

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

243592
(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
C 07 D 213/16
C 09 B 29/036

(22) Přihlášeno 13 02 85
(21) (PV 1002-85)

(40) Zveřejněno 17 09 85

(45) Vydáno 15 11 87

(75)

Autor vynálezu

CEE ALEŠ ing. CSc., HRADEC KRÁLOVÉ; HORÁKOVÁ BOHUMILA ing.,
PARDUBICE

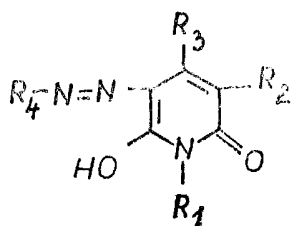
(54) Způsob důkazu a identifikace 2-hydroxy-6-pyridonového seskupení
v azobarvivech

1

Rychlý způsob důkazu a identifikace 2-hydroxy-6-pyridonového seskupení v azobarvivech tak, že se vzorek barviva rozpustí ve zředěném amoniaku, popřípadě za přídavku dimethylformamidu a redukuje zinkem v prostředí vodného amoniaku s resorcinem a takto získaná směs se přenesse na filtrační papír za vzniku modrého vybarvení, popřípadě se uvedená reakční směs chromatografuje v soustavě 1-propanol-voda v poměru 2:1 a porovnává se odstín a R_f -hodnota se standardem.

2

Vynález se týká způsobu důkazu a identifikace 2-hydroxy-6-pyridonového seskupení v azobarvivech. Azobarviva obecného vzorce

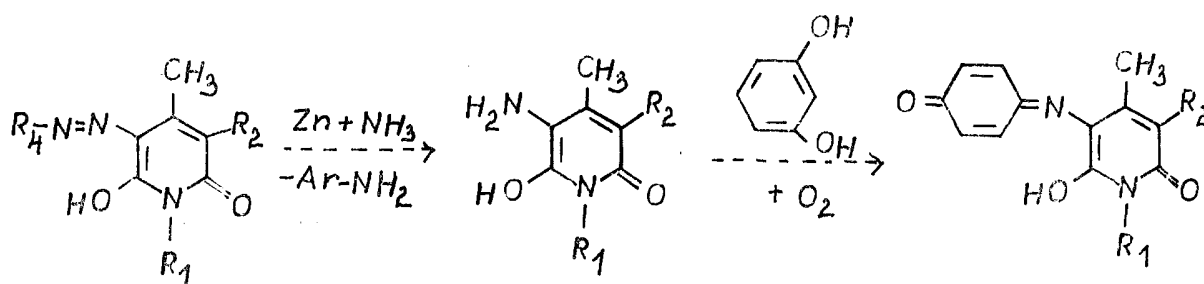


kde

- R_1 = alkyl s 1 až 8 atomy uhlíku,
 R_2 = $-\text{CN}$, $-\text{CONH}_2$, $-\text{CH}_2\text{SO}_3\text{H}$, $-\text{H}$,
 R_3 = $-\text{CH}_3$, $-\text{COOH}$,
 R_4 = fenyl, naftyl, popřípadě dále sub-

stituované, heterocyklický zbytek, obsahující jako heteroatomy N, S, O, jsou vyhledávanými barvivy pro barvení syntetických materiálů, převážně zelenavě-žlutého odstínu. Jejich analytické stanovení nebylo v literatuře dosud popsáno. Je známa reakce jiných heterocyklických komponent z azobarviv, jako například pyrazolonů, které poskytují indofenolovou reakci za vzniku červeně až fialově zbarveného oxidačního produktu.

Nyní bylo zjištěno, že barviva výše uvedeného vzorce poskytují po redukcí práškovým zinkem v prostředí vodného amoniaku s resorcinem intenzivně modře zbarvený nálev na filtrační papír. Vznikající zbarvení je dostatečně stálé a je charakteristické pro 2-hydroxy-6-pyridonové seskupení. Vyvíjení modře zbarveného produktu probíhá podle schématu:



Uvedenou metodou lze dále rozšířit k identifikaci fragmentů s pyridinovou částí molekuly.

