

CHROM. 16,698

## HOCHLEISTUNGS-GASCHROMATOGRAPHIE AN FLÜSSIGKRISTALL-GLASKAPILLAREN

### VII. EINFLUSS DER STRUKTUR MESOGENER STATIONÄRER PHASEN AUF DIE SELEKTIVITÄT UND AUF DIE TRENNUNG ISOMERER $C_{15}$ - $C_{17}$ - $n$ -ALKENE

LADISLAV SOJÁK\*

*Chemisches Institut, Comenius Universität, Mlynská dolina CH-2, 842 15 Bratislava (Tschechoslowakei)*

GÜNTER KRAUS

*Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, Sektion Chemie, 4020 Halle/Saale (D.D.R.)*

und

PAVEL FARKAŠ und IVAN OSTROVSKÝ

*Chemisches Institut, Comenius Universität, Mlynská dolina CH-2 842 15 Bratislava (Tschechoslowakei)*

(Eingegangen am 28. Februar 1984)

---

#### SUMMARY

*High-resolution gas chromatography with liquid crystal glass capillaries. VII. Influence of structure of mesogenic stationary phases on selectivity and on separation of isomeric  $C_{15}$ - $C_{17}$ - $n$ -alkenes*

Relations between chemical constitution of symmetrical and unsymmetrical azoxy compounds as mesogenic stationary phases and selectivity for isomeric hydrocarbons were investigated. Influence of terminal groups and planarity of the liquid crystal molecule was found.

Measurements on high-performance glass capillaries coated with 4-methoxy-4'-ethoxyazoxybenzene permit rapid and better separations of isomeric  $C_{15}$ - $C_{17}$ - $n$ -alkenes.

---

#### EINLEITUNG

Isomere  $C_{15}$ - $C_{17}$ - $n$ -Alkene konnten bisher nur unter extremen Bedingungen an üblichen stationären Phasen getrennt werden. Dazu wurden Trennkapillaren bis zu 300 m Länge und Analysenzeiten von mehreren Stunden benötigt, wobei jedoch keine vollständige Trennung aller Isomere gelang<sup>1</sup>. Die Trennung isomerer  $n$ -Alkene bis  $C_{14}$  wurde bereits an verschiedenen Flüssigkristall-Glaskapillaren untersucht, wobei die mesogenen Trennsysteme bessere und schnellere Trennungen ermöglichten als übliche polare oder apolare stationäre Phasen.

In vorangegangenen Arbeiten<sup>2</sup> konnten wir eine hohe Selektivität für geometrische und lageisomere  $n$ -Alkene und 4-Methoxy-4'-ethoxyazoxybenzen (MEAB)

finden. Von Vigalok *et al.*<sup>3</sup> wurde bereits der Einfluss der Länge der Flügelgruppen auf die Selektivität von *p*-/*m*-Xylenen an Azoxyverbindungen untersucht und grösste Selektivität für MEAB gefunden. Es sollte nun der Einfluss der chemischen Struktur der mesogenen stationären Phase auf ihre Selektivität für isomere Kohlenwasserstoffe untersucht werden. Dabei soll MEAB mit weiteren Azoxyverbindungen verglichen und die Trennung isomerer C<sub>15</sub>-C<sub>17</sub>-*n*-Alkene optimiert werden.

#### EXPERIMENTELLES

Das Retentionsverhalten folgender stationärer Phasen wurde untersucht (Phasenübergänge in °C, K = kristallin, N = nematisch, I = isotrop):

- (a) 4-Methoxy-4'-ethoxyazoxybenzen (MEAB), K (95.8) N (148) I;
- (b) 4-Propoxy-4'-ethoxyazoxybenzen (PEAB), K (101.5) N (145) I;
- (c) 4-Propoxy-4'-propoxyazoxybenzen (PPAB), K (115.5) N (123.6) I;
- (d) 4-Butoxy-4'-ethoxyazoxybenzen (BEAB), K (100) N (146) I;
- (e) 4-Methoxy-4'-ethoxyazobenzen (MEA<sup>+</sup>B), K (132.2) N (134.5) I.

Die verwendeten Glaskapillaren mit einem Innendurchmesser von 0.25 mm wurden nach einer bereits beschriebenen Vorbehandlung<sup>2</sup> mit einer Geschwindigkeit von 1 cm · sec<sup>-1</sup> dynamisch belegt und in Tabelle I zusammengestellt.

TABELLE I

#### PARAMETER DER VERWENDETEN GLASKAPILLAREN

Stationäre Phase	Belegung (Konzentration in Chloroform, %)	Säulenlänge (m)	Effektivität <i>n</i> (für <i>k'</i> ≈ 5)
MEAB	3	80	215,000
MEAB	5	63	130,000
PEAB	15	50	84,000
PPAB	7.5	100	175,000
BEAB	10	30	30,000
MEA <sup>+</sup> B	8	60	52,000

Als Substrate wurden Modellmischungen aller isomeren C<sub>15</sub>-C<sub>17</sub>-*n*-Alkene zusammen mit den entsprechenden *n*-Alkanen eingesetzt. Die Messungen wurden mit einem Carlo Erba GI 452 bzw. einem Perkin-Elmer F11 Gaschromatographen mit Flammenionisationsdetektor durchgeführt. Als Trägergas diente Wasserstoff (35 cm · sec<sup>-1</sup>).

