропоксифе- нил)-1,3-диок- солан (соотношение диастереоме- ров №1/№2 ≈
	№ 2 1596 ± 1	223(2), 222(17) M ,221(35), 180(5), 179(35), 164(2), 163(16), 162(3), 149(4), 147(4), 138(5), 137(2), 136(18), 135(24), 133(7), 132(2), 131(2), 123(7), 122(40), 121(100), 120(16), 119(11), 108(3), 107(22), 106(2), 105(10), 104(11), 95(7), 94(54), 93(10), 92(8), 91(11), 90(3), 89(4), 87(23), 79(5), 78(9), 77(26), 76(5), 66(4), 65(17), 64(3), 63(4), 59(27), 57(3), 55(2), 53(2), 52(3), 51(16), 50(4), 45(2), 43(19), 42(5), 41(35),40(2), 39(15)	1.5)
		Продукты взаимодействия с 1,3-пропандиолом (1,3-диоксаны)	
Н	1332 ± 1	165(3), 164(28) M , 163(80), 107(5), 106(27), 105(100) [C ₆ H ₅ CO], 91(5), 90(2), 89(4), 87(31), 86(2), 79(12), 78(14), 77(45), 76(3), 63(3), 59(7), 57(3), 52(5), 51(20), 50(6), 42(8), 41(9), 39(6)	2-Фенил-1,3- диоксан
3-Me	1438 ± 1	178(25) M , 177(61), 163(39), 121(5), 122(32), 119(100) [CH ₃ C ₆ H ₄ CO], 118(2), 103(13), 92(15), 91(55), 90(4), 89(6), 88(2), 87(37), 86(2), 78(3), 77(10), 65(22), 64(2), 63(6), 62(2), 59(12), 57(3), 51(6), 50(2), 42(9), 41(13), 40(2), 39(11)	2-(3'-Толил)- 1,3-диоксан
4-Me	1445 ± 1	179(2), 178(24) M , 177(61), 164(3), 163(33), 133(2), 121(6), 120(30), 119(100) [CH ₃ C ₆ H ₄ CO], 118(2), 105(12), 103(2), 93(7), 92(13), 91(45), 90(4), 89(5), 87(20), 78(3), 77(8), 65(19), 64(2), 63(5), 59(7), 57(2), 51(5), 50(2), 42(8), 41(10), 40(2), 39(10)	2-(4'-Толил)- 1,3-диоксан
4-Et	1546 ± 1	193(3), 192(25) M , 191(73), 164(5), 163(46) $[M - C_2H_5]$, 135(9), 134(36), 133(100) $[C_2H_5C_6H_4CO]$, 119(9), 118(2), 117(2), 115(2), 107(3), 106(10), 105(43) $[C_6H_5CO]$, 104(4), 103(10), 92(3), 91(36), 90(4), 89(4), 87(29), 86(2), 80(2), 79(26), 78(5), 77(22), 76(2), 65(7), 63(4), 59(10), 57(3), 53(2), 52(2), 51(8), 50(2), 42(10), 41(11), 39(6)	2-(4'-Этилфе- нил)-1,3-диок- сан
4- <i>u30</i> -Pr	1611 ± 1	207(4), 206(31) M , 205(100), 191(2), 164(7), 163(67), 149(9), 148(24), 147(70) [C ₃ H ₇ C ₆ H ₄ CO], 135(2), 134(6), 133(53), 132(3), 131(4), 123(2), 122(3), 120(5), 119(25), 118(2), 117(6), 115(6), 107(3), 106(6), 105(73) [C ₆ H ₅ CO], 104(8), 103(14), 102(2), 95(2), 92(2), 91(27), 89(2), 88(2), 87(42), 86(2), 79(20), 78(7), 77(25), 76(2), 65(5), 63(3), 59(14), 58(2), 57(4), 53(2), 51(9), 50(2), 43(12), 42(13), 41(24), 39(8)	2-(4'-Изопро- пилфенил)- 1,3-диоксан
4- <i>mpem</i> -Bu	1688 ± 1	221(4), 220(38) M , 219(100), 206(2), 205(12), 164(5), 163(47) [M-C ₄ H ₇], 162(9), 161(37) [C ₄ H ₉ C ₆ H ₄ CO], 149(3), 147(61), 146(4), 145(4), 133(6), 131(6), 123(2), 122(3), 120(3), 119(35), 118(7), 117(6), 116(2), 115(8), 106(2), 105(21), 104(2), 103(5), 104(3), 92(3), 91(42), 90(2), 89(2), 88(2), 87(46), 86(2), 79(7), 78(3), 77(11), 76(2), 72(2), 65(5), 63(2), 59(19), 58(3), 57(17), 55(3), 53(2), 51(5), 42(10), 41(30), 39(7)	2-(4'- <i>трет</i> - Бутилфенил)- 1,3-диоксан
3-MeO	1582 ± 1	194(53) M , 193(90), 164(3), 163(22), 152(10), 138(2), 137(10), 135(57), 135(100) [CH ₃ OC ₆ H ₄ CO], 122(4), 121(7), 109(15), 108(28), 107(27), 106(2), 105(12), 94(7), 93(4), 92(12), 91(3), 88(2), 87(54), 86(2), 79(5), 78(11), 77(30), 76(4), 66(4), 65(15), 64(10), 63(9), 59(18), 57(3), 52(2), 51(9), 50(4), 42(14), 41(16), 40(2), 39(13)	2-(3'-Меток- сифенил)-1,3- диоксан

