



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1078291 A

3(51) G 01 N 21/78

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

РПФК

(21) 3469661/23-04
(22) 08.07.82
(46) 07.03.84. Бюл. № 9
(72) Г.Е. Иванов
(71) Житомирский сельскохозяйствен-
ный институт
(53) 543.42.063(088.8)
(56) 1. Физические методы в химии
гетероциклических соединений. Под
ред. Л.С.Эфроса. М., "Химия", 1966,
с. 260-280.
2. Там же, с. 318-370 (прототип).

(54) (57) СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОЛИЯДЕР-
НЫХ ГЕТЕРООНИЕВЫХ СОЛЕЙ ХИНОЛИНИЯ,
АКРИДИНИЯ, ТИОКСАНТИЛИЯ И КСАНТИЛИЯ
отличающийся тем, что, с
целью повышения чувствительности
способа, пробу анализируемого веществ-
ва обрабатывают 2-(n-диметиламино-
стирил)-хинолином или 4-(n-диметил-
аминостирил)-хинолином, или 9-(n-ди-
метиламиностирил)-акридином.

(19) SU (11) 1078291 A

Изобретение относится к исследованию химических и физических свойств, анализу материалов с помощью оптических методов, а именно к способам определения полиядерных гетероониевых (хинолиниевых, акридиниевых, тиоксантилиевых, ксантилиевых) солей.

Полиядерные гетероониевые соли являются важными исходными, промежуточными и конечными продуктами органического синтеза (нейролептики, антигистаминные, бактерицидные и т.д. вещества).

Известен способ определения полиядерных гетероониевых солей хинолиния, акридиния, тиоксантилия и ксантилия путем полярографического титрования анализируемого раствора [1].

Недостатком способа является низкая селективность способа, так как при этом определяются любые электропроводящие примеси.

Наиболее близким к предлагаемому по технической сущности и достигаемым результатам является способ определения полиядерных гетероониевых солей хинолиния, акридиния, тиоксантилия и ксантилия путем

спектрофотометрирования раствора анализируемого вещества относительно стандартного раствора анализируемого вещества [2].

Однако известный способ сложен, так как поглощение веществ характеризуется низким коэффициентом экстинкции, что приводит к сложности идентификации этих соединений, и имеет низкую чувствительность (10^{-5} м/л).

Целью изобретения является упрощение способа и повышение его чувствительности.

Поставленная цель достигается способом определения полиядерных гетероониевых солей хинолиния, акридиния, тиоксантилия и ксантилия путем обработки пробы анализируемого вещества 2-(п-диметиламиностирил)-хинолином или 4-(п-диметиламиностирил)-хинолином, или 9-(п-диметиламиностирил)-акридином.

Чувствительность способа увеличивается с повышением электрофильности гетероониевых солей в ряду: $N < S < O$, что подтверждается данными, приведенными в табл. 1.

Т а б л и ц а 1

Цветореагент	Соли				
	ксантилия			тиоксантилия	
	R = H	R = CH ₃	R = C ₆ H ₅	R = H	R = CH ₃
2-(п-диметиламиностирил)-хинолин	10^{-6}	10^{-6}	10^{-6}	10^{-6}	10^{-6}
4-(п-диметиламиностирил)-хинолин	10^{-6}	10^{-6}	10^{-6}	10^{-6}	10^{-6}
9-(п-диметиламиностирил)-акридин	10^{-6}	10^{-6}	10^{-6}	10^{-6}	10^{-6}

Продолжение табл. 1

Цветореагент	Соли					
	N-метилакридиния			N-этилхинолиния		
	R = H	R = CH ₃	R = CH ₂ -CH ₂ COOCH ₃	R = H	R = 2-C ₆ H ₅	R = 2-CH=CH-C ₆ H ₅
2-(n-диметил-аминостирил)-хинолин	10 ⁻⁵	10 ⁻⁵	10 ⁻⁵	10 ⁻⁵	10 ⁻⁵	10 ⁻⁵
4-(n-диметил-аминостирил)-хинолин	10 ⁻⁵	10 ⁻⁵	10 ⁻⁵	10 ⁻⁵	10 ⁻⁵	10 ⁻⁵
9-(n-диметил-аминостирил)-акридин	5 · 10 ⁻⁵	5 · 10 ⁻⁵	10 ⁻⁵	10 ⁻⁴	10 ⁻⁴	10 ⁻⁴

Количественное определение перхлората тиоксантилия аминами I и II 25 при концентрации растворов аминов 10⁻³ м/л представлено в табл. 2

Т а б л и ц а 2

Концентрация соли	ε при 525 нм	Концентрация соли	ε при 616 нм
10 ⁻⁶	9300	10 ⁻⁶	3400
10 ⁻⁵	17800	10 ⁻⁵	8250
10 ⁻⁴	26600	10 ⁻⁴	17100
10 ⁻³	43500	10 ⁻³	29600

Количественное определение 10-этил-9-(β-карбоксиэтил)-акридиний

иодида амином III при концентрации амина 10⁻³ м/л представлено в табл. 3.

