



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

217780

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³
B 01 D 15/08

(22) Přihlášeno 01 07 80
(21) (PV 4682-80)

(40) Zveřejněno 28 05 82

(45) Vydáno 15 08 84

(73)

Autor vynálezu

FRANC JAROSLAV ing. CSc., PARDUBICE

(54) Způsob dělení organických látek

1

2

Způsob dělení organických látek papírovou chromatografií nebo chromatografií na tenké vrstvě, který jako polárních fází používá sloučenin s donorovými a akceptorovými funkčními skupinami, jako jsou glykoly a alkoholaminy nebo jen s akceptorovými funkčními skupinami, jako jsou estery mono- nebo dikarboxylových kyselin.

Vynález se týká způsobu dělení organických látek papírovou chromatografií, popřípadě chromatografií na tenké vrstvě.

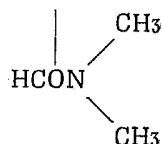
Podmínky chromatografického dělení při papírové chromatografii i při chromatografii na tenké vrstvě je možno měnit nejenom změnou mobilní fáze, ale také změnou zakotvené fáze. Jako zakotvených fází se s výhodou používá polárních sloučenin, jako jsou formamid, dimethylformamid, soli kyselin i kyseliny samé, jako nepolárních petrolej, parafinový olej, bromnaftalen a různé vyšší uhlovodíky. Dosud se volba zakotvené fáze prováděla pouze náhodně, tj. že se odzkoušela polární nebo nepolární fáze a zjišťovalo se, jaké je dělení. Je známo i z plynové chromatografie, že na polárních fázích se dobře dělí isomery, zatímco na nepolárních homologické řady. Není zde však možnost zachytit na chromatogramu sloučeniny nejrůznějšího charakteru.

Podle uvedeného vynálezu bylo zjištěno, že nedostatky při volbě zakotvené fáze možno odstranit řešením podle vynálezu.

Řešení je založeno na té skutečnosti, že při stejné mobilní fázi rozhoduje pro dělení počet donorových a akceptorových skupin zakotvené fáze a celková energie možných mezimolekulárních vodíkových můstků. Tak například formamid

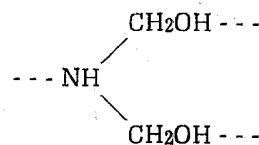


má jednu donorovou skupinu NH_2 — umožňující vodíkovou vazbu o síle asi 37,8 kJ/mol a jednu akceptorovou skupinu s možností vazby o síle asi 25 kJ/mol. Naproti tomu dimethylformamid



má pouze jednu akceptorovou skupinu o síle asi 25 kJ/mol. Z toho plyne, že celková energie vodíkových můstků v prvním případě je celkem asi 63 kJ/mol a ve druhém pouze 25 kJ/mol. Měl by tedy systém s formamidem lépe dělit jedny a tytéž látky než dimethylformamid. Ve skutečnosti tomu tak je.

Podle vynálezu se zjistilo, že například dietanolamin, jehož energie možných vodíkových můstků činí celkem 120 kJ/mol, má největší rozdělovací schopnost.



Z těchto úvah vyplynulo, že je jako zakotvené fáze možno použít nejrůznějších kapalných látek s vysokou energií možných vodíkových můstků, které jsou rovnocenné formamidu nebo ještě účinnější. Byly proto navrženy a vyzkoušeny z polárních fází například etylenglykol, propylenglykol, butylenglykol, dietanolamin, dipropanolamin, glycerin apod., a dělení na nich bylo vynikající. Na druhé straně v případě, že je zapotřebí na chromatogram dostat veškeré látky, které se nacházejí v dělené směsi, je zapotřebí použít takové fáze, která by byla středně polární. Z teoretických úvah zase vyplývá, že jsou to fáze, které nemají donorovou skupinu, ale pouze akceptorovou. Do této skupiny náleží estery různých kyselin mono- nebo dikarboxylových. Opět přibližným výpočtem bylo zjištěno, že vhodné by byly například dinonylfthalát, dilaurylfthalát, dioktylfthalát, butylsebakát, metylpalmitát, dioktyladipad apod.

Ukázalo se, že na těchto zakotvených fázích se velmi dobře dělí řada látek nejrůznějšího charakteru. Podmínkou tedy je, aby zakotvená fáze v tomto případě měla akceptorové skupiny.