Таблица 1.	Продолжение
------------	-------------

X B XC ₆ H ₄ CHO	RI	Масс-спектр: $m/z \ge 39$ ($I_{\text{отн}} \ge 2\%$)	Идентификация
4-MeO	1595 ± 1	195(2), 194(24) M , 193(55), 163(8), 152(4), 137(9), 136(41), 135(100) [CH ₃ OC ₆ H ₄ CO], 122(2), 121(8), 109(6), 108(13), 107(8), 105(5), 94(4), 93(2), 92(9), 91(2), 87(10), 78(5), 77(20), 76(2), 66(2), 65(7), 64(5), 63(4), 59(4), 57(2), 51(6), 50(3), 42(7), 41(7), 39(7)	2-(4'-Меток- сифенил)-1,3- диоксан
4-EtO	1672 ± 1	209(3), 208(35) M , 207(77), 179(3), 166(2), 164(2), 163(12), 151(9), 150(51), 149(47) [C ₂ H ₅ OC ₆ H ₄ CO], 138(4), 135(3), 123(8), 122(47), 121(100) [C ₂ H ₅ OC ₆ H ₄ CO - C ₂ H ₄], 120(3), 107(4), 105(7), 104(2), 95(9), 94(24), 93(20),	2-(4'-Этокси- фенил)-1,3- диоксан
		92(4), 91(2), 87(17), 79(2), 78(3), 77(18), 76(3), 67(2), 66(6), 65(29), 64(4), 63(4), 59(8), 57(3), 55(2), 53(2), 52(2), 51(11), 50(4), 43(2), 42(14), 41(14), 40(3), 39(17)	
2-MeO	1534 ± 1	195(4), 194(38) M , 193(66), 179(3), 177(3), 164(3), 163(17), 162(3), 153(4), 152(12), 137(11), 136(47), 135(100) [CH ₃ OC ₆ H ₄ CO], 134(2), 133(6), 123(7), 12 2(4), 121(22), 120(6), 119(29), 118(29), 109(4), 108(19), 107(22), 106(2), 105(18), 104(15), 94(14), 93(7), 92(17), 91(17), 90(13), 89(3), 88(2), 87(43), 80(9), 79(16), 78(16), 77(47), 76(16), 75(2), 74(2), 66(3), 65(18), 64(8), 63(9), 62(2), 59(14), 57(3), 53(4), 52(3), 51(19), 50(8), 42(11), 41(14), 40(2), 39(19)	2-(2'-Меток- сифенил)-1,3- диоксан
2-EtO	1579 ± 1	209(3), 208(24) M , 207(31), 180(3), 179(24), 166(2), 163(9), 162(2), 151(6), 150(17), 149(23) [C ₂ H ₅ OC ₆ H ₄ CO], 147(2), 138(2), 136(2), 135(10), 134(2), 133(13), 132(9), 131(7), 123(7), 122(22), 121(100) [C ₂ H ₅ OC ₆ H ₄ CO - C ₂ H ₄], 120(8), 108(2), 107(11), 106(3), 105(14), 104(13), 95(7), 94(20), 93(13), 92(6), 91(4), 87(33), 79(3), 78(5), 77(17), 76(7), 66(4), 65(22), 63(4), 64(3), 59(11), 57(4), 55(3), 53(2), 51(9), 50(3), 43(3), 42(6), 41(10), 40(2), 39(14)	2-(2'-Этокси- фенил)-1,3- диоксан
2-PrO	1677 ± 1	222(33) M , 221(44), 205(2), 180(6), 179(43), 165(3), 164(18), 163(34) [C ₃ H ₇ OC ₆ H ₄ CO], 162(3), 149(3), 147(11), 146(3), 145(3), 138(9), 136(4), 135(12), 133(5), 131(14), 124(2), 123(13), 122(62), 121(100) [C ₃ H ₇ OC ₆ H ₄ CO – C ₃ H ₆], 120(14), 119(7), 108(3), 107(17), 106(9), 105(11), 104(11), 95(7), 94(23), 93(13), 92(7), 91(6), 87(37), 79(2), 78(5), 77(18), 76(6), 66(4), 65(23), 64(3), 63(3), 59(12), 57(6), 55(2), 53(2), 51(8), 50(2), 43(21), 42(9), 42(32), 40(3), 39(18)	2-(2'-Пропок- сифенил)-1,3- диоксан
2-ОН	1525 ± 1	181(3),180(30) M , 179(12), 163(3), 124(4), 123(14), 122(75), 121(100) [HOC ₆ H ₄ CO], 120(3), 107(5), 106(9), 105(2), 104(11), 95(3), 94(5), 93(8), 92(3),87(4), 78(3), 77(10),76(7), 66(5), 65(17), 64(2), 63(4), 59(2), 57(2), 53(3), 51(5), 50(4), 42(2), 41(7), 40(3), 39(15)	2-(2'-Гидрок- сифенил)-1,3- диоксан
Н	1355 ± 1	Продукты взаимодействия с 1,3-бутандиолом (1,3-диоксаны) 179(3), 178(26) M , 177(60), 134(2), 123(18), 108(2), 107(21), 106(28), 105(100) $[C_6H_5CO]$, 104(2), 101(14), 100(2), 91(8), 90(2), 89(5),79(26), 78(18), 77(52), 76(3), 71(2), 63(3), 57(5), 56(22), 55(64), 53(2), 52(6), 51(22), 50(6), 43(15), 42(6), 41(20), 40(2), 39(10)	4-Метил-2- фенил-1,3- диоксан
3-Me	1458 ± 1	193(3), 192(25) M , 191(48), 178(4), 177(25), 149(2), 137(15), 123(3), 121(11), 120(40), 119(100) [CH ₃ C ₆ H ₄ CO], 118(2), 105(11), 103(2), 101(16), 94(2), 93(23), 92(26), 91(66) [C ₇ H ₇], 90(5), 89(7), 78(4), 77(12), 71(2), 66(2), 65(25), 64(2), 63(7), 62(2), 57(4), 56(24), 55(77), 53(2), 52(2), 51(6), 50(2), 45(2), 43(15), 42(4), 41(24), 40(3), 39(15).	4-Метил-2-(3'- толил)-1,3- диоксан
4-Me	1469 ± 1	193(2), 192(22) M , 191(45), 178(3), 177(22), 137(15), 133(2), 122(3), 121(13), 120(35), 119(100) [CH ₃ C ₆ H ₄ CO], 105(9), 103(2), 101(8), 93(17), 92(22), 91(56) [C ₇ H ₇], 90(4), 89(6), 78(4), 77(11), 71(2), 65(21), 64(2), 63(5), 57(4), 56(20), 55(57), 53(2), 51(6), 50(2), 43(12), 42(4), 41(22), 40(2), 39(13)	4-Метил-2-(4'- толил)-1,3- диоксан

