



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

212109

(11)

(B1)

(22) Přihlášeno 13 08 80
(21) (PV 5559-80)

(40) Zveřejněno 31 07 81

(45) Vydáno 15 05 84

(51) Int. Cl.³

C 07 C 143/00
C 07 C 107/08
C 07 F 9/76

(75)

Autor vynálezu

GRAMETBAUER PETR ing., PRACHATICE,
RADIL VOJTĚCH ing., PŘÍBRAM

(54) Způsob čištění surových preparátů 2,7-bis(2,2'-arsonofenylazo)-1,8-dihydroxynaftalen-3,6-disulfonové kyseliny

Vynález se týká způsobu čištění surových preparátů 2,7-bis(2,2'-arsonofenylazo)-1,8-dihydroxynaftalen-3,6-disulfonové kyseliny používaných pro fotometrické stanovení aktinidů, lanthanidů a zirkonia.

Podstata způsobu podle vynálezu spočívá v tom, že vodný roztok surových preparátů 2,7-bis(2,2'-arsonofenylazo)-1,8-dihydroxynaftalen-3,6-disulfonové kyseliny se podrobí extrakci směsí alifatických alkoholů nebo ketonů s aromatickými uhlovodíky, zejména pak směsí butanolu a benzenu. Přídavkem solí alkalických zemin se vysráží 2,7-bis(2,2'-arsonofenylazo)-1,8-dihydroxynaftalen-3,6-disulfonové kyseliny a oddělí se tak od zbyvajících částí doprovodných látek, které zůstanou v roztoku.

Vynález se týká způsobu čištění surových preparátů 2,7-bis(2,2'-arsonofenylazo)-1,8-dihydroxynaftalen-3,6-disulfonové kyseliny.

Běžně dostupné preparáty 2,7-bis(2,2'-arsonofenylazo)-1,8-dihydroxynaftalen-3,6-disulfonové kyseliny obsahují pouze 15 až 20 % účinné složky a převážnou část balastních látek vznikajících při syntéze činidla, například monoazoderiváty kyseliny chromotropové a substituované hydroxyazobenzeny. Tyto preparáty jsou málo vhodné pro fotometrické stanovení aktinidů, lanthanidů a zirkonia, pro nízký obsah účinné složky a možnost vedlejších reakcí balastních látek s doprovodnými prvky.

Práce, týkající se přečištění surových preparátů 2,7-bis(2,2'-arsonofenylazo)-1,8-dihydroxynaftalen-3,6-disulfonové kyseliny, které byly publikovány v dostupné literatuře, byly prováděny pouze v laboratorním měřítku a jsou vhodné pro přípravu miligramových množství čistého produktu. K tomuto účelu se používá elektroforéza, gelové chromatografie nebo opakovaného frakčního srážení koncentrovanou kyselinou chlorovodíkovou.

Tyto postupy jsou zdoluhavé a vhodné pouze pro přípravu malých množství čistého produktu.

Uvedené nedostatky odstraňuje způsob čištění podle vynálezu. Jeho podstata spočívá v tom, že vodný roztok surových preparátů 2,7-bis(2,2'-arsonofenylazo)-1,8-dihydroxynaftalen-3,6-disulfonové kyseliny se podrobí extrakci směsí alifatických alkoholů C_4 až C_8 nebo ketonů C_6 až C_{10} v poměru 1:1 až 15:1 s aromatickými uhlovodíky C_6 až C_{10} . Přídavkem solí kovů alkalických zemin se vysráží 2,7-bis(2,2'-arsonofenylazo)-1,8-dihydroxynaftalen-3,6-disulfonová kyselina, čímž se oddělí od zbývajících doprovodných látek.

Způsobem podle vynálezu lze získávat preparáty obsahující až 95 % účinné složky. Obsah této účinné složky lze kontrolovat fotometrickou titrací roztokem solí thoričitých nebo zirkoničitých, chromatografií na tenké vrstvě silikagelu v prostředí citranového pufru o hodnotě pH 5,2 a pyridinu, nebo absorbcí roztoku činidla při 535 nm a 430 nm, přičemž hodnota poměru absorbcí musí být menší než 0,250.

Preparáty 2,7-bis(2,2'-arsonofenylazo)-1,8-dihydroxynaftalen-3,6-disulfonové kyseliny jsou vhodné pro extrakčně spektrofotometrické stanovení uranu podle československého AO č. 182 731 a pro přímé stanovení uranu podle československého AO č. 192 395.

Způsob podle vynálezu blíže dokresluje provedené experimenty.