Z energie možných mezimolekulárních vodíkových můstků je možno usuzovat také v tomto případě na dělení látek.

Třetí skupinu zakotvených fází tvoří takové sloučeniny, které nemají ani donorové ani akceptorové skupiny.

Na výše uvedených předpokladech je založen způsob dělení organických látek papírovou chromatografií, popřípadě chromatografií na tenké vrstvě za použití polárních sloučenin s akceptorovými nebo donorovými skupinami podle vynálezu, který spočívá v tom, že se jako uvedené polární sloučeniny použijí výše jmenované glykoly, alkoholy, aminy, popřípadě estery mono- nebo dikarboxylových kyselin.

Níže uvedené příklady ilustrují provedení podle vynálezu.

Příklad 1

Následující tabulka ukazuje dělení papírovou chromatografií za použití mobilní fáze cyklohexan-pyridin (25:1) a různých zakotvených fází, kde R_f značí poměr vzdálenosti středu skvrny ku vzdálenosti čela rozpouštědla od startu.

Sloučenina/zakotvená fáze	Hodnoty R_f				
	Formamid	Etylénglykol	Butylen- glykol	Etanolamin	Dietanol- amin
1-aminoantrachinon	0,10	0,25	0,23	0,78	0,56
2-aminoantrachinon	0,02	0,03	0,03	0,24	0,05
1-N-dimetylantrachinon	0,41	0,67	0,69	0,90	0,88
2-N-dimetylantrachinon	0,26	0,48	0,47	0,86	0,85
1-hydroxyantrachinon	0,57	0,81	0,73	0,92	0,76
2-hydroxyantrachinon	0,06	0,12	0,12	0,04	0,01
1-metoxyantrachinon	0,51	0,73	0,73	—	0,89
2-metoxyantrachinon	0,49	0,68	0,68	—	0,88

Skvrny jsou velmi dobře vyvinuté a nechvostují. Dělení u nových zakotvených fází — ve srovnání s formamidem — je lepší.

pírovou chromatografií na středně polárních zakotvených fázích, které mají akceptorovou skupinu, za použití mobilní fáze etanol-voda v různém poměru, kde R_f má dříve uvedený význam.

Příklad 2

Níže uvedená tabulka ukazuje dělení pa-

Sloučenina/zakotvená fáze	Hodnoty R_f		
	Dinonylftalát	2-etylhexylftalát	Dioktylftalát
pyrokatechin	0,80	0,80	0,80
p-nitrotoluen	0,43	0,41	—
2,4-dinitrotoluen	0,29	0,25	0,24
2,4,6-trinitrotoluen	0,17	0,10	0,08
1-nitronaftalen	0,32	0,23	0,21
1-hydroxyantrachinon	0,24	0,25	0,25
1,2-dihydroxyantrachinon	0,46	0,50	0,50
1,2,4-trihydroxyantrachinon	0,38	0,42	0,42
2-hydroxyantrachinon	0,51	0,58	0,54
antracen	0,16	0,24	0,12
fenantren	—	0,22	—
flurantren	0,15	0,20	0,15
benzpyren	0,10	0,11	0,07
o-kresol	0,61	0,71	0,64
m-kresol	0,68	0,73	0,73
p-kresol	0,75	0,72	0,76
fenol	0,82	0,70	0,76
benzidin	0,59	0,69	0,67
1,2-dihydroxyantrachinon	0,57	0,71	0,65
1,2,4-trihydroxyantrachinon	0,56	0,69	—
2-hydroxyantrachinon	0,34	—	—

Skvrny jsou kulaté a nechvostují.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob dělení organických látek papírovou chromatografií, popřípadě chromatografií na tenké vrstvě s použitím polárních sloučenin s akceptorovými a/nebo donorovými funkčními skupinami, vyznačený tím, že se jako uvedené polární sloučeniny použí-

jí glykoly, jako etylénglykol, propylénglykol, butylénglykol, glycerin, alkoholaminy jako dietanolamin, dipropanolamin, popřípadě estery mono- či dikarboxylových kyselin jako dinonylftalát, dilaurylftalát, butylsebakát, metylpalmitát nebo dioktyladipát.