



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

255075

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴

G 01 N 30/90

(22) Přihlášeno 12 12 85

(21) PV 9173-85

(40) Zveřejněno 11 06 87

(45) Vydáno 15 09 88

(75)

Autor vynálezu

CEE ALEŠ ing. CSc., HRADEC KRÁLOVĚ, HORÁKOVÁ BOHUMILA ing., PARDUBICE

(54) Způsob stanovení amidu kyseliny citrazinové

Způsob stanovení amidu kyseliny citrazinové v technické kyselině citrazinové metodou tenkovrstvé chromatografie na Silufolu s detekcí Ehrlichovým činidlem tak, že se na chromatogram nanesou definované objemy roztoků analyzovaného amidu kyseliny citrazinové a autentické kyseliny citrazinové, po separaci se provede detekce za vzniku kyseliny citrazinové z citrazinamidu, intenzita in loco vzniklé skvrny kyseliny citrazinové se proměřuje spektrálním vyhodnocovačem, přičemž se z kalibračního grafu sestaveného z údajů pro kyselinu citrazinovou odečte odpovídající množství citrazinamidu ve směsi.

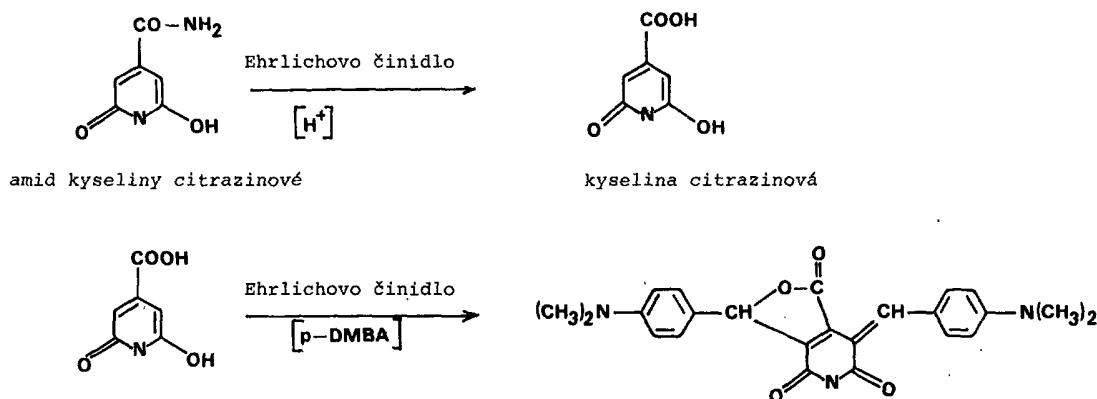
Vynález se týká způsobu stanovení amidu kyseliny citrazinové (kyseliny 2,6-dihydroxy-pyridin-4-karboxylové) v technické kyselině citrazinové.

Amid kyseliny citrazinové je mezistupněm při některých postupech přípravy citrazinové kyseliny, která je významným meziproduktem pro přípravu nejrozličnějších typů barviv, zejména žlutých odstínů.

Běžně se citrazinamid stanovuje klasickými metodami, které spočívají v jeho kyselé hydrolýze se stanovením tvořícího se amoniaku, dále fyzikálně chemickými metodami jako ^1H NMR a IČ spektroskopie.

Při těchto spektrálních metodách je nezbytné porovnání s autentickým amidem kyseliny citrazinové, který je v čistém stavu obtížně dostupný a také nečistoty z reakce negativně ovlivňují výsledky zejména IČ-spektroskopie prováděné v nujolové suspenzi, dochází také ke zkreslování výsledků hydrolýzy nebo krehdalizace, takže pro kvantitativní analýzu amidu kyseliny citrazinové nejsou vhodné.

Nyní bylo zjištěno, že metoda důkazu citrazinamidu v kyselině citrazinové tenkovrstvou chromatografií na Silufolu v soustavě 1-propanolamoniak 2:1 (R_f kys. citrazinové = 0,21; R_f citrazinamidu = 0,46 s detekcí p-dimethylaminobenzaldehydem) (Cee A., Horáková B., J. Chromatog. 331, (1985), str. 201 až 203) je použitelná i v kvantitativním uspořádání pro stanovení obsahu citrazinamidu. Je založena na vyhodnocení velikosti a intenzity skvrny kyseliny citrazinové, která vznikla ze skvrny citrazinamidu přímo na chromatogramu hydrolytickým působením detekčního činidla. Průběh barevné reakce lze vyznačit schematicky takto:



Objektivní hodnocení se provádí pomocí spektrálního vyhodnocovače chromatogramů ERI-20, za použití filtru $\lambda = 600$ nm, aniž by bylo třeba provádět kalibraci pomocí obtížně dostupného amidu kyseliny citrazinové. K tomuto účelu poslouží čistá kyselina citrazinová. Vyhodnocují se karmínově červené skvrny kyseliny citrazinové (λ_{max} v etanolu - 517 nm).

Způsob stanovení amidu kyseliny citrazinové v technické kyselině citrazinové metodou tenkovrstvé chromatografie na Silufolu s detekcí Ehrlichovým činidlem spočívá podle vynálezu v tom, že se na chromatogram nanesou definované objemy roztoků analyzovaného amidu kyseliny citrazinové a autentické kyseliny citrazinové, po separaci se provede detekce za vzniku kyseliny citrazinové z citrazinamidu, intenzita "in loco" vzniklé skvrny kyseliny citrazinové se proměřuje spektrálním vyhodnocovačem, přičemž se z kalibračního grafu sestaveného z údajů pro kyselinu citrazinovou odečte odpovídající množství citrazinamidu ve směsi.

P R E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob stanovení amidu kyseliny citrazinové v technické kyselině citrazinové metodou tenkovrstvé chromatografie na Silufolu s detekcí Ehrlichovým činidlem vyznačený tím, že se na chromatogram nanese definované objemy roztoků analyzovaného amidu kyseliny citrazinové a autentičké kyseliny citrazinové, po separaci se provede detekce za vzniku kyseliny citrazinové z citrazinamidu, intenzita "in loco" vzniklé skvrny kyseliny citrazinové se proměňuje spektrálním vyhodnocovačem, přičemž se z kalibračního grafu sestaveného z údajů pro kyselinu citrazinovou odečte odpovídající množství citrazinamidu ve směsi.