

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

267 290

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴
G 01 N 30/94

(21) PV 2959-88.R

(22) Přihlášeno 02 05 88

(40) Zveřejněno 12 05 89

(45) Vydáno 1.10.1990

(75)
Autor vynálezu

HODEK PETR RNDr.,
BURKHARD JIŘÍ ing. CSc.,
JANKŮ JOSEF ing. CSc., PRAHA,
SMRČEK STANISLAV ing., PROSTĚJOV,
ANZENBACHER PAVEL doc. RNDr. CSc.,
VODIČKA LUDEK doc. ing. CSc., PRAHA

Způsob detekce diamantoidních sloučenin

(54)

(57) Způsob detekce diamantoidních
sloučenin, rozdělených tenkovrstvou
chromatografií, působením nasyceným
etanolickým roztokem eosinu s následnou
detekcí UV-lampou.

Způsob detekce diamantánů, chromatograficky rozdělených na tenké vrstvě silikagelu.

Při separaci diamantoidních sloučenin se analýza reakční směsi provádí nejčastěji plynovou chromatografií, která je značně nákladná. K semikvantitativnímu rozboru reakčních produktů lze výhodně použít chromatografickou separaci na tenké vrstvě, nejčastěji silikagelu, která je materiálově zcela nenáročná. Závažným problémem je však detekce separovaných sloučenin. Vzhledem k tomu, že sloučeniny typu diamantanu jsou většinou nasycené uhlovodíky pouze s nízkým obsahem heteroatomů, nelze je detegovat UV-světlem, jako je tomu například v případě sloučenin obsahujících konjugovaný systém dvojných vazeb, které jsou schopny zhášet fluorescenci interního fluorochromu přítomného ve vrstvě silikagelu. K vizualizaci nasycených sloučenin, které neobsahují žádné specifické skupiny je třeba použít jiný způsob detekce jako je například nástrík, roztoku kyseliny fosfomolybdenové, manganistanu draselného v kyselině sírové, 68 hmot. % kyselinu sírovou a podobně. Z uvedených možností detekce je zřejmé, že je třeba použít sloučeniny, jejichž aerosoly jsou buď silně leptavé, nebo dokonce jedovaté a při jejich aplikaci dochází k destrukci analyzované sloučeniny. Většinou se jedná o postupy, jejichž použití pro detekci na tenké vrstvě silikagelu pojeného škrobem není příliš vhodné, poněvadž dochází k silné interferenci pojidla.

Zmíněné nevýhody podstatně snižuje způsob detekce diamantánů chromatograficky rozdělených na tenké vrstvě silikagelu podle vynálezu. Jeho podstata spočívá v tom, že se na tenkou vrstvu silikagelu s rozděleným vzorkem obsahujícím diamantoidní slouče-

niny působí nasyceným etanolickým roztokem eosinu, s následnou detekcí UV-lampou.

Hlavní výhody způsobu podle vynálezu spočívají v ekonomické nenáročnosti a jednoduchosti. Je to způsob nedestrukční, prováděný s látkami nepovažovanými za toxické. Další výhodou tohoto způsobu detekce je to, že lze v UV-záření fluoreskující skvrny diamantoidních sloučenin z chromatogramu vyškrábat a chromatograficky oddělit od detekčního činidla. Jedná se o způsob nedestruktivní detekce, použitelný jak pro analytické, tak pro preparativní účely. Citlivost uvedeného způsobu detekce je 1 μ g a je srovnatelná s běžně používanými detekčními postupy. Detekce podle vynálezu často nebrání ani použití dalšího specifického detekčního činidla.

Způsob podle vynálezu je dále objasněn na uvedených příkladech.

Příklad 1

Na vrstvu silikagelu o síle 0,05 mm, pojeného škrobem byly aplikovány 2 ml nasyceného roztoku 3-diamantanonu a 3-diamantanlaktanu v eteru. Chromatogram byl vyvinut v komoře obsahující jako mobilní fázi směs hexanu a éteru v poměru 2 obj. : 1 obj. Chromatogram byl pak nastříknut aerosolem nasyceného roztoku eosinu v etanolu. Po odpaření rozpouštědla byly pod UV-zářením, s vlnovou délkou 366 nm, na chromatogramu zřetelné dvě oranžově fluoreskující skvrny na temně fialovém pozadí s R_f 0,57 charakterizující diamantanon a R_f 0,20 charakterizující diamantanlaktan.

Příklad 2

Na tenkou vrstvu silikagelu o síle 0,05 mm, pojeného škrobem, bylo nanášeno 5 ml chloroformového extraktu reakční směsi obsahující vedle 3-diamantandiaziridinu řadu dalších derivátů. Chromatogram byl vyvinut v komoře obsahující jako mobilní fázi směs acetonu a chloroformu v poměru 2 obj. : 3 obj. s 0,7 % obj. trietylaminu. Chromatogram byl pak nastříknut aerosolem nasyceného roztoku eosinu v etanolu. Po odpaření rozpouštědla byly pod

UV zářením, s vlnovou délkou 366 nm, zřetelné tři oranžově fluoreskující skvrny, z nichž největší, s R_f 0,22, odpovídá diamantandiaziridínu. Následujícím nástřikem chromatogramu kyselým etanolickým roztokem jodidu draselného, došlo k reakci jodidu draselného s diaziridínovou skupinou diamantenu, projevující se tvorbou dobře patrné hnědé skvrny.

Příklad 3

Na preparativní vrstvu silikagelu, silnou 1 mm, bylo naneseno 30 ml nasyceného acetonového roztoku reakční směsi, obsahující 3-diamantanon a 3-diamantandiazirin. Chromatogram byl vyvinut v komoře obsahující jako mobilní fázi směs hexanu a eteru v poměru 5 obj. : 1 obj. Chromatogram byl pak nastříknut aerosolem nasyceného roztoku eosinu a po odpaření rozpouštědla, vyhodnocen pod UV zářením. Fluoreskující zóna obsahující diamantandiazirin s R_f 0,7 byla vyškrábána a separována od detekčního činidla v chromatografické koloně naplněné silikagelem. Mobilní fáze hexanu a eteru v poměru 1 obj. : 2 obj. byl diamantandiazirin eluován téměř s čelem rozpouštědla, kdežto eosin zůstává zachycen v koloně.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob detekce diamantoidních sloučenin, chromatograficky rozdělených na tenké vrstvě silikagelu, vyznačující se tím, že se na tenkou vrstvu silikagelu s rozděleným vzorkem obsahujícím diamantány působí nasyceným etanolickým roztokem eosinu s následnou detekcí UV-lampou.