

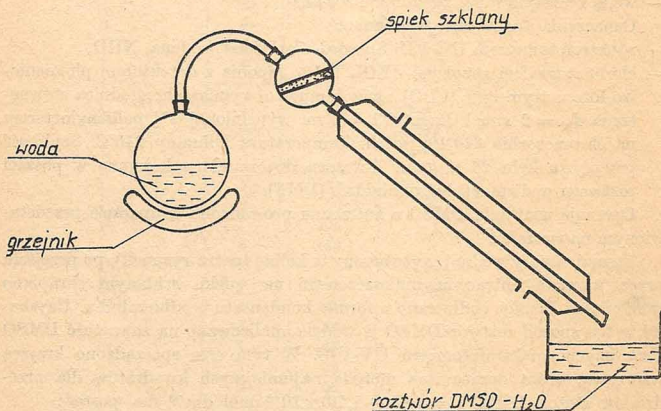
## Prosta metoda usuwania śladowych ilości DMSO z antracenu po krystalizacji

Bernard Marciniak, Jacek Kozioł i Witold Waclawek

Pozostałości dwumetylusulfotlenku (DMSO) w antracenie, który poddano krystalizacji w tym rozpuszczalniku, usuwano przepuszczając strumień pary wodnej przez warstwę antracenu umieszczonego na spieku szklanym. Zawartość DMSO w skondensowanej parze wodnej oznaczono metodą spektrofotometrii absorpcyjnej UV-VIS przy długości fali  $\lambda = 201,3 \text{ nm}$ .

### 1. Wstęp

Antracen przeznaczony do otrzymywania monokryształów powinien mieć wysoką czystość. Wielu autorów [1–6] dla otrzymywania substancji w tym stanie, proponuje oczyszczać antracen odczynnikowy przez zastosowanie krystalizacji z różnych rozpuszczalników, sublimacji, chromatografii kolumnowej, metod destylacyjnych oraz krystalizacji strefowej. Wymienione metody stosuje się w różnym zestawieniu przy czym końcowym etapem oczyszczania jest



Rys. 1. Zestaw do usuwania DMSO z antracenu po krystalizacji.

zwykle krystalizacja strefowa, traktowana też czasem jako jedyna metoda usuwania zanieczyszczeń.

Obok różnej skuteczności w usuwaniu poszczególnych zanieczyszczeń z antracenu odczynnikowego, niektóre z wymienionych metod, a w tym szczególnie chromatografia kolumnowa, cechują się niską wydajnością stanowiąc istotne utrudnienie w uzyskiwaniu większych ilości substancji czystej. W naszym laboratorium opracowano prostą i wydajną metodę przygotowania antracenu odczynnikowego firmy „Naftochem” — Kraków do hodowli monokryształów, polegającą na zastosowaniu wielokrotnej krystalizacji z dwumetylosulfotlenku (DMSO) i oczyszczania strefowego. Podstawową trudność w zrealizowaniu tego sposobu stanowiło usunięcie resztek DMSO z materiału po krystalizacji, którego obecność stwierdzano pomimo dokładnego suszenia i stosowania w końcowym etapie oczyszczania krystalizacji strefowej. Trudność tę rozwiązano poprzez usuwanie pozostałości DMSO z antracenu w strumieniu pary wodnej, co stanowi przedmiot niniejszej pracy, a co może mieć ogólniejsze znaczenie zważywszy na wysoką polarność (moment dipolowy  $DMSO\mu_e = 3,9 D$ ).

## 2. Część doświadczalna

W przeprowadzonych badaniach używano:

- antracen cz.d.a. firmy „Naftochem” Kraków,
- DMSO firmy „Reachim”, ZSRR, który osuszono wstępnie na sitach molekularnych, wyprażonych uprzednio w temp.  $420^{\circ}C$ , a następnie destylowano pod próżnią,
- wodę redestylowaną, zdemineralizowaną.

Oznaczenia analityczne wykonano:

- spektrofotometrem UV-VIS Specord- Carl Zeiss — Jena, NRD,
- chromatografem gazowym JEOL 1110, Japonia z detektorem płomienio-fotometrycznym (FPD) na kolumnie o wymiarach: średnica wewnętrzna  $d_w = 2$  mm i długości  $l = 3$  m, wypełnionej 5% polifenyloterem na chromosorbie 680/100 mesh. Temperatura kolumny  $210^{\circ}C$ . Szybkość przepływu helu 25 ml/min. Antracen dozowano na kolumnę w postaci roztworu w dwumetyloformamidzie (DMF).

Operację usuwania DMSO z antracenu prowadzono w aparacie przedstawionym na rysunku.

