

Furánové deriváty (X) Chromatografické oddelovanie nitrofuránových derivátov na tenkej vrstve

E. KOMANOVÁ, J. KOVÁČ, A. KRUTOŠÍKOVÁ

*Katedra organickej chémie Slovenskej vysokej školy technickej,
Bratislava*

Opisuje sa priame stanovenie rozličných 5-nitrofuránových derivátov pomocou adsorpčnej chromatografie na tenkej vrstve kyseliny kremičitej.

Z doterajších údajov literatúry vyplýva, že sa furánové deriváty chromatograficky oddeľovali pomerne zriedkavo, a to najmä metódou papierovej rozdeľovacej chromatografie [1, 2]. Chromatografia na tenkej vrstve adsorbenta sa v súvislosti s oddelovaním furánových derivátov dosiaľ nepoužila.

V našej práci sa opisuje priame chromatografické oddelovanie 5-nitrofuránových derivátov, ktoré sú zaujímavé najmä z hľadiska syntézy nových látok tohto typu. Za tým účelom sa vyskúšali viaceré rozpúšťadlové systémy o rôznej polarite a hľadal sa vhodný adsorbent, jeho aktivita a množstvo spájadla, aby technika práce bola čo najjednoduchšia pri rýchlej možnosti identifikácie, pričom sa v práci uvádzajú iba najvýhodnejšie pracovné podmienky.

Experimentálna časť

Vzorky jednotlivých furánových derivátov sa chromatograficky oddeľovali na tenkej vrstve kyseliny kremičitej (Spolana, n. p., Neratovice) o zrnitosti 0,125 mm so spájadlom (10 % sadry) a bez spájadla. Kyselina kremičitá sa pred použitím upravila podľa [3]. Štandardná hrúbka nanesených tenkých vrstiev bola 0,275 mm. Nanesené vrstvy sa uchovávali v exsikatore a pred použitím sa 45 minút sušili pri teplote 105 °C v sušiarňi. Nanášali sa roztoky sledovaných vzoriek v tetrahydrofuráne. Vyvijalo sa asi 30 minút pri 20 °C v týchto zmesiach:

- A. tetrahydrofurán — benzén 1 2,
- B. benzén — metanol — kyselina octová 90 25 4,
- C. tetrahydrofurán — benzén — *n*-heptán 0,5 2 2.

Po vyvinutí sa chromatografické platne sušili na vzduchu pri teplote miestnosti a vyvolávali sa dvoma spôsobmi: v parách jódu alebo postrekom 5 % vodným roztokom dusičnanu strieborného v 10 % vodnom roztoku amoniaku s nasledujúcim päťminútovým zahrievaním v sušiarňi pri 140 °C [4].

Výsledky

Cieľom práce bolo vypracovať chromatografickú metódu na oddelovanie 5-nitrofuránových derivátov, ktoré sú východiskovými alebo finálnymi produktmi syntéz rozličných furánových derivátov. Prehľad použitých vyvíjajacích zmesí, adsorbenta,

Tabuľka 1

Chromatografické oddelovanie 5-nitrofuránových derivátov na tenkej vrstve adsorbenta

Číslo	Vzorka	B. t. °C	Vyvíjacia zmes	Adsorbent	Detekcia	R_F
1	kyselina furylakrylová (surovina pre vzorku 2, 3 a 4)*	141	A, B	silikagél silikagél + 10 % sadry	pary jódu AgNO ₃ + NH ₃	0,62
2	kyselina 5-nitrofurylakrylová	238	A	silikagél + 10 % sadry	pary jódu AgNO ₃ + NH ₃	0,32
3	β -nitrovinylfurán	78	A	silikagél + 10 % sadry	pary jódu AgNO ₃ + NH ₃	0,55
4	5-nitro(β -nitrovinyl)furán	142	A	silikagél + 10 % sadry	pary jódu AgNO ₃ + NH ₃	0,36
5	5-nitrofurfurylazid	56	A	silikagél + 10 % sadry	pary jódu AgNO ₃ + NH ₃	0,85
6	5-nitro-2-furfurylnitrát*	36,5	A, C	silikagél	AgNO ₃ + NH ₃	0,40
7	5-nitro-2-furfurylbromid*	47	A, C	silikagél	AgNO ₃ + NH ₃	0,53
8	metylester kyseliny 5-nitropyroslizovej*	80,5	A, C	silikagél	AgNO ₃ + NH ₃	0,46

* Sledované len ako čistá látka.

ako aj spôsob vyvolávania a hodnoty R_F sledované pri čistých látkach i v zmesiach sú uvedené v tab. I. Opísaná metóda sa použije v ďalších prácach na sledovanie reakcií a na štúdium medziproduktov pri príprave furánových derivátov.

ПРОИЗВОДНЫЕ ФУРАНА (X)
РАЗДЕЛЕНИЕ ПРОИЗВОДНЫХ НИТРОФУРАНА ХРОМАТОГРАФИЕЙ
НА ТОНКОМ СЛОЕ

Э. Кومانова, Я. Ковач, А. Крутошикова

Кафедра органической химии Словацкого политехнического института,
Братислава

Описывается прямое определение и взаимное разделение производных 5-нитрофурана с помощью адсорбционной хроматографии на тонком слое кремневой кислоты. В работе приводится методика хроматографического разделения, R_F значения восьми веществ, которые являются исходным сырьем, промежуточными продуктами или результатом синтеза новых производных 5-нитрофурана.

Перевела Т. Диллингерова

ON FURAN DERIVATIVES (X)
CHROMATOGRAPHIC SEPARATION OF NITROFURAN DERIVATIVES
ON THIN LAYER CHROMATOGRAPHY

E. Komanová, J. Kováč, A. Krutošíková

Department of Organic Chemistry, Slovak Technical University,
Bratislava

A direct determination and differentiation of some 5-nitrofurans by means of absorption chromatography on thin layer of silica gel is described. The process of chromatographic separation and R_F values of eight substances are given. All these compounds are either starting material, intermediates, or final products in the synthesis of new 5-nitrofurans.

Translated by Z. Votický

LITERATÚRA

1. Masakazu Taniyama, Toshihiro Takata, *J. Chem. Soc. Japan, Ind. Chem. Sect.* **57**, 149 (1954); *Chem. Abstr.* **49**, 1484c (1955).
2. Gasparič J., Večeřa M., *Chem. listy* **51**, 287 (1957).
3. Fillerup D., Mead J. F., *Proc. Soc. Exptl. Biol. Med.* **83**, 574 (1953); *Chem. Abstr.* **47**, 12480 (1953).
4. Lábler L., Schwarz V. (red.), *Chromatografie na tenké vrstvě*, 446. Nakladatelství ČSAV, Praha 1965.

Do redakcie došlo 2. 5. 1967

Adresa autorov:

*Ing. Eva Komanová, doc. Ing. Jaroslav Kováč, CSc., Ing. Alžbeta Krutošíková,
Katedra organickej chémie SVŠT, Bratislava, Jánska 1.*