#### ERGEBNISSE UND DISKUSSION

Untersuchungen über Zusammenhänge zwischen Struktur und Selektivität kristallin-flüssiger stationärer Phasen haben bisher wenig allgemeine Gesetzmässigkeiten erbracht, wodurch eine gezielte Auswahl mesogener Phasen für bestimmte Trennprobleme möglich wäre. Als Mass für die Selektivität dienen im allgemeinen die  $\alpha$ -Werte für *p*-/*m*-Xylen. Da diese temperaturabhängig sind, erfolgten die Messungen vorwiegend etwa 1-2 °C oberhalb des Schmelzpunktes der mesogenen Phase.

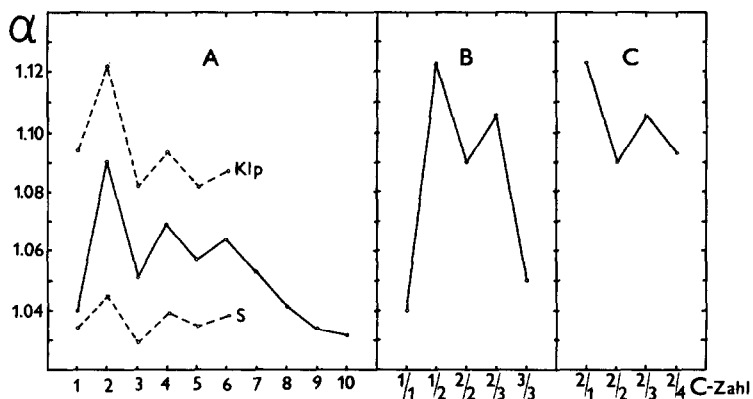


Fig. 1. Abhängigkeit der Trennfaktoren  $\alpha$  von der C-Zahl der Flügelgruppen mesogener Azoxyverbindungen und ihrer Klärpunkte (KlP) sowie ihrem Ordnungsgrad  $S$ .

Die Selektivität für *p*-/*m*-Xylen in Abhängigkeit von der C-Zahl homologer symmetrischer Azoxyverbindungen aus Literaturdaten<sup>3,4</sup> und eigenen Messungen wird in Fig. 1A gezeigt. Die Selektivität ist für EEAB am grössten und nimmt mit Verlängerung der Alkoxykette ab. Die Alternation der Selektivität ist deutlich erkennbar und fällt im gleichen Sinne, wobei die relativ grösseren Werte für geradzahlige C-Ketten vorliegen. Es ist ferner zu sehen, dass die Alternation der Selektivität parallel zur Alternation der Klärpunkte und des Ordnungsgrads verläuft<sup>5</sup>. Diese Strukturen sind polarisierbarer, da der Anteil an Bindungen parallel zur Moleküllängsachse grösser ist<sup>6</sup> (Fig. 2).

Im Vergleich mit symmetrischen ist die Selektivität für asymmetrische Azoxyverbindungen grösser, MEAB und PEAB haben die grösste Selektivität (Fig. 1B). Der allgemeine Trend der Selektivität in Abhängigkeit von der C-Zahl der Flügelgruppen ist auch bei unsymmetrischer Verlängerung der Kette erkennbar (Fig. 1C).

Bei Veränderung der Mittelgruppe von MEAB von Azoxy- nach Azo- wird keine Trennung der *p*-/*m*-Xylene beobachtet. Die Ursache dafür könnte in der unterschiedlichen Planarität der Verbindungen zu suchen sein. Da Azobenzene vollkommen planar sind<sup>7</sup>, resultieren daraus dichtere Mesophasen, die ein Eindringen der Substratmoleküle erschweren und somit eine Verringerung der *p*-/*m*-Selektivität bewirken können. Die nur annähernd planare Struktur der Azoxyverbindungen bewirkt bei kurzen Flügelgruppen mit ungerader C-Zahl eine optimale Selektivität.

Die Messungen zur Trennungen der isomeren *n*-Alkene wurden auf MEAB und zum Vergleich auf PEAB und PPAB durchgeführt. Die Retentionsindices und die  $dI/dT$ -Werte für  $C_{15}$ - $C_{17}$ -*n*-Alkene sind in Tabelle II zusammengestellt. Die

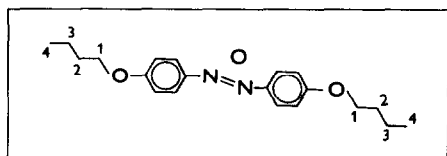


Fig. 2. Strukturschema der Azoxyverbindungen.