Způsob důkazu a identifikace 2-hydroxy-6-pyridonového seskupení ve výše uvedených azobarvivech spočívá podle vynálezu v tom, že se vzorek barviva rozpustí ve zředěném amoniaku, popřípadě za přídavku dimetylformamidu a redukuje zinkem v prostředí vodného amoniaku s resorcinem a

takto získaná směs se přenese na filtrační papír za vzniku modrého vybarvení, popřípadě se uvedená reakční směs chromatografuje na papíře v soustavě 1-propanol-vo-da v poměru 2:1 a porovnává se odstín a R_f -hodnota se standardem.

Výsledky papírové chromatografie barevných produktů jsou sestaveny v následující tabulce:

T a b u l k a

Pasivní komponenta z azopyridonového barviva	R_f	Zabarvení skvrny
2-hydroxy-4-metyl-6-pyridon	0,32	modrofialové
2-hydroxy-1,4-dimetyl-6-pyridon	0,35	modrofialové
2-hydroxy-1,4-dimetyl-5-kyan-6-pyridon	0,49	modrofialové
1-etyl-2-hydroxy-4-metyl-5-kyan-6-pyridon	0,67	modrofialové
1-butyl-2-hydroxy-4-metyl-5-kyan-6-pyridon	0,88	modrofialové
1-(2'-etylhexyl)-2-hydroxy-4-metyl-5-kyan-6-pyridon	0,90	modrofialové
2-hydroxy-4-metyl-5-karboxy-6-pyridon	0,50	modrofialové
2-hydroxy-1,4-dimetyl-5-karbamoyl-6-pyridon	0,39	tmavě modrá
1-etyl-2-hydroxy-4-metyl-5-karbamoyl-6-pyridon	0,58	tmavě modrá
1-(1'-etylén-4'-sulfobenzen)-2-hydroxy-4-metyl-5-karbamoyl-6-pyridon	0,35	tmavě modrá

Z tabelovaných výsledků je patrné, že odstín modrého zbarvení skvrny na chromatogramu je ovlivněn substituentem v poloze 5 ($-\text{CN}$: modrofialová, $-\text{CONH}_2$: tmavě-modrá, $-\text{CH}_2\text{SO}_3\text{H}$: světle-modrá), R_f -hodnotu ovlivňuje zejména délka alkylového řetězce na pyridonovém atomu dusíku.

Níže uvedené příklady ilustrují způsob důkazu a identifikace podle vynálezu.

Příklad 1

10 mg barviva (se solubilizační skupinou) se rozpustí v 1 ml hydroxidu amonného (1:1) a redukuje se přidavkem 1 g práškovitého zinku. Po odbarvení reakční směsi se přidá 50 mg resorcinu a za pozitivní důkaz pyridonového seskupení v barvivech je možno pokládat modré zbarvení nálevu na filtrační papír.

Příklad 2

K identifikaci pyridonové části molekuly

se mikropipetou nanese na start chromatogramu (papír Whatman č. 3) 5 μl reakční směsi (příklad 1) společně s řadou autentických látek, připravených shodným postupem z azobarviv známé konstituce a chromatogram se vyvíjí při teplotě 20 až 25 °C soustavou 1-propanol-voda (2:1). Porovnání skvrn modrých indofenolů se provádí podle polohy skvrny na chromatogramu (R_f -hodnota) a jejího odstínu.

Příklad 3

10 mg barviva bez solubilizační skupiny se rozpustí v 1 ml dimetylformamidu za přidavku 5 kapek zředěného amoniaku (1:1) a redukuje se 1 g práškovitého zinku. Modrý nálev na papír indikuje přítomnost hydroxypyridonové části molekuly barviva.

Příklad 4

Identifikace pyridonové části molekuly se provádí analogicky jako v příkladu 2.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob důkazu a identifikace 2-hydroxy-6-pyridonového seskupení v azobarvivech vyznačený tím, že se vzorek barviva rozpustí ve zředěném amoniaku, popřípadě za přidavku dimetylformamidu a redukuje zinkem v prostředí vodného amoniaku s re-

sorcinem a takto získaná směs se přenese na filtrační papír za vzniku modrého vybarvení, popřípadě se uvedená reakční směs chromatografuje na papíře v soustavě 1-propanol-voda v poměru 2:1 a porovnává se odstín a R_f -hodnota se standardem.