Strumień pary wodnej wytworzony w kolbie (patrz rysunek), po przejściu przez warstwę antracenu umieszczonego na spieku szklanym skraplano w chłodnicy Liebiga i odbierano w formie kondensatu w odbieralniku. Uzyskany w ten sposób roztwór DMSO w wodzie analizowano na zawartość DMSO przy użyciu spektrofotometru UV-VIS. W tym celu sporządzono krzywą wzorcową, która opracowana metodą najmniejszych kwadratów dla przedziałów stężeń  $DMSO c_i = (0,50 \div 1,70) \times 10^{-3}$  mol  $dm^{-3}$  ma postać:

$$A_i = 5,84 \times 10^{-8} c_i + 0,18$$

gdzie:

$A_i$  i  $c_i$  są absorbancją i stężeniem  $i$ -tego roztworu, odpowiednio.

Absorbancję odczytywano przy długości fali  $\lambda = 201,3$  nm. Proces przepuszczania pary wodnej przez 3 g próbkę antracenu prowadzono w czasie  $90 \div 120$  min, wymieniając co 15 min, odbieralniki i rejestrując widmo w UV-VIS, a następnie obliczono z równania stężenia DMSO oraz jego masę —  $m_{\text{DMSO}}$ . Wyniki dla czterokrotnie powtórnego procesu zestawiono w tabeli.

Tabela 1

Numer partii antracenu poddanego oczyszczeniu	Kolejny numer kondensatu zawierającego DMSO	Czas przepuszczania pary wodnej t [min]	Masa DMSO w kolejnych próbkach kondensatu $m_{\text{DMSO}} \times 10^{-8} [\text{g}]$
I	1	15	265,2
	2	30	7,8
	3	45	17,2
	4	60	10,1
	5	75	6,6
	6	90	3,1
	7	105	—
II	1	15	177,9
	2	30	72,4
	3	45	81,7
	4	60	12,5
	5	75	1,3
	6	90	—
III	1	15	1433,4
	2	30	224,6
	3	45	60,4
	4	60	24,3
	5	75	21,6
	6	90	12,5
	7	105	3,1
	8	120	—
IV	1	15	698,8
	2	30	177,9
	3	45	25,8
	4	60	6,1
	5	75	3,2
	6	90	—

### 3. Dyskusja wyników

Uzyskane dane wskazują, że DMSO jest usuwany w strumieniu pary wodnej przepuszczanej przez warstwę antracenu. W ciągu pierwszych 15 min. usuwano około 80% całkowitej oznaczonej ilości DMSO, przy czym ilość usuwanego DMSO w funkcji czasu malała. Ponadto całkowita zawartość DMSO w próbce antracenu po krystalizacji wynosi około  $10^{-4}\%$  wag.

Analizę chromatograficzną próbki antracenu po krystalizacji z DMSO wykonano z dokładnością do  $10^{-3}\%$  wag. Zatem zrozumiałe jest, iż oznaczenia zawartości DMSO w antracenie po krystalizacji z tego rozpuszczalnika wykonane metodą chromatografii gazowej okazały się nieprzydatne.

Przeprowadzone oznaczenia zawartości DMSO w roztworze wodnym metodą UV-VIS wykonano z dokładnością  $10^{-6}\%$  wag.

#### Literatura

1. G. J. Sloan — *Mol. Cryst.*, **1**, 161 (1966).
2. Y. Lupien, D. F. Williams — *Mol. Cryst.*, **5**, 1 (1968).
3. J. Muto, N. Narukè — *Proceedings of the Fujihara Memorial, Faculty of Engineering, Keio University, Tokyo, Japan*, **21**, 17 (1968).
4. A. Sasaki, S. Hayakawa — *Japan J. Appl. Phys.* **12**, 1806 (1973).
5. U. Itoh — *J. Phys. Soc. Japan*, **35**, 514 (1973).
6. A. Sasaki, Y. Iwai, K. Abe, T. Akutagawa, S. Hayakawa — *Japan J. Appl. Phys.*, **14**, 1387 (1975).

Б. Марциняк, Я. Козёл, В. Вацлавек

#### Устранение с антрацена по кристаллизации остатков ДМСО

##### Содержание

Остатки диметилсульфоокиси (ДМСО) в антрацене, который был поддан кристаллизации в этом растворителе, устранено пропуская струю водяного пара через слой антрацена, который был помещён на стеклянном сплаве. Содержание ДМСО в водном конденсате определено методом абсорбционной спектрофотометрии UV-VIS при длине волны  $\lambda = 201,3$  нм.

B. Marciniak, J. Koziol, W. Waclawek

#### Removing of DMSO small traces from anthracene

##### Summary

Steam — jet passing through anthracene recrystallized from DMSO was used to eliminate traces of the solvent. DMSO content was determined by means of the UV-VIS spectrophotometric analysis at  $\lambda = 201,3$  nm.