TABELLE II

RETENTIONSINDICES DER C<sub>15</sub>-C<sub>17</sub>-*n*-ALKENE AN MEAB, PEAB UND PPAB BEI 115°C UND DIE  $dI^{MEAB}/dT$ -WERTE FÜR DEN BEREICH 105-115°C

<i>n</i> -Alkene	$I_{115}^{MEAB}$	$dI^{MEAB}/dT$	$I_{115}^{PEAB}$	$I_{115}^{PPAB}$
<i>cis</i> -7-Pentadecen	1464.9	0.50	1460.8	1472.1
<i>cis</i> -6-Pentadecen	1467.7	0.50	1463.7	1474.8
<i>cis</i> -5-Pentadecen	1474.3	0.48	1471.2	1480.7
<i>cis</i> -4-Pentadecen	1482.7	0.42	1480.3	1487.2
<i>cis</i> -3-Pentadecen	1498.8	0.38	1495.8	1501.4
<i>cis</i> -2-Pentadecen	1526.8	0.40	1526.5	1528.5
<i>trans</i> -7-Pentadecen	1486.0	0.30	1482.7	1487.1
<i>trans</i> -6-Pentadecen	1488.3	0.30	1485.6	1489.4
<i>trans</i> -5-Pentadecen	1490.9	0.29	1488.4	1491.8
<i>trans</i> -4-Pentadecen	1496.3	0.25	1494.4	1496.4
<i>trans</i> -3-Pentadecen	1503.9	0.25	1502.7	1504.2
<i>trans</i> -2-Pentadecen	1529.2	0.24	1527.7	1526.0
1-Pentadecen	1519.8	0.19	1516.5	1514.6
<i>cis</i> -8-Hexadecen	1561.0	0.57	1555.4	1567.6
<i>cis</i> -7-Hexadecen	1563.3	0.54	1558.3	1569.7
<i>cis</i> -6-Hexadecen	1565.8	0.57	1561.2	1572.5
<i>cis</i> -5-Hexadecen	1574.1	0.47	1570.3	1579.8
<i>cis</i> -4-Hexadecen	1582.3	0.44	1580.4	1588.0
<i>cis</i> -3-Hexadecen	1598.6	0.37	1596.0	1601.2
<i>cis</i> -2-Hexadecen	1626.3	0.38	1626.6	1628.4
<i>trans</i> -8-Hexadecen	1583.9	0.24	1580.4	1585.3
<i>trans</i> -7-Hexadecen	1583.9	0.33	1580.4	1585.3
<i>trans</i> -6-Hexadecen	1587.8	0.28	1585.2	1588.8
<i>trans</i> -5-Hexadecen	1589.8	0.28	1586.7	1590.9
<i>trans</i> -4-Hexadecen	1596.0	0.22	1594.5	1596.3
<i>trans</i> -3-Hexadecen	1603.8	0.23	1602.2	1603.9
<i>trans</i> -2-Hexadecen	1629.1	0.22	1628.3	1626.1
1-Hexadecen	1619.7	0.20	1616.8	1615.2
<i>cis</i> -8-Heptadecen	1658.0	0.52	1652.3	1663.7
<i>cis</i> -7-Heptadecen	1660.4	0.50	1655.0	1666.0
<i>cis</i> -6-Heptadecen	1664.9	0.50	1659.8	1670.3
<i>cis</i> -5-Heptadecen	1673.2	0.47	1668.9	1677.9
<i>cis</i> -4-Heptadecen	1681.2	0.39	1679.4	1687.2
<i>cis</i> -3-Heptadecen	1698.1	0.36	1696.0	1700.3
<i>cis</i> -2-Heptadecen	1726.1	0.38	1726.9	1728.0
<i>trans</i> -8-Heptadecen	1682.6	0.45	1678.2	1682.6
<i>trans</i> -7-Heptadecen	1682.3	0.30	1679.4	1683.8
<i>trans</i> -6-Heptadecen	1686.5	0.34	1683.4	1687.1
<i>trans</i> -5-Heptadecen	1689.6	0.31	1686.7	1690.2
<i>trans</i> -4-Heptadecen	1695.6	0.26	1693.8	1695.6
<i>trans</i> -3-Heptadecen	1703.7	0.21	1702.5	1703.7
<i>trans</i> -2-Heptadecen	1728.6	0.24	1728.0	1725.9
1-Heptadecen	1719.5	0.19	1716.8	1715.1

Identifizierung der Isomere erfolgte durch Struktur-Retentions-Korrelationen, nach der Abhängigkeit der Homomorphiefaktoren von der C-Zahl für einzelne homologe Reihen und nach den  $dI/dT$ -Werten.

