

ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ РАЗДЕЛЕНИЯ ПРОИЗВОДНЫХ ИЕРВИНА

При взаимодействии иервина с окисью пропилена получается смесь двух производных: *N*-β-оксипропилервин и 3-пропокси (β-окси) — *N*-β-оксипропилиервин. Эти производные не поддаются разделению обычными методами.

В настоящем сообщении мы приводим данные по разделению производных иервина с помощью бумажной, тонкослойной и колоночной хроматографий.

Хроматография на бумаге. Метод — восходящий. Бумага — фильтр № 1, импрегнированная раствором формамида в этаноле 1:4. Системы растворителей: хлороформ-петролейный эфир 10:16 (I), хлороформ-бензол-петролейный эфир 3:5:17 (II), насыщенные формамидом. (Петролейный эфир с температурой кипения 70—75°C). Проявитель—реактив Драгендорфа. *R_f* производных следующие: *N*-β-оксипропилервина в системе I—0,54, в системе II—0,11, 3-пропокси (β-окси) — *N*-β-оксипропилиервина в системе I—0,83, в системе II—0,42.

Тонкослойная хроматография. Длина пластинки — 25 см. Носитель неподвижной фазы — окись алюминия для хроматографии II степени активности. Слой окиси алюминия не закрепленный. Системы растворителей: хлороформ — этиловый спирт 9,5:0,5 (III), хлороформ — этиловый спирт 9,1:0,1 (IV) (спирт 95°). Проявитель—реактив Драгендорфа. Значения *R_f* производных следующие: *N*-β-оксипропилиервина в системе III—0,53, в системе IV—0,76, 3-пропокси (β-окси)—*N*-β-оксипропилиервина в системе III—0,61, в системе IV—0,84.

Хроматография на колонке. Для препаративного разделения производных иервина мы воспользовались распределительной колоночной хроматографией на целлюлозе, импрегнированной формамидом 2:1, и адсорбционной хроматографией на колонке с окисью алюминия. Для распределительной хроматографии колонку готовили и хроматографировали точно так, как описано в статье «Разделение суммы алкалоидов чемерицы методом хроматографии на колонке с целлюлозой», помещенной в настоящем сборнике, с той лишь разницей, что в качестве растворителя была использована система хлороформ—петролейный эфир 10:16.

Колонку с окисью алюминия готовили следующим образом. В стеклянную трубку диаметром 3 см насыпали столбик окиси алюминия для хроматографии высотой 45 см. Затем смесь производных иервина (0,5 г) растворяли в спирте, раствор смешивали с небольшим количеством окиси алюминия, высу-

шивали, мелко растирали в ступке и высыпали в колонку на поверхность рабочего столбика окиси алюминия. Далее алкалоиды покрывали слоем окиси алюминия в 2 см и тампоном ваты. В качестве растворителя использовали систему хлороформ—этиловый спирт 9,1:0,9.

Производные иервина неплохо разделяются как на колонке с целлюлозой, так и на колонке с окисью алюминия.

Г. Г. КОРУННАЯ, Н. Ф. ЕРМОЛЕНКО

АДСОРБЦИЯ ПАРОВ ВОДЫ НА СОВМЕСТНО ОСАЖДЕННЫХ ГИДРООКИСЯХ ТИТАНА И АЛЮМИНИЯ В ЗАВИСИМОСТИ ОТ ИХ СОСТАВА И ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ

Ранее III нами исследовалась структура и адсорбционные свойства по отношению к парам бензола совместно осажденных гидроокисей титана и алюминия в зависимости от их состава и термической обработки.

Адсорбция паров воды позволяет более отчетливо исследовать структуру микропор образцов благодаря меньшему, чем у бензола размеру молекул воды и меньшему влиянию сужения пор на их адсорбцию.

В результате этого соответствующие кривые распределения объема микропор по радиусам более надежны.

Для изучения адсорбции паров воды на совместно осажденных гидроокисях титана и алюминия в зависимости от их состава и термической обработки нами были взяты четыре исходные образца адсорбентов Al_2O_3/TiO_2 и продукты их прокаливания при фиксированных температурах. Исходные образцы адсорбентов Al_2O_3/TiO_2 были взяты при следующих соотношениях: I—100:0, II—72:28, III—29:71, IV—0:100. (I—IV—обозначения образцов адсорбентов соответствующих составов, состав дан в мольных процентах).

Исходные препараты I—IV готовились и затем подвергались термической обработке на воздухе по методике, описанной нами раньше III, там же даны результаты рентгеноструктурного анализа препаратов I—IV.

Адсорбция паров воды на исходных и прокаленных образцах адсорбентов I—IV проводилась в вакуумной установке весовым методом при 20° С. Предварительно образцы откачивались в вакуумной установке при комнатной температуре.