ЗЕНКЕВИЧ, ЕЛИСЕЕНКОВ

1140

X B XC ₆ H ₄ CHO	RI	Масс-спектр: $m/z \ge 39$ ($I_{\text{отн}} \ge 2\%$)	Идентификация
4-Et	1565 ± 1	207(4), 206(28) M , 205(60), 191(2), 178(4), 177(32), 163(2), 152(20), 149(2), 136(2), 135(15), 134(44), 133(100) [C ₂ H ₅ C ₆ H ₄ CO], 132(2), 123(6), 120(2), 119(12), 117(2), 115(2), 107(4), 106(18), 105(39), 104(4), 103(12), 102(3), 101(13), 92(4), 91(43), 90(4), 89(5), 80(3), 79(44), 78(6), 77(26), 76(2), 71(2), 65(8), 63(4), 57(4), 56(25), 55(73), 53(2), 52 (2), 51(8), 50(2), 45(2), 43(14), 42(4), 41(22), 40(2), 39(8)	4-Метил-2-(4'- этилфенил)- 1,3-диоксан
4- <i>u30</i> -Pr	1628 ± 1	$\begin{array}{l} 12(1), 11(22), 10(2), 15(0)\\ 221(4), 220(34) \mathbf{M}, 219(85), 205(4), 178(5), 177(45), 166(2), 165(19), 150(2), \\ 149(14), 148(28), 147(63) [C_{3}H_{7}C_{6}H_{4}CO], 135(2), 134(8), 133(62), 132(3), \\ 131(5), 124(2), 123(20), 120(10), 119(28), 118(2), 117(4), 116(2), 115(7), 107(5), \\ 106(7), 105(80) [C_{6}H_{5}CO], 104(8), 103(16), 102(4), 101(18), 100(2), 92(3), \\ 91(29), 89(2), 80(2), 79(27), 78(8), 77(28), 76(2), 71(3), 65(4), 64(3), 57(5), \\ 56(37), 55(100), 53(3), 52(2), 51(8), 50(2), 45(2), 44(2), 43(35), 42(5), 41(37), \\ 40(2), 39(11) \end{array}$	4-Метил-2-(4'- изопропилфе- нил)-1,3-диок- сан
4- <i>mpem</i> -Bu	1704 ± 1	236(6), 234(44) M , 233(100), 220(2), 219(12), 180(2), 179(17), 178(4), 177(29), 163(10), 162(13), 161(44) [C ₄ H ₉ C ₆ H ₄ CO], 149(2), 148(12), 147(79), 146(5), 145(4), 135(2), 134(2), 133(8), 131(4), 123(13), 120(6), 119(55) [C ₄ H ₉ C ₆ H ₄ CO – C ₃ H ₆], 118(8), 117(7), 116(3), 115(10), 107(2), 106(2), 105(15), 104(2), 103(6), 102(3), 101(21), 100(2), 92(5), 91(54), 90(3), 89(2), 79(9), 78(3), 77(12), 76(2), 71(3), 65(4), 63(2), 58(2), 57(33), 56(34), 55(98), 53(2), 51(5), 43(14), 42(4), 41(42), 40(2), 39(10)	4-Метил-2-(4'- <i>трет</i> -бутил- фенил)-1,3- диоксан
3-MeO	1598 ± 1	$209(5), 208(39) \mathbf{M}, 207(50), 193(2), 177(11), 165(6), 153(12), 152(15), 137(12), 136(70), 135(97) [CH_3OC_6H_4CO], 123(4), 122(2), 121(8), 110(2), 109(26), 108(47), 107(25), 106(2), 105(6), 101(22), 94(9), 93(3), 92(16), 91(3), 78(11), 77(35), 76(4), 71(2), 66(3), 65(17), 64(10), 63(8), 62(2), 57(5), 56(38), 55(100), 53(3), 52(2), 51(11), 50(4), 43(20), 42(5), 41(24), 40(3), 39(18)$	4-Метил-2-(3'- метоксифе- нил)-1,3-диок- сан
4-MeO	1617 ± 1	209(3), 208(20) M , 207(45), 193(3), 177(5), 165(2), 153(12), 152(9), 137(14), 136(53), 135(100) [CH ₃ OC ₆ H ₄ CO], 121(5), 109(11), 108(25), 107(8), 105(3), 101(3), 94(6), 93(2), 92(11), 91(2), 79(3), 78(6), 77(25), 76(2), 71(2), 66(3), 65(8), 64(6), 63(5), 57(3), 56(19), 55(40), 53(2), 51(7), 50(3), 43(10), 42(3), 41(15), 40(2), 39(10)	4-Метил-2-(4'- метоксифе- нил)-1,3-диок- сан
4-EtO	1693±1	223(4), 222(39) M , 221(66), 207(6), 179(3), 177(8), 167(18), 166(15), 152(2), 151(16), 150(64), 149(58) [$C_2H_5OC_6H_4CO$], 147(2), 138(4), 135(4), 123(16), 122(65), 121(100) [$C_2H_5OC_6H_4CO - C_2H_4$], 120(2), 107(4), 105(6), 104(2), 101(6), 95(22), 94(30), 93(20), 92(4), 91(3), 79(2), 78(4), 77(22), 76(3), 71(3), 67(2), 66(6), 65(32), 64(3), 63(5), 57(5), 56(34), 55(77), 53(3), 52(2), 51(10), 50(3), 45(2), 43(19), 42(6), 41(28), 40(4), 39(20)	4-Метил-2-(4'- этоксифенил)- 1,3-диоксан
2-MeO	1546 ± 1	209(3), 208(27) M , 207(36), 193(4), 177(9), 153(16), 152(13), 137(14), 136(41), 135(100) [CH ₃ OC ₆ H ₄ CO], 133(2), 123(7), 122(3), 121(22), 120(5), 119(25), 118(26), 109(6), 108(28), 107(23), 105(12), 104(10), 101(14), 94(12), 93(5), 92(13), 91(15), 90(11), 89(2), 79(12), 78(12), 77(34), 76(12), 71(3), 66(2), 65(13), 64(6), 63(6), 57(3), 56(20), 55(56), 54(2), 53(3), 52(2), 51(12), 50(5), 43(15), 42(4), 41(18), 40(2), 39(18)	4-Метил-2-(2'- метоксифе- нил)-1,3-диок- сан
2-EtO	1591 ± 1	223(3), 222(21) M , 221(23), 207(2), 193(10), 177(5), 167(9), 166(7), 151(9), 150(23), 149(49) $[C_2H_5OC_6H_4CO]$, 139(3), 135(13), 133(13), 132(11), 131(8), 123(13), 122(29), 121(100) $[C_2H_5OC_6H_4CO - C_2H_4]$, 120(10), 108(2), 107(11), 106(2),105(14), 104(12), 101(13), 95(12), 94(22), 93(13), 92(6), 91(3), 78(3), 77(17), 76(7), 71(2), 66(5), 65(23), 64(4), 63(3), 57(3), 56(17), 55(60), 54(2), 53(3), 51(9), 50(3), 45(2), 43(17), 42(3), 41(15), 40(3), 39(17)	4-Метил-2-(2'- этоксифенил)- 1,3-диоксан