Т а б л и ц а 3

Концентрация соли	ε при 616 нм
10 ⁻⁶	-
2 · 10 ⁻⁵	75
5 · 10 ⁻⁵	4660
10 ⁻⁴	10350
10 ⁻³	18930

Пример 1. Качественное определение перхлората тиоксантилия.

65

В пробирку наливают 0,5 мл дихлорэтанового, хлороформного или

ацетонового раствора 2-(*n*-диметиламиностирил)-хинолина с концентрацией 10^{-3} м/л. К указанному раствору приливают такое же количество соответствующего раствора перхлората тиоксантилия с концентрацией 10^{-5} м/л.

Появляется малиновая окраска.

Пример 2. Качественное определение *N*-этил-2-фенилхинолиний иодида.

В пробирку наливают 0,5 мл спиртового раствора 4-(*n*-диметиламиностирил)-хинолина с концентрацией 10^{-3} м/л. К указанному раствору приливают такое же количество спиртового раствора *N*-этил-2-фенилхинолиний иодида с концентрацией 10^{-4} м/л. Наблюдается розовое окрашивание.

Пример 3. Качественное определение *N*-этил-9-(2-карбометоксиэтил)-акридиний иодида.

В пробирку наливают 0,5 мл спиртового раствора 9-(*n*-диметиламиностирил)-акридина с концентрацией 10^{-3} м/л. К указанному раствору приливают такое же количество спиртового раствора *N*-этил-9-(2-карбометоксиэтил)-акридиний иодида с концентрацией 10^{-4} м/л. Наблюдается синее окрашивание.

Пример 4. Качественное определение перхлората ксантилия

В пробирку наливают 1 мл ацетонового, дихлорэтанового, хлороформного раствора перхлората ксантилия желтого цвета с концентрацией 10^{-6} м/л. К указанному раствору прикапывают 2 капли ацетонового, дихлорэтанового или хлороформного раствора 2-(*n*-диметиламиностирил)-хинолина. Наблюдается малиновое окрашивание. Обнаруживаемый минимум 10^{-7} г.

Пример 5. Обнаружение группы ксантилия в *n*-толилксантилсульфоне.

Смесь, состоящую из бесцветного *n*-толилксантилсульфона и желтого 9-(*n*-диметиламиностирил)-акридина, нагревают до получения расплава. Наблюдается интенсивное синее окрашивание расплава.

Пример 6. Обнаружение группы акридиния в 4-(10-метил-9,10-дигидроакридил-9)-антипирине.

Смесь, состоящую из бесцветного производного антипирина и желтого 4-(*n*-диметиламиностирил)-хинолина, нагревают до ее расплавления. Наблюдается розовое окрашивание расплава.

Пример 7. Обнаружение группы тиоксантилия в 1-фенил-3-метил-4-тиоксантилпиразолоне-5.

Смесь, состоящую из бесцветного тиоксантилпиразолоне-5 и желтого 2-(*n*-диметиламиностирил)-хинолина, расплавляют нагреванием. Наблюдается малиновое окрашивание расплава.

Пример 8. Количественное определение перхлората ксантилия.

Из 0,0028 г перхлората ксантилия готовят 50 мл дихлорэтанового раствора при комнатной температуре. Из раствора отбирают четыре пробы по 10 мл, к каждой пробе прибавляют по 10 мл дихлорэтанового раствора 2-(*n*-диметиламиностирил)-хинолина с концентрацией $2 \cdot 10^{-3}$ м/л, перемешивают при комнатной температуре. Находят оптические плотности или интенсивности поглощения при $\lambda = 525$ нм. Находят среднее арифметическое четырех измерений. $E_{\text{ср}} = 30900$. Сравнивают среднюю опытную интенсивность с эталоном (табл. 3) и находят концентрацию соли в растворе с цветореагентом. Она равна 10^{-4} м/л. Следовательно, исходная концентрация соли равна $2 \cdot 10^{-4}$ м/л. Определяют количество вещества в растворе. Найдено 0,0028 г. Предел обнаружения $2 \cdot 10^{-6}$ м/л или $5,6 \cdot 10^{-4}$ г.

Пример 9. Определение количества перхлората тиоксантилия в смеси.

Из смеси, содержащей 0,0030 г перхлората тиоксантилия и 0,0030 г перхлората *N*-метилпиридиния, готовят 50 мл дихлорэтанового раствора при комнатной температуры. Последующее определение аналогично примеру 8. Опытное $E = 26600$. Концентрация перхлората тиоксантилия по эталону равна 10^{-4} м/л. Исходная концентрация $2 \cdot 10^{-4}$ м/л, $m = 296,5 \cdot 0,0002 \cdot 50 / 1000 = 0,002965$ (г).

Таким образом, предлагаемый способ позволяет упростить определение указанных солей и повысить чувствительность способа в 10 раз.

Составитель С. Хованская

Редактор Н. Лазаренко Техред В. Далекорей

Корректор Г. Решетник

Заказ 936/36

Тираж 823

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб. д. 4/5

Филиал ИПП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4