

Izotiokyanáty (XV)

Oddelovanie izotiokyanátov chromatografiou na tenkej vrstve

E. KOMANOVÁ, K. ANTOŠ

*Katedra organickej chémie Slovenskej vysokej školy technickej,
Bratislava*

Venované prof. dr. Jurajovi Gašperikovi k 60. narodeninám

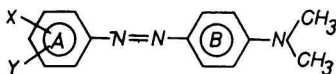
Opisuje sa priame stanovenie izotiokyanátov dimetylaminoazobenzénového typu pomocou adsorpčnej chromatografie na tenkej vrstve kyseliny kremičitej.

Z doterajších údajov literatúry vyplýva, že izotiokyanáty sa chromatograficky oddeľujú po prevedení na svoje reakčné produkty rozdeľovacou chromatografiou na papieri. A. Kjaer [1—3] a Ž. Procházka [4] použili pre tento účel tiomočovinu, kým L. Drobnica [5] využíva reakciu izotiokyanátov s kyselinou tioglykolovou a reakčné produkty prevádza na *N*-substituované rodaniny. Chromatografickým oddelovaním azozlúčenín sa zaoberali viacerí autori [6, 7].

V našej práci opisujeme možnosť priameho chromatografického oddelenia izotiokyanátov dimetylaminoazobenzénového typu bez predchádzajúceho prevedenia na iné produkty pomocou adsorpčnej chromatografie. Za týmto účelom sme vyskúšali rad rozpúšťadlových systémov o rôznej polarite a hľadali sme optimálny stupeň aktivity kyseliny kremičitej.

Sledované izotiokyanáty [9, 10] majú význam ako zlúčeniny odvodené od kancerogénneho dimetylaminoazobenzénu i ako látky s účinkom na bunky pečene (podobným, ako má α -naftyl-ITK [8]).

Tabuľka 1

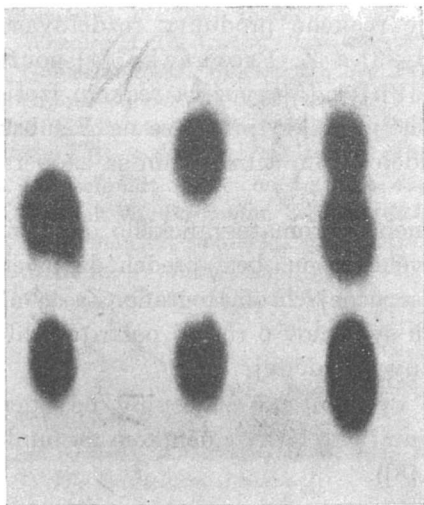


Číslo	Substituent		B. t. °C	Hodnota R_F
	X	Y		
1	3-NCS	4-CH ₃	122	0,40
2	5-NCS	2-CH ₃	129	0,62
3	4-NCS	2-CH ₃	128	0,53
4	4-NCS	3-CH ₃	162—163	0,49
5	3-NCS		106	0,37
6	4-NCS		171—172	0,33
7	2-NCS	3-CH ₃	158—159	0,40

Experimentálna časť

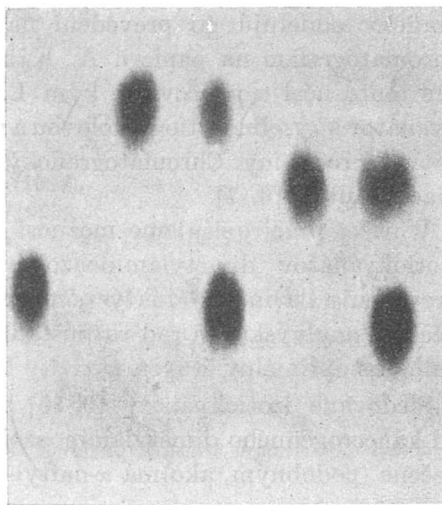
Chromatografické oddelovanie vzoriek izotiokyanátov (ITK) sa robilo na tenkej vrstve kyseliny kremičitej bez spojiva o zrnitosti 0,125 mm. Kyselina kremičitá sa upravila podľa [11]. Štandardná hrúbka nanosených tenkých vrstiev bola 0,275 mm. Nanosené vrstvy sa uchovávali v exsikatore a tesne pred použitím sa 45 minút aktivovali pri 105 °C v sušiarňi. Vyvíjalo sa 20 až 30 minút v zmesi hexán—benzén v pomere 1 : 1 pri teplote 22 °C. Po vyvinutí sa chromatografické platne sušili na vzduchu pri teplote miestnosti. Detekcia sa nerobila s ohľadom na to, že šlo o farebné látky. Výsledky sú zhrnuté v tab. 1 a uvedené na obr. 1 a 2.