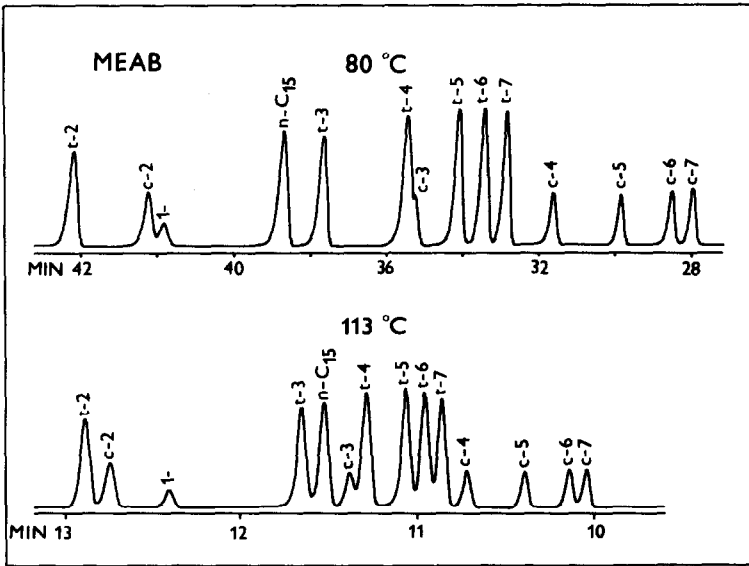


Fig. 3. Trennung von isomeren *n*-Pentadecenen an MEAB bei 80 und 113°C.

Die optimierten Trennungen der isomeren *n*-Alkene  $C_{15}$ – $C_{17}$  an MEAB sind in Fig. 3–5 zu sehen. Die  $dI/dT$ -Werte von geometrischen und lageisomeren *n*-Alkenen unterscheiden sich untereinander und sind grösser als an üblichen stationären Phasen,  $\delta(dI/dT)^{MEAB} \text{ cis-}/\text{trans-Isomer} \approx 0.2$  Indexeinheiten/°C, wodurch die Optimierung der Trennungen mit Hilfe der Trennsäulentemperatur effektiver wird. Beispielsweise bewirkt eine Änderung der Temperatur um 20°C eine Elution von *cis*-3- vor oder nach *trans*-4-Isomer.

Die  $\alpha$ -Werte für benachbarte geometrische und lageisomere *cis*- und *trans*- $C_{14}$ – $C_{17}$ -*n*-Alkene an MEAB, PEAB und PPAB bei 115°C sind in Fig. 6 und 7 zu sehen. Es ist erkennbar, dass die Selektivität und auch die Alternation der Retention etwas grösser ist für MEAB, dagegen zeigt PPAB vorwiegend geringere Alternation und kleinere  $\alpha$ -Werte. Das ist vergleichbar mit den  $\alpha$ -Werten für *p*-/*m*-Xylene in Tabelle III, wobei für PEAB grössere und für PPAB kleinere Werte als für MEAB vorliegen. Bei diesen Temperaturen ist PEAB selektiver als MEAB, jedoch kann man mit MEAB durch Unterkühlung bei niedrigeren Temperaturen arbeiten und erzielt

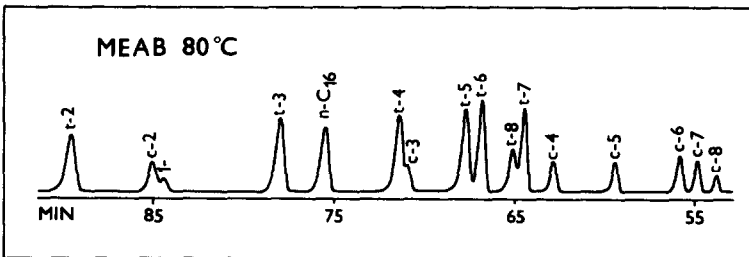


Fig. 4. Trennung von isomeren *n*-Hexadecenen an MEAB bei 80°C.

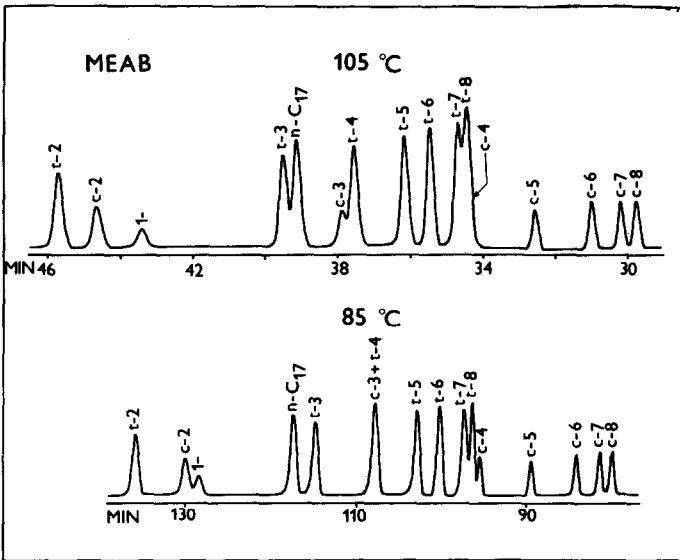


Fig. 5. Trennung von isomeren *n*-Heptadecenen an MEAB bei 85 und 105°C.

somit die höhere Selektivität. Die Ergebnisse bestätigen, dass die Selektivität der Azoxyverbindungen für *p*-/*m*-Xylene und lageisomere *n*-Alkene einen gleichen Verlauf zeigt. Die kleinere Selektivität von PPAB zeigt sich am deutlichsten in der Änderung der Retentionsfolge für *trans*-2-/*cis*-2-Isomere in Vergleich mit MEAB und PEAB (relativ kleinere Retention von lineareren *trans*-Isomeren gegenüber *cis*-Isomeren).

