



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU 215 581

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 06 03 80
(21) PV 1545-80

(11) (B 1)

(51) Int. Cl.³ G 01 N 21/00

(40) Zveřejněno 30 11 81
(45) Vydáno 15 04 1984

(75)
Autor vynálezu

FRENC JOROSLAV ing. CSc. PARDUBICE

(54)

Způsob stanovení obsahu antrimidů v technickém produktu

Vynález se týká způsobu stanovení obsahu antrimidů v technickém výrobku (chemie).

Z technického produktu se extrahují nečistoty směsí obsahující toluen-dimetylformamid-etanol, tyto se oddělí na krátkém sloupci silikagelu, naadsorbovaný antrimid se rozpustí v koncentrované kyselině sírové a roztok se kolorimetruje.

Způsob se využívá při výrobě autradeinonových berrviv.

Vynález se týká způsobu stanovení obsahu antrimidů v technickém produktu.

Různě substituované di- a triantrimidy tvoří jednu důležitou skupinu v kategorii antrachinonových barviv, a to převážně jako meziprodukty těchto barviv. Jedná se hlavně o 4,4'-dibenzoyldiamino-1,1'-diantrimid, benzimid, 1,4- -triantrimid, 1,5-triantrimid, 1,1'-diantrimid apod.

Při jejich výrobě je zapotřebí zjistit obsah příslušného antrimidu v technickém produktu, aby mohly být vypočteny přídavky dalších chemikálií do následujících reakcí. Toto doposud nebylo možné a další reakce se prováděly naslepo, protože neexistovala vhodná metoda na jejich stanovení. Jediná práce, která se zabývá vůbec analytikou di- a triantrimidů je od F. Brodmana a spol. (Rev. Chim. Bucharest 14 (1963) 222; Anal. Abstr. 11 (1964) 3211), která se však týká prostého dělení některých antrimidů papírovou chromatografií. O kvantitativní analýzu se zde nejedná. Analytika těchto látek je neobyčejně ztížena jejich praktickou nerozpustností ve většině běžných rozpouštědel. Dokonalé rozpouštědlo v tomto případě je koncentrovaná kyselina sírová.

Způsob stanovení antrimidů v technickém produktu spočívá podle vynálezu v tom, že se nečistoty z technického produktu extrahují směsí obsahující toluen-di metylformamid-etanol a na chromatografickém sloupci silikagelu 0,5 až 5 cm se oddělí od antrimidu, naadsorbovaný antrimid se rozpustí koncentrovanou kyselinou sírovou a obsah látek v roztoku se stanoví kolorimetricky.

Níže uvedený příklad ilustruje provedení podle vynálezu

Příklad provedení

Za účelem stanovení 4,4'-dibenzoyldiamino-1,1'-diantrimidu se do 25 ml baničky se zábrusem naváží 0,1000 g rozetřeného vzorku, přidá se 15 ml extrakčního činidla (toluen - 30 % dimethylformamid v etanolu, poměr 10 : 2) a třepe se na třepačce 15 min. Poté se celý obsah přeleje přes chromatografický sloupec silikagelu vysoký 1 až 1,5 cm, kde se zachytí antrimid a odsává se extrakční činidlo. Sloupec se promyje ještě 75 ml extrakčního činidla vždy po 15 ml dávkách. Eluáty je možno jednotlivě jímát a zkoušet tenkovrstvou chromatografií, zda neobsahují již vymývané nečistoty.

Pak se přes sloupec přelije cca 100 ml koncentrované kyseliny sírové, která antrimid rozpustí. Eluát se jímá a přelije do 250 ml odměrné baňky, která se pak doplní po značku koncentrovanou kyselinou sírovou. Z tohoto roztoku se pipetuje 3x po 1 ml do 25 ml odměrných baněk, které se doplní po značku koncentrovanou kyselinou sírovou. Vzniklé zelenohnědé zabarvení se měří na Langeho kolorimetru při oranžovém filtru (s rozsahem 588 až 833 nm) v 10 ml kyvetě. Naměřená extinkce se porovnává s cejchovní křivkou získanou přesně stejným postupem se standardní látkou.

Tímto postupem je možno analyzovat veškeré antrimidy, které se za daných podmínek sorbují na silikagelu.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob stanovení antrimidů v technickém produktu, vyznačený tím, že se nečistoty z technického produktu extrahují směsí obsahující toluen-di metylformamid-etanol a na chromatografickém sloupci silikagelu 0,5 až 5 cm se oddělí od antrimidu, naadsorbovaný antrimid se rozpustí koncentrovanou kyselinou sírovou a obsah látek v roztoku se stanoví kolorimetricky.