Таблица 1. Продолжение

X B XC ₆ H ₄ CHO	RI	Масс-спектр: $m/z \ge 39$ ($I_{\text{отн}} \ge 2\%$)	Идентификация
2-PrO	1636 ± 1	237(4), 236(24) M , 235(24), 194(2), 193(15), 181(7), 180(4), 177(5), 165(4), 164(21), 163(38) $[C_3H_7OC_6H_4CO]$, 149(3), 147(8), 146(3), 145(3), 139(9),138(11), 136(8), 135(14), 133(3), 132(2), 131(15), 124(2), 123(22), 122(73), 121(100) $[C_3H_7OC_6H_4CO - C_3H_6]$, 120(16), 119(7), 115(2), 107(13), 105(8), 104(10), 101(15), 95(10), 94(29), 93(11), 92(6), 91(6), 79(2), 78(2), 77(16), 76(6), 71(3), 66(4), 65(21), 64(4), 63(3), 57(5), 56(20), 55(66), 54(2), 53(3), 51(8), 50(2), 45(5), 43(34), 42(5), 41(34), 39(18)	4-Метил-2-(2'- пропоксифе- нил)-1,3-диок- сан
		Продукты взаимодействия с 2,3-бутандиолом (1,3-диоксоланы)	
Н	1274 ± 1	179(2), 178(22) M , 177(95), 134(13), 133(29), 123(6), 119(4), 107(6), 106(11), 105(100) [C ₆ H ₅ CO], 104(2), 101(18), 92(10), 91(23), 90(45), 89(26), 79(16), 78(15), 77(35), 76(2), 74(2), 73(16), 64(4), 63(8), 62(2), 57(3), 56(20), 55(30), 53(2), 52(4), 51(16), 50(2), 45(3), 43(18), 41(10), 40(2), 39(10)	4,5-Диметил- 2'-фенил-1,3- диоксолан
3-Me	1373 ± 1	193(2), 192(18) M , 191(65), 148(7), 147(13), 134(3), 133(29), 121(4), 120(12), 119(100) [CH ₃ C ₆ H ₄ CO], 118(2), 106(3), 105(23), 104(19), 103(18), 102(4), 101(19), 93(14), 92(28), 91(49), 90(3), 89(6), 79(3), 78(22), 77(19), 76(2), 74(2), 73(24), 65(19), 64(2), 63(8), 62(2), 57(2), 56(20), 55(32), 53(3), 52(3), 51(7), 50(3), 45(4), 43(16), 41(11), 40(2), 39(14)	4,5-Диметил- 2'-(3'-толил)- 1,3-диоксолан
4-Me	1384 ± 1	193(2), 192(21) M , 191(76), 178(4), 177(34), 148(3), 147(10),137(6), 134(4), 133(46), 121(5), 120(10), 119(100) [CH ₃ C ₆ H ₄ CO], 118(2), 105(20), 104(36), 103(19), 102(3), 101(13), 93(13), 92(28), 91(47), 90(3), 89(5), 79(2), 78(23), 77(17), 76(2), 74(2), 73(19), 65(18), 64(2), 63(7), 57(2), 56(24), 53(2), 52(2), 51(7), 50(2), 45(3), 43(14), 41(10), 39(13)	4,5-Диметил- 2'-(4'-толил)- 1,3-диоксолан
4-Et	1478 ± 1	207(2), 206(15) M , 205(61), 178(4), 177(30), 161(2), 151(4), 147(2), 135(3), 134(11), 133(100) [$C_2H_5C_6H_4CO$], 119(6), 118(7), 117(30), 116(2), 115(10),92(3), 91(37), 90(3), 89(4), 79(19), 78(5), 77(17), 73(12), 65(5), 63(4), 57(2), 56(15), 55(19), 53(2), 51(6), 50(2), 45(2), 43(9), 41(6), 39(6)	4,5-Диметил- 2'-(4'-этилфе- нил)-1,3-диок- солан
4- <i>u30</i> -Pr	1539 ± 1	221(3), 220(24) M , 219(100), 178(6), 177(49), 176(2), 165(5), 149(4), 147(90) [C ₃ H ₇ C ₆ H ₄ CO], 134(7), 133(56), 132(6), 131(7), 123(6), 120(6), 119(7), 118(4), 117(31), 116(5), 115(20), 107(3), 106(8), 105(90) [C ₆ H ₅ CO], 104(6), 103(11), 102(4), 101(17), 92(3), 91(32), 90(2), 89(5), 79(14), 78(6), 77(18), 76(2), 73(18), 65(5), 63(4), 57(2), 56(21), 55(27), 53(3), 52(2), 51(6), 50(2), 45(3), 43(23), 41(16), 39(9)	4,5-Диметил- 2'-(4'-изопро- пилфенил)- 1,3-диоксолан
4- <i>mpem</i> -Bu	1606 ± 1	235(3), 234(20) M ,233(100), 219(3), 179(5), 178(3), 177(34), 163(3), 162(8), 161(72) [$C_4H_9C_6H_4CO$], 148(2), 147(14), 146(6), 145(4), 134(5), 133(50), 132(3), 131(19), 129(5), 128(4), 123(3), 120(9), 119(83) [$C_4H_9C_6H_4CO - C_3H_6$], 118(8), 117(7), 116(7), 115(18), 106(2), 105(26), 104(2), 103(6), 102(3), 101(26), 92(4), 91(63), 90(3), 89(7), 88(2), 80(3),79(7), 78(3), 77(12), 74(2), 73(24), 65(5), 63(4), 58(2), 57(23), 56(21), 55(35), 53(4), 51(5), 45(4), 43(13), 41(30), 39(10)	4,5-Диметил- 2'-(4' <i>-трет-</i> бутилфенил)- 1,3-диоксолан
3-MeO	1510 ± 1	209(4),208(29) M , 207(66), 178(2), 177(19), 164(7), 163(5), 153(5), 152(2), 150(2), 149(20), 137(3), 136(13), 135(100) [CH ₃ OC ₆ H ₄ CO], 134(2), 133(14), 122(2), 121(16), 120(3), 119(3), 110(2), 109(22), 108(72), 107(20), 106(2), 105(14), 103(2), 102(2), 101(25), 94(8), 93(4), 92(13), 91(23), 90(5), 89(7), 79(5), 78(13), 77(34), 76(4), 73(28), 72(2), 66(3), 65(12), 64(8), 63(9), 62(2), 57(2), 56(18), 55(41), 53(3), 52(2), 51(17), 50(5), 43(8), 39(12)	4,5-Диметил- 2'-(3'-меток- сифенил)-1,3- диоксолан
4-MeO	1532 ± 1	209(2), 208(18) M , 207(70), 177(8), 164(6), 163(5), 153(6), 149(3), 137(7), 136(11), 135(100) [CH ₃ OC ₆ H ₄ CO], 133(6), 121(13), 120(27), 119(4), 109(12), 108(52), 107(7), 105(10), 101(5), 94(5), 92(11), 91(21), 90(4), 89(5), 79(4), 78(8), 77(24), 76(2), 73(7), 66(3), 65(7), 64(5), 63(6), 56(10), 55(18), 53(2), 51(12), 50(3), 45(2), 43(11), 41(6), 39(8)	4,5-Диметил- 2'-(4'-меток- сифенил)-1,3- диоксан