Die Selektivität mesogener Phasen wächst auch für lageisomere *n*-Alkene C<sub>15</sub>-C<sub>17</sub> mit der Verschiebung der Doppelbindung von der Mitte zum Ende des Moleküls. Der Verlauf der Kurve wird jedoch durch den Effekt der Alternation beeinflusst, welche mit der Verschiebung der Doppelbindung zur Mitte des Moleküls wächst. Aufgrund der Alternation haben *trans*-Alkene mit geradzahlgiger Zahl der C-Atome und geradzahlgiger Lage der Doppelbindung sowie *cis*-Alkene mit geradzahlgiger Anzahl der C-Atome und ungeradzahlgiger Lage der Doppelbindung relativ grössere Retention. Das bewirkt an MEAB eine Koelution von *cis*-4-/*cis*-5-Decenen, *cis*-6-/*cis*-7- und *trans*-5-/*trans*-6-Tetradecenen, welche auf üblichen stationären Phasen bei gleicher Effektivität teilweise getrennt werden<sup>2</sup>. Andererseits wird die Trennung von *trans*-7-/*trans*-8-Hexadecen günstig beeinflusst, wobei die Trennung in umgekehrter Reihenfolge erfolgt ähnlich der Trennung von *trans*-5-/*trans*-6-Dodecenen. Für Trennungen an üblichen stationären Phasen sind dazu bis 10<sup>7</sup> theoretische Trennstufen erforderlich<sup>1</sup>.

Retentionsindices von *n*-Alkenen an PEAB, MEAB und PPAB (Tabelle II) vergrößern sich mit Verkleinerung des Selektivität von Flüssigkristallen (mit Ausnahme für einzige Isomere mit endständiger Doppelbindung). Dieser Effekt ist grösser für *cis*- als für *trans*-Isomere und is abhängig von der Lage der Doppelbindung (Fig. 8). Bei der Diskussion dieser Resultate ist es notwendig, auch den Effekt der Adsorption von *n*-Alkenen und *n*-Alkanen an der Zwischenphase Gas-polare sta-

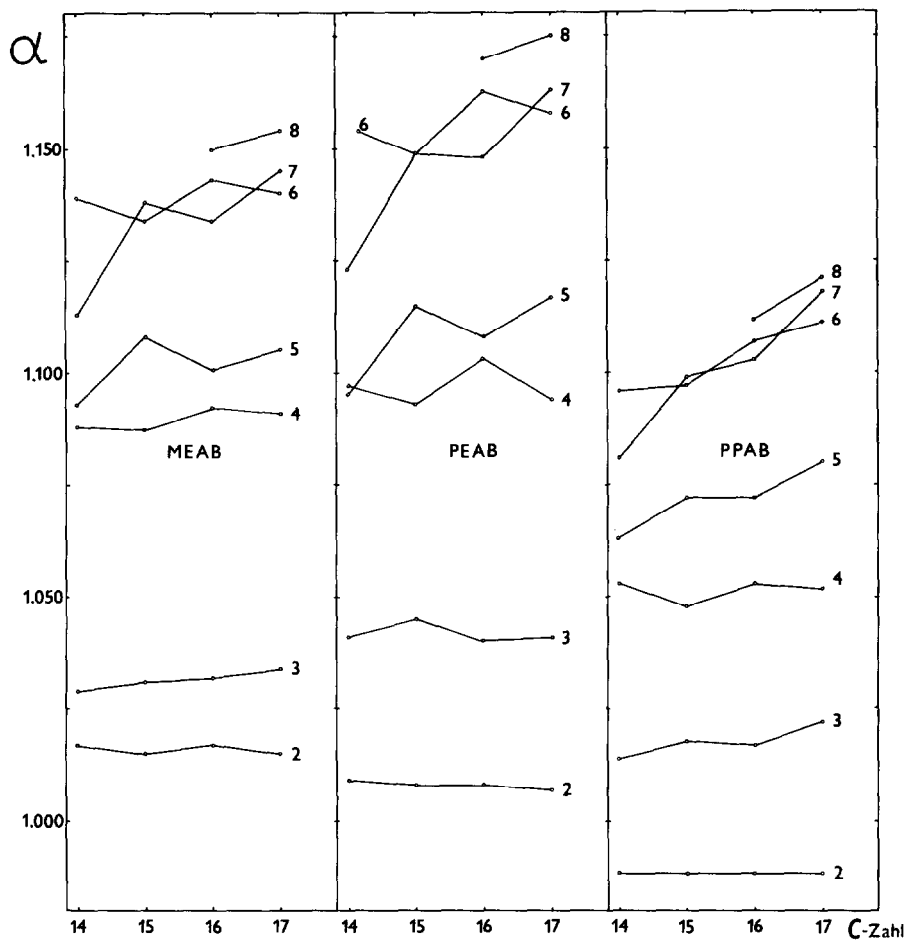


Fig. 6. Abhängigkeit der Trennfaktoren  $\alpha$  von der C-Zahl für geometrische  $C_{14}$ - $C_{17}$ - $n$ -Alkene an MEAB, PEAB und PPAB bei  $115^{\circ}\text{C}$  (*trans*-/*cis*-Isomere mit Lage der Doppelbindung 2-8).

