



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

263661

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴

G 01 N 3/16

(22) Přihlášeno 01 12 86

(21) PV 8810-86.Z

(40) Zveřejněno 16 09 88

(45) Vydáno 14 08 89

(75)

Autor vynálezu

LAKOMÝ JAROSLAV ing. CSc., PARDUBICE, CALDOVÁ JANA RNDr., CHOCEŇ,
DRAHOKOUPILOVÁ MILADA ing., NETUŠIL ZDENĚK, PARDUBICE,
HORÁČKOVÁ STANISLAVA, BOHDANEČ

(54) Způsob stanovení celkového obsahu síry ve ftalocyaninech mědi

Způsob stanovení celkového obsahu síry vedle chloru v Cu-ftalocyaninech se provádí oxidační mineralizací a potenciometrickou titrací upraveného mineralizátu. Síra se stanovuje jako kyselina sírová titrací chloristanem olovnatým na indikační systém ferro ferrikyanid v soustavě platinová elektroda - - nasycená kalomeliová elektroda. Metoda je vhodná pro provozní kontrolu výroby Cu-ftalocyaninů.

Vynález se týká způsobu stanovení obsahu síry vedle chloru ve ftalocyaninech mědi, které jsou velkotonažním produktem barvářských výroby.

Při provozní kontrole čistoty ftalocyaninů mědi je nutné sledovat i obsah síry. Speciální metoda pro stanovení síry ve ftalocyaninech mědi není popsána.

Často používaný způsob kvantitativního stanovení síry v organických látkách je založen na oxidační mineralizaci látky plynným kyslíkem a titrací vzniklé kyseliny sírové chloristanem barnatým na indikátor thorin v prostředí 80 % alkoholu. Tento způsob je jednou z metod stanovení síry podle ČSN 65 6290, určené pro stanovení síry v petrochemických produktech s obsahem síry větším než 0,3 % hmot. Selhává však u látek typu ftalocyaninů mědi. Není-li uvedeno jinak, jsou pod výrazem % měrná % hmot.

Pro stanovení obsahu malých množství síry v rozsahu 0,2 až 0,4 % vedle 2,7 až 3,3 % chloru ve ftalocyaninech mědi byla vyvinuta analytická metoda, která je předmětem tohoto vynálezu. Spočívá v tom, že se vzorek látky podrobí oxidační mineralizaci spálením ve skleněné baňce Schönigerovou technikou a v upraveném mineralizátu se síra, přítomná jako kyselina sírová, stanoví potenciometrickou titrací odměrným roztokem chloristanu olovnatého na indikačním systému ferro ferrikyanid v soustavě elektrod platinová-nasycená kalomelová.

Metoda je jednoduchá a dává spolehlivé výsledky. Je vhodná pro sledování kvality průmyslové produkce ftalocyaninů mědi.

P ř í k l a d

Navážka vzorku ftalocyaninů v množství 30 až 50 mg přesně na analytických vahách se spálí obvyklým způsobem Schönigerovou technikou v 0,5 l baňce. Po absorpci spalných produktů v absorpčním roztoku 5 kapek peroxidu vodíku (30 %) a 4 ml destilované vody se mineralizát převede kvantitativně do kádinky obsahu 100 ml.

Roztok se zalkalizuje cca 4 ml hydroxidu sodného $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ a odpaří k suchu, aby se odstranil peroxid vodíku. Odparek se rozpustí v 5 ml vody, přidá 40 ml izopropyl-alkoholu, 0,5 ml roztoku ferrikyanidu draselného $c(\text{ferri}) = 0,1 \text{ mol/l}$, 0,5 ml roztoku ferrokyanidu draselného $c(\text{ferro}) = 5 \cdot 10^{-4} \text{ mol/l}$ a cca 4 ml kyseliny chlorovodíkové $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$ do pH 3.

Sírany se titrují potenciometricky roztokem chloristanu olovnatého $c(\text{Pb}^{++}) = 0,01 \text{ mol/l}$ na elektrodový systém platinová - nasycená kalomelová elektroda. Bod ekvivalence se zjistí graficky stejně jako se vyhodnocují amperometrické nebo vodivostní křivky.

Slepý pokus se provede analogicky bez navážky vzorku. Výpočet obsahu síry ve vzorku ftalocyaninů:

1 ml chloristanu olovnatého $c(\text{Pb}^{++}) = 0,01 \text{ mol/l} \dots 0,32064 \text{ mg síry}$

$$\% \text{ síry} = \frac{(a - b) \cdot f \cdot 0,32064}{n}$$

kde a spotřeba titračního čin. na vzorek v ml

b spotřeba titračního čin. slepý pokus v ml

n navážka vzorku v mg

f faktor titračního čin. stanovený na stand. roztok síranu draselného stejným způsobem jako při titraci síranů ve vzorku

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob stanovení celkového obsahu síry ve ftalocyaninech mědi v rozmezí koncentrací 0,2 až 0,4 % síry vedle 2,7 až 3,3 % chloru po oxidační mineralizaci Schönigerovou technikou a titrací upraveného mineralizátu vyznačený tím, že se síra v mineralizátu stanoví jako kyselina sírová potenciometrickou titrací chloristanem olovnatým na indikační systém ferro ferrikyanid v soustavě platinová elektroda - nasycená kalomelová elektroda.