ЗЕНКЕВИЧ, ЕЛИСЕЕНКОВ

Таблица 1. Окончание

X B XC ₆ H ₄ CHO	RI	Масс-спектр: $m/z \ge 39$ ($I_{\text{отн}} \ge 2\%$)	Идентификация
4-EtO	1602 ± 1	223(3),222(33) M , 221(100), 193(2), 178(10), 177(18), 167(9), 151(6), 150(13), 149(90) [$C_2H_5OC_6H_4CO$], 135(12), 134(36), 133(13), 123(11), 122(53) [$C_2H_5OC_6H_4CO - C_2H_3$], 121(63) [$C_2H_5OC_6H_4CO - C_2H_4$], 120(3), 119(3), 115(2), 107(10), 106(8), 105(24), 104(2), 103(2), 101(10), 95(17), 95(69), 93(17), 92(5),91(11), 90(2), 89(2), 79(5), 78(19), 77(32), 76(3), 73(13), 66(6), 65(23), 64(3), 63(6), 57(2), 56(17), 55(32), 53(3), 52(5), 51(19), 50(5), 45(4), 43(19), 41(9), 40(2), 39(16)	4,5-Диметил- 2'-(4'-этокси- фенил)-1,3- диоксолан
2-MeO	1489 ± 1	209(2), 208(17) M , 207(60), 193(2), 177(16), 176(3), 164(4), 163(6), 153(12), 149(4), 137(5), 136(10), 135(100) [CH ₃ OC ₆ H ₄ CO], 134(4), 133(27), 123(5), 122(2), 121(23), 120(7), 119(21), 118(2), 109(6), 108(52), 107(14), 106(2), 105(15), 104(11), 101(18), 94(4), 93(6), 92(22), 91(47), 90(10), 89(13), 79(8), 78(12), 77(32), 76(8), 75(2), 74(2), 73(53), 66(2), 65(12), 64(6), 63(6), 62(2), 57(2), 56(20), 55(36), 53(4), 52(2), 51(21), 50(6), 45(4), 43(17), 41(9), 39(14)	4,5-Диметил- 2'-(2'-меток- сифенил)-1,3- диоксолан
2-EtO	1530 ± 1	223(3), 222(20) M , 221(56), 194(4),193(33), 178(5), 177(16), 176(3), 167(6), 151(3), 150(7), 149(62) [$C_2H_5OC_6H_4CO$], 135(9), 134(5), 133(36), 132(3), 131(6), 123(10), 122(42) [$C_2H_5OC_6H_4CO - C_2H_3$], 121(100) [$C_2H_5OC_6H_4CO - C_2H_4$], 120(14), 119(14), 117(3), 116(2), 115(4), 108(2), 107(11), 106(4), 105(20), 104(13), 103(3), 101(19), 95(10), 94(42), 93(14), 92(9), 91(20), 90(6), 89(9), 79(4), 78(10), 77(30), 76(6), 74(2), 73(23), 66(5), 65(20), 64(4), 63(5), 57(2), 56(19), 55(38), 53(3), 52(3), 51(22), 50(5), 45(5), 43(19), 41(9),40(2), 39(14)	4,5-Диметил- 2'-(2'-этокси- фенил)-1,3- диоксолан
2-PrO	1614 ± 1	$\begin{array}{c} 237(3), 236(20) \ \textbf{M}, 235(55), 194(4), 193(41), 192(2), 181(4), 178(2), 177(13), \\ 176(3), 164(3), 163(22) \ [C_3H_7OC_6H_4CO], 150(2), 149(21), 147(5), 145(2), \\ 139(6), 137(2), 136(18), 135(9), 134(3), 133(24), 132(7), 136(18), 135(9), 134(3), \\ 133(24), 132(7), 131(3), 123(10), 122(28), 121(100) \ [C_3H_7OC_6H_4CO - C_3H_6], \\ 120(17), 119(14), 115(2), 108(2), 107(21), 106(4), 105(17), 104(12), 103(2), \\ 101(18), 95(10), 94(61), 93(11), 92(8), 91(15), 90(3), 89(5), 79(3), 78(12), 77(26), \\ 76(5), 73(21), 66(3), 65(16), 64(3), 63(4), 57(3), 56(17), 55(36), 53(3), 52(3), \\ 51(17), 50(3), 45(6), 43(32), 42(2), 41(25), 40(2), 39(14) \end{array}$	4,5-Диметил- 2'-(2'-пропок- сифенил)-1,3- диоксолан

информации, характеризующихся бо́льшим разбросом, чем данные, определенные в одинаковых условиях.

Среди данных табл. 2 одно значение не согласуется с обсуждаемыми закономерностями. Величина RI 4-этоксифенола не соответствует линейной регрессии (2), а значение ΔRI – среднему значению ΔRI для комбинации фенолов и 1,3-диоксоланов. При этом не наблюдается никаких аномалий для 2-метокси- и 2-пропоксизамещенных. Если исходить из того, что индекс удерживания 2-(4-этоксифенил)-1,3-диоксолана (1544 ± 1) определен правильно (поскольку масс-спектр соответствует структуре этого соединения), то остается предположить, что значение RI 4-этоксифенола в базе [1] ошибочно. Поскольку эта величина заимствована из единственного источника информации, что исключает возможность контроля межлабораторной воспроизводимости, то такая ошибка вполне вероятна. Для оценки RI 4-этоксифенола, исходя из значения RI 2-(4-этоксифенил)-1,3-диоксолана, можно воспользоваться обратными уравнениям (2) и (3) соотношениями:

по уравнению (2): 1544/1.092 – 168 ≈ 1251,

по уравнению (3): 1544 – 270 ≈ 1274.

Среднее значение двух оценок составило 1262, что существенно меньше приведенной в базе [1] величины RI (1350). Таким образом, полезность рассматриваемого подхода проявляется в возможности контроля правильности не только впервые определяемых RI, но и значений, уже включенных в известные базы данных.