TABELLE III

TRENNFAKTOREN  $\alpha$  VON *p*-/*m*-XYLENEEN AN MEAB, PEAB, PPAB UND BEAB BEI 105 UND  $115^{\circ}\text{C}$

	$\alpha_{105}$	$\alpha_{115}$
MEAB	1.097	1.078
PEAB	1.105	1.085
PPAB	1.051	1.040
BEAB	1.093	1.077

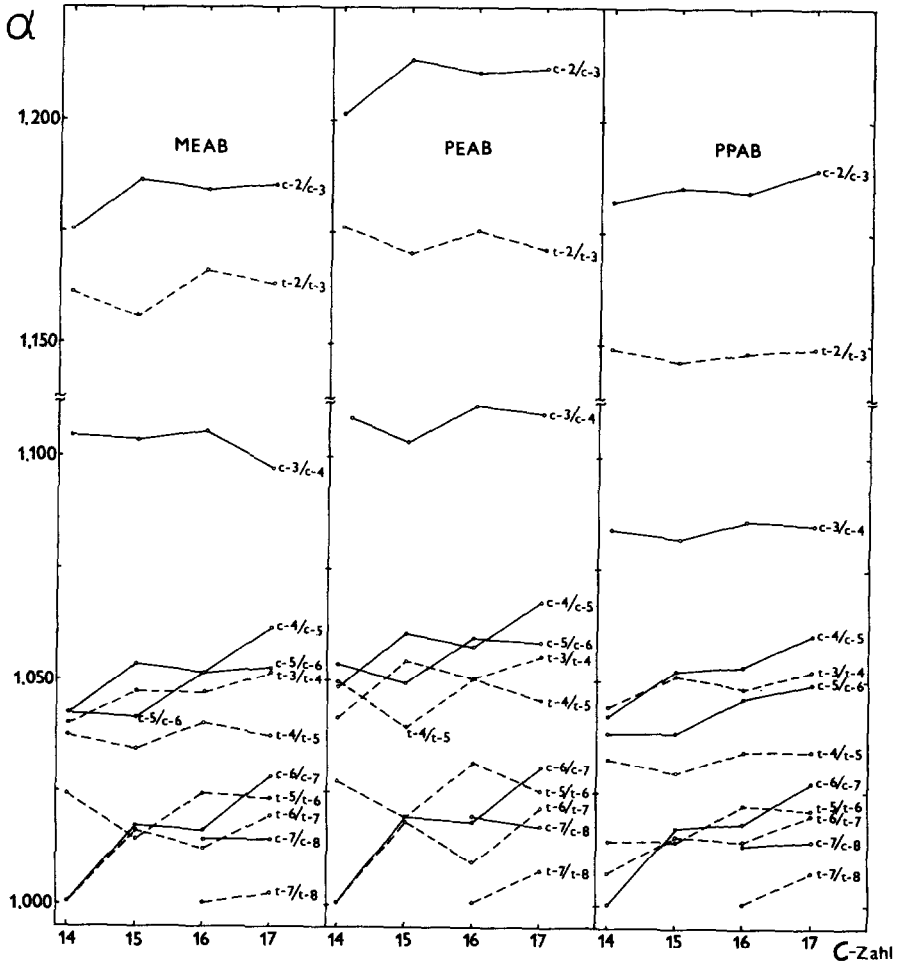


Fig. 7. Abhängigkeit der Trennfaktoren  $\alpha$  von der C-Zahl für lageisomere  $C_{14}$ - $C_{17}$ - $n$ -Alkane an MEAB, PEAB und PPAB bei  $115^{\circ}\text{C}$ .