P ř í k l a d 1

Jeden gram běžně dostupného činidla se rozpustí ve 100 ml vody. Po okyselení na pH 0,3 až 3,0 se roztok dvakrát extrahuje stejným objemem směsi butanolu a benzenu v poměru 15:1. K vodné fázi se pak přidá 5 ml 10 % roztoku chloridu barnatého. Vzniklá sraženina barnaté soli se odstředí a rozmíchá se ve 25 ml 2% roztoku uhličitanu sodného a vyloučený uhličitán barnatý se odfiltruje. Uhličitánový roztok se zneutralizuje a přidá se stejný objem koncentrované kyseliny chlorovodíkové. Vyloučené činidlo ve formě volné kyseliny se odfiltruje, promyje 6 N kyselinou chlorovodíkovou a sraženina se usuší při teplotě nepřesahující 70 °C. Obsah účinné složky v takto připraveném preparátu je až 95 %.

P ř í k l a d 2

Jeden gram běžně dostupného činidla se rozpustí ve 100 ml vody, roztok se okyselí na hodnotu pH 0,5 až 1,0, přidá se 5 ml 10% roztoku chloridu vápenatého. Vyloučená sraženina se odstředí, promyje 0,5% roztokem chloridu vápenatého a nakonec se rozmíchá s 25 ml 2% roztoku uhličitanu sodného. Sraženina uhličitanu vápenatého se odfiltruje, alkalický roztok se okyselí kyselinou chlorovodíkovou na hodnotu pH 6,0 až 7,0 a přidá se stejný objem kon-

centrované kyseliny chlorovodíkové. Vyloučená sraženina se odfiltruje, promyje 6 N kyselinou chlorovodíkovou a rozpustí ve vodě. Z vodného roztoku o hodnotě pH 0,3 až 3,0 se odextrahují substituované hydroxyazobenzeny stejným objemem směsi oktanolu s metylizopropylbenzenem v poměru 1:1. Vodná fáze se odpaří ve vakuové odparce a získá se činidlo ve formě volné kyseliny.

P ř í k l a d 3

Jeden gram surového činidla se rozpustí ve 100 ml vody okyselí na hodnotu pH 0,3 až 3,0. Roztok se extrahuje dvakrát stejným objemem směsi metyl-izobutylketonu a diethylbenzenem v poměru 15:1. K vodné fázi se přidá 5 ml 10% roztoku chloridu barnatého. Vzniklá sraženina barnaté soli se odstředí, rozmíchá se v 50 ml 1% roztoku uhličitanu sodného a vyloučený uhličitán barnatý se odfiltruje. Filtrát se zneutralizuje a přidá se stejný objem koncentrované kyseliny chlorovodíkové. Vyloučená sraženina se odfiltruje, promyje 6 N kyselinou chlorovodíkovou a sraženina se usuší při teplotě nepřevyšující 70 °C. Obsah účinné složky v získaném preparátu je až 95 %.

P ř í k l a d 4

Sraženina vápenaté soli činidla, získaná stejným způsobem jako v příkladu 2 se rozmíchá s 25 ml 1% roztoku uhličitanu sodného. Vyloučená sraženina uhličitanu vápenatého se odfiltruje, alkalický filtrát se zneutralizuje a po přidavku stejného objemu koncentrované kyseliny chlorovodíkové se vysráží činidlo spolu se substituovanými hydroxyazobenzeny. Tato sraženina se odfiltruje a po promytí 6 N kyselinou chlorovodíkovou se rozpustí ve vodě. Po úpravě pH na hodnotu 0,3 až 3,0 se z vodného roztoku odextrahují substituované hydroxyazobenzeny stejným objemem směsi metyl-izooktylketonu s benzenem v poměru 1:1. Vodná fáze se odpaří ve vakuové odparce a získá se čisté činidlo ve formě volné kyseliny. Čistota získaného preparátu je až 97 %.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob čištění surových preparátů 2,7-bis(2,2'-arsonofenylazo)-1,8-dihydroxynaftalen-3,6-disulfonové kyseliny extrakcí, vyznačený tím, že vodný roztok surových preparátů 2,7-bis(2,2'-arsonofenylazo)-1,8-dihydroxynaftalen-3,6-disulfonové kyseliny se podrobí extrakci směsí o poměru 15:1 až 1:1 alifatických alkoholů C₄ až C₈ nebo ketonů C₆ až C₁₀ s aromatickými uhlovodíky C₆ až C₁₀, zejména pak směsí butanolu s benzenem o poměru 9:1, načež se přidavkem solí kovů alkalických zemin vysráží 2,7-bis(2,2'-arsonofenylazo)-1,8-dihydroxynaftalen-3,6-disulfonová kyselina, která se oddělí ve formě nerozpustné soli od zbývajících doprovodných látek.