Аномалии индексов удерживания *орто*-замещенных соединений. Рассматриваемый подход неприменим к соединениям, в молекулах которых наблюдаются трудно учитываемые стерические взаимодействия между отдельными структурными фрагментами, влияющие на значения газохроматографических индексов удерживания. В нашем случае это *орто*-замещенные бензальдегиды и соответствующие им 2-арил-1,3-диоксоланы. Значения ΔRI для таких пар могут быть как мень-

цеги-	зна-	
ІЗАЛЬ/	, П –	
лх бен	аботе	
ценны	щей р	
замеі	астоя	
зания	IC B H	
нижда	тенны	
ми уде	предел	
дексал	Cbl, OI	
в с ин,	андек	
олано	[] []	
иоксо	нений	
-1,3-д	ypaBł	
-арил	HHBIX	
иния 2	ляцис	
ржива	koppe	
ов удеј	ИШИХ	
дексс	CTBYR	
ни хи:	OTBET	
ическ	pbb cc	
ограф	рамет	
DOMATO	в и па	
ra30XF	ЮГОН	
(видв	вифе	
rrəddc	130JOI	t [1])
2. K(илбен	3 6a3bi
блица	B, MeT	И ВИН
Ta	D L	Чe

	IO RI		RI(Aı	CHO)		RI(ArCH.)	ARI	RI(ArOH)	ARI
	(диоксолан)	(I)	ΔRI(I)	(II) [X]	ΔRI(II)				
 1 1	1204 ± 1	928 ± 1	276	933 ± 8	271	<i>757</i> ± 6	447	957 ± 7	247
3-Me	1314 ± 1	1037 ± 1	277	1056 ± 9	258	860 ± 6	454	1055 ± 7	283
мох 4-Ме	1319 ± 1	1051 ± 1	268	1069 ± 10	250	860 ± 6	459	1052 ± 4	262
4-Et	1414 ± 1	1149 ± 1	265	$1180 \pm 16^{*}$	234	953 ± 5	461	1141 ± 5	273
4-изо-Рг	1487 ± 1	1210 ± 1	277	1215 ± 7	272	1014 ± 6	473	1203 ± 2	284
4-mpem-Bu	1551 ± 1	1284 ± 1	267	1309**	242	1083 ± 8	468	1263 ± 5	288
3-MeO	1451 ± 1	1162 ± 1	289	1183 ± 5	268	1001 ± 7	450	1211***	240
چ 4-MeO	1470 ± 1	1214 ± 1	256	1224 ± 12	246	1003 ± 3	467	1187 ± 7	283
5 4-EtO	1544 ± 1	1295 ± 1	240	1305 ± 3	239	1074***	470	1350***	* ** *
Средние знач	ения ΔRI	_	268 ± 14		253 ± 14		461 ± 9		270 ± 18
Параметры у	равнения (2): a	0.953 ± 0.033		0.943 ± 0.045		1.066 ± 0.025		1.092 ± 0.059	
	<i>p</i>	324 ± 38		320 ± 52		398 ± 24		163 ± 68	
	R	0.996		0.993		0.998		0.991	
	S	11		14		7		16	
2-MeO	1439 ± 1	1203 ± 1	235	1223 ± 5	216	995 ± 5	444	1063 ± 6	276
2-EtO	1488 ± 1	1273 ± 1	215	1285 ± 2	203	1055****	433	1128 ± 3	360
2-PrO	1576 ± 1	1368 ± 1	208	* * * * *	Ι	* * * *	Ι	1289**	* * * *
Средние знач	ения $\Delta \mathbf{RI}_{\mathrm{opro}} - \langle \Delta \mathbf{R} \rangle$	I	69		44		22		98

ПРИНЦИПЫ КОНТРОЛЯ ПРАВИЛЬНОСТИ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИХ



Рис. 3. (а) График зависимости индексов удерживания 2-арил-1,3-лиоксоланов от значений RI соответствующих замещенных фенолов. Отчетливо наблюдаются выбросы, соответствующие *орто*-замещенным соединениям; (б) график аналогичной зависимости индексов удерживания 2-арил-1,3-диоксоланов от значений RI соответствующих 2-арил-1,3-диоксанов; аномалии *орто*-замещенных соединений в значительной степени компенсируются.

ше остальных (бензальдегиды и метилбензолы), так и больше (фенолы, см. табл. 2). Важно отметить, что абсолютные величины таких аномалий возрастают с увеличением объема заместителей (в ряду MeO \rightarrow EtO \rightarrow PrO). Степень проявления *орто*-эффектов можно охарактеризовать средними значениями разностей величин Δ RI *орто*-замещенных и средних значений Δ RI для остальных соединений (без *орто*-замещенных); соответствующие значения Δ RI_{орто} – $\langle \Delta$ RI \rangle приведены в последней строке табл. 2. Из них следует, что в наибольшей степени *орто*-эффекты проявляются для замещенных фенолов (98), что связано с экранированием полярной гидроксильной группы, содержащей активный атом водорода. В меньшей степени такие эффекты наблюдаются для замещенных бензальдегидов (69) и минимальны для замещенных метилбензолов (22), содержащих неполярную метильную группу.

Рис. За иллюстрирует линейную зависимость RI 2-арил-1,3-диоксоланов от значений RI замещенных фенолов. Обращает на себя внимание

составе реакционных смесей заме-	
3-диоксанов	
оматографических индексов удерживания 2-арил-1,3-диоксоданов и -1,3	,H₄CHO с различными диолами и исходных бензальдегидов
Разности газохр	нзальдегидов XC
Таблица 3.	щенных бе

щенных оензальдеі	CHIQB AC6H4C	но с различ	ными диолам	ии и исходн		істидов					
Х в ХС,Н.СНО	RI (XC,H,CHO)	1,2- Этандиол	1,2- Пропандиол		1,3-Прог	тандиол*		1,3-Бута	+диол*	2,3-Бут	андиол
	(2000-000-000-000-000-000-000-000-000-00	RI	ΔRI	RI	ΔRI	RI	ΔRI	RI	ΔRI	RI	ΔRI
H	928 ± 1	1204 ± 1	276	1240 ± 1	312	1332 ± 1	404	1355 ± 1	427	1274 ± 1	346
3-Me	1037 ± 1	1314 ± 1	277	1344 ± 2	307	1438 ± 1	394	1458 土 1	421	1373 ± 1	336
4-Me	1051 ± 1	1319 ± 1	268	1352 ± 1	301	1445 ± 1	381	1469 土 1	418	1384 ± 1	333
4-Et	1149 ± 1	1414 ± 1	265	1149 ± 2	299	1546 ± 1	401	1565 ± 1	416	1478 ± 1	329
4-изо-Рг	1210 ± 1	1487 ± 1	277	1510 ± 2	300	1611 ± 1	420	1628 ± 1	418	1539 ± 1	329
4- <i>mpem</i> -Bu	1284 ± 1	1551 ± 1	267	1579 ± 2	295	1688 ± 1	377	1704 ± 1	420	1606 ± 1	322
3-MeO	1162 ± 1	1451 ± 1	289	1481 ± 2	319	1582 ±1	397	1598 ± 1	436	1510 ± 1	348
4-MeO	1214 ± 1	1470 土 1	256	1500 ± 1	286	1595 ± 1	401	1617 ± 1	403	1532 ± 1	318
4-EtO	1295 ± 1	1544 ± 1	249	1573 ± 1	278	1672 ± 1	404	1693 ± 1	398	1602 ± 1	307
Средние значения	ΔRI	_	268 ± 14		300 ± 13		398 ± 13	417 ± 11			330 ± 13
2-MeO	1203 ± 1	1439 ± 1	236	1465 ± 1	262	1533 ± 1	330	1546 ± 1	343	1489土 1	286
2-EtO	1273 ± 1	1488 ± 1	215	1511 ± 1	238	1579 ± 1	306	1591 ± 1	318	1530 ± 1	257
2-PrO	1368 ± 1	1576 ± 1	208	1595 ± 1	227	1677 ± 1	309	1636 ± 1	268	1614 ± 1	246
Средние значения	$\Delta \mathbf{RI}_{\mathrm{opro}} - \langle \Delta \mathbf{R} \mathbf{I}$		69		58		83		107		67
* Продукты взаимоде	йствия с 1,3-про	опандиолом к	т 1,3-бутандио.	пом – 2-арил	-1,3-диоксан	ы, для осталь	ных — 2-ари.	л-1,3-диоксол	aHЫ.		