TABELLE IV

TRENNFAKTOREN  $\alpha$  VON  $C_{14}$ - $C_{17}$ - $n$ -ALKANE AN 5 UND 3% MEAB BEI  $105^{\circ}\text{C}$

MEAB (%)	$\alpha_{105}$		
	$C_{15}/C_{14}$	$C_{16}/C_{15}$	$C_{17}/C_{16}$
5	0.2800	0.2800	0.2797
3	0.2787	0.2830	0.2822



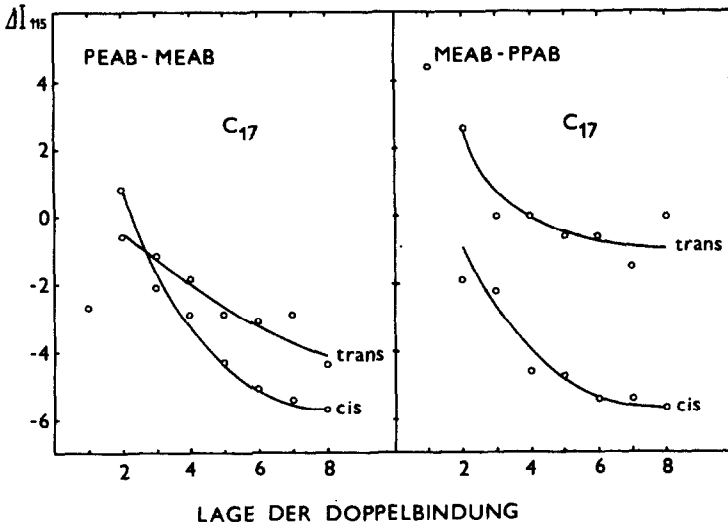


Fig. 8. Abhängigkeit der Unterschiede der Retentionsindices  $\Delta I^{\text{PEAB-MEAB}}$  und  $\Delta I^{\text{MEAB-PPAB}}$  von *n*-Heptadecenen von der Geometrie und Lage der Doppelbindung.

tionäre Phase zu betrachten<sup>1</sup>. Die Selektivität von Flüssigkristallen für *trans*- und *cis*-Isomere *n*-Alkene wächst mit der Verschiebung der Doppelbindung zum Ende der C-Kette und ist grösser für *trans*- als für entsprechende *cis*-Isomere, dagegen wächst die Adsorption von *trans*- und *cis*-Alkenen mit der Verschiebung der Doppelbindung zur Mitte des Moleküls und ist grösser für *trans*- als für *cis*-Isomere.

Die Abhängigkeit der Retentionsindices von der Filmdicke der stationären Phase wurde an MEAB untersucht. Es wurden 2 Kapillaren mit Lösungen von 3 und 5% stationärer Phase präpariert. Mit wachsender Filmdicke vergrössern sich an üblichen polaren stationären Phasen die Indices für alle *n*-Alkene mehr für *cis*- als

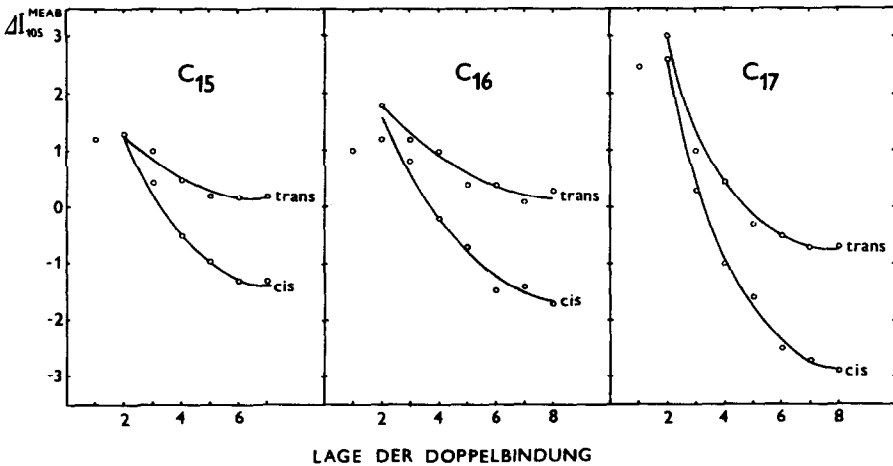


Fig. 9. Abhängigkeit der Unterschiede der Retentionsindices der  $C_{15}$ - $C_{17}$ -*n*-Alkene an MEAB (5 und 3%iger Lösung) von der Geometrie und Lage der Doppelbindung.

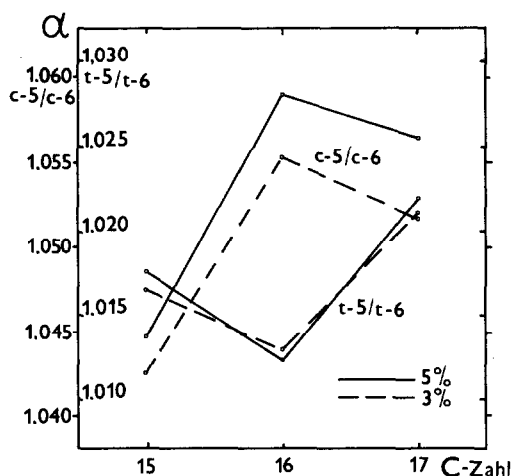


Fig. 10. Abhängigkeit der Trennfaktoren  $\alpha$  von der C-Zahl für lageisomere  $C_{15}$ - $C_{17}$ - $n$ -Alkene an MEAB, belegt mit 5%iger (—) und 3%iger (-----) Lösung.