Chromatografické rozdelenie skúmaných ITK na tenkej vrstve kyseliny kremičitej v zmesi hexán—benzén je na obrázkoch uvedené zľava doprava a v smere od štartu k čelu.



Obr. 1.

a) 4-NCS 3-CH₃; 4-NCS 2-CH₃; b) 4-NCS;
5-NCS 2-CH₃; c) 4-NCS 3-CH₃, 4-NCS;
4-NCS 2-CH₃; 5-NCS 2-CH₃.



b d

Obr. 2.

a) 3-NCS 4-CH₃; b) 5-NCS 2-CH₃; c) 3-NCS
4-CH₃; 5-NCS, 2-CH₃; d) 4-NCS 2-CH₃;
e) 3-NCS, 4-NCS, 2-CH₃.

Výsledky a diskusia

Zo zistených hodnôt R_F vyplýva, že prítomnosť metylových skupín viazaných na kruhu A má vplyv na možnosť oddelenia skúmaných derivátov. Zatiaľ čo deriváty 5 a 6 sa vyznačujú približne rovnakou hodnotou R_F a nie je možné ich rozdeliť, ostatné deriváty majú odlišné hodnoty R_F v rozmedzí 0,40—0,62 a ich oddelenie je zásadne možné.

ИЗОТИОЦИАНАТЫ (XV)
РАСПРЕДЕЛЕНИЕ ИЗОТИОЦИАНАТОВ С ПОМОЩЬЮ ТОНКОСЛОЙНОЙ
ХРОМАТОГРАФИИ

Э. Команова, К. Антош

Кафедра органической химии Словацкого политехнического института,
Братислава

Изучалось распределение изотиоцианатов диметиламинобензольного типа хроматографией на тонком слое кремневой кислоты обработанной по [11]. Полученные результаты показывают на возможность прямого хроматографического отличия приведенных изотиоцианатов в случаях, когда на ядре *A* кроме группы NCS находится также метильная группа.

Preložil M. Fedoroňko

ISOTHIOCYANATES (XV)
THE SEPARATION OF ISOTHIOCYANATES BY THIN LAYER
CHROMATOGRAPHY

E. Komanová, K. Antoš

Department of Organic Chemistry, Slovak Technical University,
Bratislava

By means of thin layer chromatography on silicic acid, prepared according to [11] the separation of isothiocyanates of the dimethylaminoazobenzene type was examined. Based upon the obtained results, by this method it is possible to distinguish the isothiocyanates in question if the nucleus *A* is carrying an additional methyl group besides the NCS group.

Preložil Z. Votický

LITERATÚRA

1. Kjaer A., *Acta Chem. Scand.* **16**, 71 (1962).
2. Kjaer A., *Acta Chem. Scand.* **16**, 591 (1962).
3. Kjaer A., *Acta Chem. Scand.* **16**, 783 (1962).
4. Procházka Ž., Šanda V., Jirousek L., *Collection Czech. Chem. Commun.* **24**, 3606 (1959).
5. Drobnica L., Kjaer A., *Sympóziu m o izotiokyanátoch*, Smolenice 1964.
6. Šmonina V. P., *Trudy Inst. chim. nauk Akad. nauk Kazach. SSR* **5**, 28 (1959).
7. Klemm L. H., Antoniadis E. P., *J. Chromatography* **6**, 420 (1961).
8. Eliakim M., Ungar H., Moran E., *Sympóziu m o izotiokyanátoch*, Smolenice 1964.
9. Antoš K., *Chem. zvesti* **14**, 105 (1960).
10. Antoš K., *Chem. zvesti* **14**, 187 (1960).
11. Fillerup D., Mead J. F., *Proc. Soc. Exptl. Biol. Med.* **83**, 574 (1953).

Do redakcie došlo 5. 3. 1965

Adresa autorov:

*Inž. Eva Komanová, doc. inž. Kamil Antoš, CSc., Katedra organickej chémie SVŠT,
Bratislava, Jánska 1.*