ЖУРНАЛ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ том 75 № 12 2020

ПРИНЦИПЫ КОНТРОЛЯ ПРАВИЛЬНОСТИ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИХ

аномальное положение двух точек (значительно выше линии регрессии), соответствующих 2-этокси- и 2-пропоксипроизводным. Однако если рассмотреть корреляцию индексов удерживания не 1,3-диоксоланов и бензальдегидов, а структурно более подобных друг другу аналогов, например 2-арил-1,3-диоксоланов и 2-арил-1,3-диоксанов, то аномалии орто-замещенных в значительной степени компенсируются, что иллюстрирует рис. Зб. На этом графике три точки, соответствующие трем орто-замещенным, расположены несколько выше линии регрессии, но их отклонения значительно меньше, чем на рис. За. Именно такой подход к сравнению индексов удерживания соединений разных рядов можно использовать при контроле правильности значений RI не только орто-замещенных ароматических соединений, но, можно полагать, и других стерически затрудненных систем.

Табл. 3 иллюстрирует применимость рассматриваемого подхода к продуктам взаимодействия замещенных бензальдегидов не только с 1,2-этандиолом, но и с другими диолами: 1,2-пропандиолом, 1,3-пропандиолом, 1,3-бутандиолом и рацемическим 2,3-бутандиолом. Вицинальные диолы образуют 1,3-диоксоланы, а 1,3-диолы – 1,3-диоксаны. Увеличение размера цикла в пролуктах конденсации отчетливо проявляется в величинах ∆RI, возрастающих от 268-330 до 398-417 ед. индекса. Такая зависимость представляет собой принципиально известный, но, возможно, недостаточно хорошо проиллюстрированный в газовой хроматографии факт. В целом же все закономерности, рассмотренные выше на примере продуктов взаимодействия замещенных бензальдегидов с этандиолом, прослеживаются и в случае других диолов. По этой причине можно опустить детальное рассмотрение параметров уравнений вида (2) для сокращения объема обсуждения. Средние значения $\Delta RI_{opto} - \langle \Delta RI \rangle$, являющиеся мерой *ор*то-эффектов, варьируют от 58 до 107, т.е. имеют такой же порядок, что и данные табл. 2. Общий вывод состоит в том, что впервые определенные значения RI всех продуктов конденсации замещенных бензальдегидов с несколькими алифатическими диолами согласуются как с индексами их различных структурных аналогов, так и между собой.

Таким образом, для продуктов взаимодействия замещенных бензальдегидов с алифатическими диолами — 2-арил-1,3-диоксоланов и 2-арил-1,3-диоксанов в дополнение к их характеристике параметрами для хромато-масс-спектрометрической идентификации (масс-спектрами ИЭ и газохроматографическими индексами удерживания на стандартных неполярных неподвиж-

* * *

ных фазах) предложен алгоритм и осуществлен контроль правильности впервые определенных значений индексов удерживания. Основой алгоритма является проверка корреляции индексов удерживания с данными для одного или нескольких рядов более простых и, следовательно, подробнее охарактеризованных структурных аналогов. Подтверждена корректность всех новых данных и одновременно выявлено ошибочное справочное значение индекса удерживания 4-этоксифенола, что дополнительно иллюстрирует возможности рассматриваемого алгоритма.

Работа выполнена при частичном финансировании по гранту РФФИ № 18-03-00151/а. Обсуждаемые в настоящей работе экспериментальные данные получены с использованием оборудования ресурсного центра по направлению "Химия" при Институте химии Санкт-Петербургского государственного университета. Авторы благодарят сотрудников центра за содействие.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- The NIST 17 Mass Spectral Library (NIST17/2017/EPA/NIH). Software/Data Version (NIST17); NIST Standard Reference Database, Number 69, June 2017. National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, MD 20899: http://webbook.nist.gov (дата обращения: апрель 2020 г.).
- 2. Зенкевич И.Г., Лукина В.М. Хроматомасс-спектрометрическая характеристика диэтилкеталей алифатических карбонильных соединений // Аналитика и контроль. 2019. Т. 23. № 3. С. 410. https://doi.org/10.15826/analitika.2019.23.3.009
- 3. Елисеенков Е.В., Зенкевич И.Г. Хроматомасс-спектрометрическая характеристика замещенных 1,3диоксоланов и 1,3-диоксанов // Масс-спектрометрия. 2020. Т. 20. № 1. С. 40.
- 4. Зенкевич И.Г. Особенности хромато-масс-спектрометрической идентификации моноалкилфталатов // Журн. аналит. химии. 2020. Т. 75. № 10. С. 921. (Zenkevich I.G. Features of chromato-massspectrometric identification of monoalkyl phthalates // J. Analyt. Chim. 2020. V. 75. № 10. Р. 1322.)
- 5. Зенкевич И.Г., Фахретдинова Л.Н. Термическая нестабильность моноалкиловых эфиров фталевой кислоты в условиях газохроматографического разделения // Аналитика и контроль. 2015. Т. 19. № 2. С. 175.

https://doi.org/10.15826/analitika.2015.19.2.013

Зенкевич И.Г., Фахретдинова Л.Н. Хроматографическая и хромато-спектральная характеристика моноэфиров дикарбоновых кислот // Журн. аналит. химии. 2016. Т. 71. № 12. С. 1296. (Zenkevich I.G., Fakhretdinova L.N. Chromatographic and chromatospectral characteristic of dicarboxylic acid monoesters // J. Analyt. Chem. 2016. V. 71. № 12. Р. 1204.)

https://doi.org/10.7868/S004445021612015X

7. Zenkevich I.G., Babushok V.I., Linstrom P.J., White E., Stein S.E. Application of histograms in evaluation of large collections of gas chromatographic retention indices // J. Chromatogr. A. 2009. V. 1216. P. 6651. doi . chroma.2009.07.065 https://doi.org/10.1016/j

