



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

204746
(11) (B1)

(22) Přihlášeno 20 07 79
(21) (PV 5095-79)

(51) Int. Cl.³
G 01 N 31/08,
C 07 C 50/18

(40) Zveřejněno 31 07 80

(45) Vydáno 29 10 82

(75)

Autor vynálezu

FRANC JAROSLAV ing. CSc., PARDUBICE

(54) Způsob dělení a stanovení derivátů antrachinonů

Vynález se týká způsobu dělení a stanovení derivátů antrachinonu.

Je známo, že deriváty antrachinonů patří mezi velmi důležité meziprodukty pro výrobu celé jedné skupiny barviv a proto i v analytické chemii jim byla věnována přiměřeně velká pozornost. Mezi metody sloužící k zajišťování čistoty jednotlivých derivátů patří zvláště papírová chromatografie a chromatografie na tenkých vrstvách.

Jako nepolární zakotvené fáze se používá 1-bromnaftalen, jako mobilní fáze vodné kyseliny octové. [N. S. Dokunichin a spol.: Ž. Analit. Chim. 21 (1966) 888, F. Brodman a spol.: Rev. chim. Bucharest 14 (1963) 222]. Dělení však trvá velmi dlouho, takže nelze této metody použít tam, kde je zapotřebí znát rychle výsledek, protože dělení trvá několik hodin. Kromě toho 1-bromnaftalen je látka, působící zhoubně na organismus pracovníků [nekrosa jater].

Pokud se k vyvíjení použije jiných systémů, jako např. benzen-mravenčan etylnatý — kyselina mravenčí (P. P. Rai, T. D. Turner: J. Chromat. 104 (1975) 196), není dělení příliš vynikající.

Všechny tyto důvody vedly k tomu, aby byla nalezena vhodná soustava, která by umožnila perfektní dělení, rychlou analýzu a zdravotně méně závadné chemikálie.

Řešení bylo nalezeno v použití tenkovrstvé chromatografie na hotových deskách SILUFOL, způsobem dělení a stanovení podle vynálezu.

Způsob dělení a stanovení derivátů antrachinonů, jako aminoantrachinonu a chlorantrachinonu od diantrimidu, dinitrodiantrimidu od diaminodiantrimidu, benzantronu od benzimidu, nebo triantrimidů, chromatografii na tenké vrstvě silikagelu nanesením standardů a stanovovaných derivátů antrachinonů na start chromatogramu, vyvíjením a detekcí, popřípadě densitometrií, spočívá podle vynálezu v tom, že se vyvíjí v soustavě toluen a 30% dimetylformamid v etanolu v poměru 10:0,5 až 5 a detekce se provádí v případě stanovení chlorderivátů antrachinonu postřikem směsí hydrosulfitu a 50 %ního roztoku hydroxidu draselného.

Dělení derivátů antrachinonů trvá maximálně 15 minut, je neobyčejně ostré, takže umožňuje kvantitativní vyhodnocení a použité látky jsou podstatně méně toxické.

Níže uvedené příklady provedení ilustrují způsob dělení podle vynálezu.

Příklad 1

Stanovení nezreagovaného 1-aminoantrachinonu a 1-chlorantrachinonu v 1,1'-diantrimidu.

Na desku SILUFOLU se na start nanese takové množství 1-aminoantrachinonu a 1-chlorantrachinonu, aby to odpovídalo 1 %, 3 % a 5 % počítáno na obsah v 1,1'-diantrimidu. Vedle této stupnice standardů se nanese 5 μ l roztoku 1,1'-diantrimidu (0,1 g na 5 ml pyridinu).

Po provedení chromatografie v systému toluen + 30 % dimethylformamid v 96 %ním etanolu (10 : 2) se chromatogram vyhodnotí pouze vizuálně (semikvantitativně) nebo se provede densitometrické vyhodnocení.

1-chlorantrachinon se stanovoval polokvantitativně porovnáním skvrn po postřiku roztokem obsahujícím na 50 ml asi 2 ml 50 % KOH a několik krystalků $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$. Vzniknou žluté skvrny, které nutno pozorovat bezprostředně po postřiku, protože po čase blednou.

1-aminoantrachinon	$R_F=0,53$	cihlově červené zbarvení
1-chlorantrachinon	$R_F=0,78$	žlutý (po postřiku)
1-oxyantrachinon	$R_F=0,82$	žlutý (bez postřiku)

Pozn.: 1-oxyantrachinon bývá někdy přítomen jako nečistota, která se nachází již v surovinách.

Příklad 2

Stanovení nezreagovaného 4,4'-dinitro-1,1'-diantrimidu v 4,4'-diamino-1,1'-diantrimidu.

Na desku SILUFOLU se na start nanese takové množství 4,4'-dinitro-1,1'-diantrimidu,

aby odpovídalo 1 %, 3 % a 5 % v konečném redukcí vzniklém 4,4'-diamino-1,1'-diantrimidu. Vedle stupnice standardů se nanese 5 μ l roztoku zkoušeného vzorku 4,4'-diamino-1,1'-diantrimidu.

Po provedení chromatografie v systému toluen + 30 % dimethylformamid v 96 %ním etanolu (10 : 2) se chromatogram vyhodnotí pouze vizuálně (semikvantitativně) nebo se provede densitometrické vyhodnocení.

4,4'-dinitro-1,1'-diantrimid	$R_F=0,90$	oranž. červ. zbarvení
4,4'-diamino-1,1'-diantrimid	$R_F=0,38$	černomodré zbarvení
X	$R_F=0,55$	fialové zbarvení

Pozn.: X je zřejmě meziprodukt redukce.

Příklad 3

Obdobným způsobem se zajišťuje například obsah benzantronu v benzimidu, 4,4'-diamino-1,1'-diantrimid v 4,4'-dibenzoyldiamino-1,1'-diantrimidu apod.

Soustavy lze použít prakticky na vyvíjení všech derivátů antrachinonů i takových jako jsou např. 1,4-triantrimid a 1,5-triantrimid.

Metoda je vhodná pro svou jednoduchost a rychlost pro stanovení derivátů antrachinonu v chemických provozních laboratořích, kde je třeba operativně znát složení meziproduktů.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob dělení a stanovení derivátů antrachinonů, jako aminoantrachinonu a chlorantrachinonu od diantrimidu, dinitrodiantrimidu od diaminoantrimidu nebo dibenzoyldiaminodantrimidu, benzantronu od benzimidu, nebo triantrimidů, chromatografií na tenké vrstvě silikagelu nanesením standardů a stanovených derivátů antrachinonů na

start chromatogramu, vyvíjením a detekcí, popřípadě densitometrií, vyznačený tím, že se vyvíjí v soustavě toluen a 30 %ní dimethylformamid v etanolu v poměru 10 : 0,5 až 5 a detekce v případě stanovení chlorderivátů antrachinonu se provádí postřikem směsí hydrosulfitu a 50 %ního roztoku hydroxidu draselného.