für *trans*-Isomere<sup>1</sup>. An Flüssigkristallen findet man dagegen ein anderes Verhalten. Mit wachsender Filmdicke von MEAB wachsen die Indices mehr für *trans*-Alkene und mit der Verschiebung der Doppelbindung von der Mitte zum Ende des Moleküls (Fig. 9), was mit der Selektivität von Flüssigkristallen für einzelne  $n$ -Alkene übereinstimmt (Fig. 10). Die  $\alpha$ -Werte für  $C_{14}$ - $C_{17}$ - $n$ -Alkane an 5 und 3% MEAB sind in Tabelle IV zusammengestellt. Bei  $C_{15}/C_{14}$ - $n$ -Alkanen ist  $\alpha_{5\%} > \alpha_{3\%}$ , somit ist die Selektivität grösser für 5% MEAB. Mit wachsendem Molgewicht von  $n$ -Alkanen ist der Effekt der Adsorption grösser geworden und für  $n$ -Alkane  $C_{16}/C_{15}$  und  $C_{17}/C_{16}$  ist  $\alpha_{5\%} < \alpha_{3\%}$ . Die Regelmässigkeit der Abhängigkeit  $\alpha = f(C)$  ist beeinflusst durch die Alternation der Retention von  $n$ -Alkanen (geradzahlige  $n$ -Alkane haben relativ grössere Retention). An gepackten Säulen zeigten Gabitova *et al.*<sup>8</sup>, dass mit Verringerung der Menge an stationärer Phase die Selektivität mesogener Phasen abnimmt.

Die Reproduzierbarkeit der Retentionsindices von  $n$ -Alkanen wird damit von der Filmdicke beeinflusst. Eine Änderung des Kapazitätsverhältnisses ( $k$ -Wertes) bei MEAB um 20% bewirkt eine Änderung der Retentionsindices der  $C_{15}$ - $C_{17}$ - $n$ -Alkene bei 105°C bis zu  $\pm 3$  Indexeinheiten (Fig. 9). Diese Abhängigkeit wurde für die Optimierung der Trennung von isomeren  $n$ -Alkanen verwendet.

#### SCHLUSSFOLGERUNGEN

Die deutlichen Zusammenhänge zwischen chemischer Struktur und Selektivität mesogener stationärer Phasen lassen einen Einfluss sowohl der Flügelgruppen als auch der Planarität des Flüssigkristallmoleküls erkennen. Für Moleküle mit symmetrischen Flügelgruppen alterniert die Selektivität und nimmt nach einem Maximum bei  $C_2$  mit wachsender C-Zahl ab.

Moleküle mit unsymmetrischen Flügelgruppen besitzen eine höhere Selektivität und die bisher grössten Werte wurden infolge des niedrigeren Schmelzpunktes und einer möglichen Unterkühlbarkeit an MEAB gefunden.

Für isomere C<sub>15</sub>-C<sub>17</sub>-*n*-Alkene wurden bessere und schnellere Trennungen als an anderen nichtmesogenen und mesogenen stationären Phasen gefunden.

#### ZUSAMMENFASSUNG

Zusammenhänge zwischen chemischer Struktur symmetrischer und unsymmetrischer Azoxyverbindungen als mesogene stationäre Phasen und der Selektivität für isomere Kohlenwasserstoffe wurde untersucht. Es konnte ein Einfluss der Flügelgruppen sowie der Planarität des Flüssigkristallmoleküls gefunden werden.

Messungen an Hochleistungs-Glaskapillaren, belegt mit 4-Methoxy-4'-ethoxyazoxybenzen, erlauben schnelle und bessere Trennungen für isomere C<sub>15</sub>-C<sub>17</sub>-*n*-Alkene.

#### DANK

Die Autoren danken Herrn Dr. Z. Witkiewicz (WAT Warszawa) für die Überlassung einiger Azo- und Azoxyverbindungen.

#### LITERATUR

- 1 L. Soják, J. Krupčík und J. Janák, *J. Chromatogr.*, 195 (1980) 43.
- 2 L. Soják, G. Kraus, P. Farkaš und I. Ostrovský, *J. Chromatogr.*, 249 (1982) 29.
- 3 R. V. Vigalok, G. G. Maidachenko, G. A. Seichasova, R. K. Nasybullina, T. R. Bankovskaja, N. A. Palikhov und M. S. Vigdergauz, *Usp. Gazov. Khromatogr.*, 4 (1975) 115.
- 4 H. Kelker, B. Scheurle und H. Winterscheidt, *Anal. Chim. Acta*, 38 (1967) 17.
- 5 I. G. Chistyakov und W. M. Chaikowsky, *Mol. Cryst. Liquid Cryst.*, 7 (1969) 269.
- 6 H. Kelker und R. Hatz, *Handbook of Liquid Crystals*, Weinheim, 1980, S. 48.
- 7 H. Kelker und R. Hatz, *Handbook of Liquid Crystals*, Weinheim, 1980, S. 44.
- 8 R. K. Gabitova und M. S. Vigdergauz, *Zh. Anal. Khim.*, 51 (1977) 1205.