- Golovnya R.V., Zhuravleva I.L., Yakush E.V., Shenderjuk V.V. Retention of alkyloxazoles and alkylthiazoles and their prediction based on the non-linear additivity concepts in gas chromatography // J. Chromatogr. 1991. V. 552. P. 1. https://doi.org/10.1016/S0021-9673(01)95709-7
- 9. Мишарина Т.А., Аэров А.Ф., Головня Р.В. Газохроматографические, инфракрасные и масс-спектрометрические данные для идентификации изомерных алкилтиенилсульфидов // Журн. аналит. химии. 1990. Т. 45. № 3. С. 535. (Misharina T.A., Aerov A.F., Golovnya R.V. Gas chromatographic, infrared and mass spectrometric data for identification of isomeric alkyl thienyl sulfides // J. Analyt. Chem. 1990. V. 45. № 3. Р. 382.)
- Мишарина Т.А., Головня Р.В. Спектральная и газохроматографическая характеристика 4-метил-2алкилзамещенных 1,3-оксотиоланов и 1,3-дитиоланов // Журн. аналит. химии. 1994. Т. 49. № 4. С. 395. (*Misharina T.A., Golovnya R.V.* Spectral and gas chromatographic characterization of 4-methyl-2-alkyl substituted 1,3-oxathiolanes and 1,3-dithiolanes // J. Analyt. Chem. 1994. V. 49. № 4. Р. 395.)
- Зенкевич И.Г., Харичева Э.М., Костиков Р.Р. Использование методов молекулярной динамики при хромато-масс-спектрометрической идентификации продуктов взаимодействия этоксикарбонилкарбена с различными субстратами // Журн. орг. химии. 1999. Т. 35. № 11. С. 1600. (Zenkevich I.G., Kharicheva E.M., Kostikov R.R. Using molecular dynamics methods for the chromatomass-spectrometric identification of products of thoxycarbonylcarbene interaction with different substrates // Russ. J. Org. Chem. 1999. V. 35. № 11. Р. 1574.)
- Vazquez A.M., Demmel G.I., Criado S.G., Aimar M.L., Cantero J., Rossi L.I., Velasco M.I. Phytochemistry of Tagetes minuta L. (Asteraceae) from Cordoba, Argentina: Comparative study between essential oil and HS-SPME analyses // Bol. Latinoamer. Caribe Plantas Med. Arom. // 2011. V. 10. № 4. P. 351.
- Tudor E. Temperature dependence of the retention index for perfumery compounds on a SE-30 glass capillary column. 1. Linear equations // J. Chromatogr. A. 1997. V. 779. P. 287. https://doi.org/10.1016/S0021-9673(97)00453-6
- 14. *Tudor E., Moldovan D., Zarna N.* Temperature dependence of the retention index for perfumery compounds on two Carbowax-20M glass capillary columns with different film thickness. 2. // Rev. Roum. Chem. 1999. V. 44. № 7. P. 665.
- 15. *Liu W., Wang Y., Sun M., Zhang D., Zheng M., Yang, W.* Alkoxy-position effects on piezofluorochromism and aggregation-induced emission of 9,10-*bis*(alkoxystyryl)anthracenes // Chem. Commun. 2013. V. 49. № 54. P. 6042.
- изменения газохроматографических параметров
 - удерживания реагентов и продуктов // Журн. орг. химии. 1992. Т. 29. № 9. С. 1827. (Zenkevich I.G. Chromatographic correlation of organic reactions based on the additivity of variations of chromatographic retention parameters of reagents and products // Russ. J. Org. Chem. 1992. V. 29. № 9. Р. 1827.)
 - Stein S.E., Babushok V.I., Brown R.L., Linstrom P.J. Estimation of Kovats retention indices using group contributions // J. Chem. Inf. Model. 2007. V. 47. P. 975. https://doi.org/10.1021/ci600548y

- 16. Jafari F, Khodabakhshi S. Mg(HSO₄)₂/SiO₂ as a highly efficient catalyst for the green preparation of 2-aryl-1,3-dioxolanes / dioxanes and linear acetals // Org. Chem. Int. 2012. Article ID 475301. 5 p. https://doi.org/10.1155/2012/475301
- Middleditch B.S. Analytical artifacts: GC, MS, HPLC, TLC, and PC / J. Chromatogr. Library. Vol. 44. Amsterdam: Elsevier, 1989. 1033 p.
- Hamming M.G., Foster N.G. Interpretation of Mass Spectra of Organic Compounds. N.Y.: Academic Press, 1979. 694 p.
- Вульфсон Н.С., Заикин В.Г., Микая А.И. Масс-спектрометрия органических соединений. М.: Химия, 1986. 312 с. (Wulfson N.S., Zaikin V.G., Mikaia A.I. Mass Spectrometry of Organic Compounds. Moscow, Khim. Publ., 1986.)
- Руководство по газовой хроматографии / Под ред. Лейбница Э., Штруппе Х.Г. Пер. с нем. В 2-х т. М.: Мир, 1988. (Handbuch der Gaschromatographie. Herausgegeben von E. Leibnitz, H.G. Struppe. Leipzig: Akademische Verlag, 1984.)
- Zenkevich I.G., Todua N.G., Mikaia A.I. Unusual regularity in GC retention of simple amino acid derivatives // Curr. Chromatogr. 2019. V. 6. P. 1. https://doi.org/10.2174/22132406066666/90709/100858
- 22. Зенкевич И.Г. Взаимная корреляция газохроматографических индексов удерживания органических соединений разных рядов // Журн. аналит. химии. 1999. Т. 54. № 12. С. 1272. (Zenkevich I.G. Mutual correlation of gas chromatographic retention indices of organic compounds of different series // J. Analyt. Chem. 1999. V. 54. № 12. Р. 1127.)
- 23. Zenkevich I.G. Reciprocally unambiguous conformity between GC retention indices and boiling points within two- and multidimensional taxonomic groups of organic compounds // J. High Resolut. Chromatogr. Chromatogr. Commun. 1998. V. 21. № 10. P. 565.
- Castello G. Retention index systems. Alternatives to the n-alkanes as calibration standards // J. Chromatogr. A. 1999. V. 842. P. 51. https://doi.org/10.1016/S0021-9673(98)00989-3
- 25. Schwartz T.R., Petty J.D., Kaiser E.M. Preparation of *n*-alkyl trichloroacetates and their use as retention index standards in gas chromatography // Anal. Chem. 1983. V. 55. P. 1839.

26. Зенкевич И.Г. Хроматографическая характеристи-

ка органических реакций на основе аддитивности