



GRAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

230291
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
G 01 N 31/16
C 07 D 257/02

(22) Prihlásené 01 12 82
(21) (PV 8622-82)

(40) Zverejnené 25 11 83

(45) Vydané 15 10 86

(75)
Autor vynálezu

ZEMANOVÁ EVA ing., MICHALOVCE, PAJONKOVÁ IRENA,
BABČÁKOVÁ OLGA, ŠVANCAROVÁ MÁRIA, STRÁŽSKE

(54) Spôsob stanovenia vody v nadúvadle

I

Vynález sa týka stanovenia vody v nadúvadle na báze 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánu Fischerovou metódou.

Obsah vody v nadúvadlách na báze 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánu je jedným z kvalitatívnych znakov týchto kompozícií. Význam tohto kvalitatívneho znaku je zvýraznený najmä pri kompozíciách, v ktorých voda figuruje ako flegmatizant, nakoľko tu jestvuje najvyššia závislosť užitočných vlastností nadúvadla na obsahu vody v ňom.

1,5-Endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktán, ako typická N-Mannichova báza, vykazuje pomerne vysokú reaktivitu. Táto jeho vlastnosť limituje aj možnosti stanovenia obsahu vody vo výrobkoch na jeho báze. Sušenie pri teplote do 100 °C sa používa len pri technickej substancii (t. j. gravimetrické stanovenie vody). V prípade kompozícií na báze 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánu však táto klasickú a časovo náročnú metódu už nie je možné použiť. Tu sa potom aplikuje stanovenie vody pomocou azeotropickej destilácie s organickým rozpúšťadlom o teplote varu do 80 °C (napr. lekárenský benzín). Avšak i táto metóda je časovo náročná a je zatiažená značným požiarovým rizikom.

2

Uvedené a iné nedostatky odstraňuje postup podľa tohto vynálezu, podľa ktorého sa na vzorku nadúvadla pôsobí organickým vodorozpustným alkoholom, s výhodou metanolom, v množstve 10 až 50 objem. dielov rozpúšťadla na 1 hmot. diel nadúvacej zmesi, za rovnomerného miešania po dobu 5 až 60 minút pri teplote 0 až 35 °C s nasledujúcim odseparovaním pevných podielov z rezultujúcej suspenzie sedimentáciou a/alebo filtráciou a stanovením obsahu vody v kvapalnom podiele Fischerovou metódou.

Výhodou postupu podľa tohto vynálezu je relatívne rýchle stanovenie obsahu vody v nadúvacej zmesi na báze široko rozšíreného stanovenia vody podľa Fischera, čo činí postup podľa tohto vynálezu snadno dostupným. Postupom podľa tohto vynálezu je možné stanoviť obsah vody v nadúvacích zmesiach, ktoré obsahujú zložky s vysokou afinitou ku vode (napr. vodonerozpustné močovinoformaldehýdové kondenzáty o mólovom pomere močoviny ku formaldehydu 1 : 0,8 až 1 : 1) alebo aktivátory rozkladu 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánu, pri ktorých stanovenie azeotropickou destiláciou nedáva reálne výsledky a aplikácia stanovenia sušením je pre-

dovšetkým z bezpečnostného hľadiska nemožná.

Z vodorozpustných organických rozpúšťadiel sa ako najlepší osvedčil metylalkohol. 1,5-Endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktán, ktorý sa v ňom pri stanovení rozpustí, výsledky analýzy neovplyvní. Na stanovenie nemá tiež výraznejší vplyv mierne zčernal metanolu po realizovanom odseparovaní pevných podielov suspenzie nadúvadla sedimentáciou.

Postup podľa tohto vynálezu nebol doposiaľ popísaný a je dokumentovaný nasledujúcimi príkladmi, ktoré však v žiadnom prípade nevyklučujú možnú variabilitu postupu.

Príklad 1

Do vopred zváženej zábrusovej Erlenmayerovej baňky, opatrenej elektromagnetickým miešadlom, je predložených 50 ml metanolu s obsahom vody 0,03 % hmot. Po zvážení baňky s metanolom je do nej intenzívne miešaného obsahu vnesených 1,5 až 2,5 g nadúvadla. Po 10 minútovom miešaní je obsah baňky ponechaný v klude, kým sa roztok nad sedimentovanými komponentami nadúvadla výrazne nevyčerpá (trvá 25 až 35 minút — max. doba extrakcie je teda 45 minút). Potom je injekčnou striekačkou odobratých cca 2 ml roztoku (extraktu). Diferenčne odvážený extrakt je pridaný do vytitrovaného metanolu v aparátúre pre stanovenie vody podľa Fischera a titrovaný Fischerovým činidlom do bodu ekvivalencie. Treba zdôrazniť, že všetky váženia v rámci tohto stanovenia sú realizované s presnosťou na štyri desatinné miesta.

Obsah vody v nadúvadle je potom počítaný pomocou vzťahov:

Obsah vody v % hmot.

Podľa tohto vynálezu		Azeotropickou destiláciou
metanol	etanol	
16,84	15,76	14,5
16,55	17,01	15,0
16,82	16,43	14,5
16,94	16,19	
16,94	15,98	
16,67	17,23	

Príklad 2

Rovnakým postupom ako v príklade 1, len s návažkom 0,5 g nadúvadla a 15 ml metanolu o obsahu 0,11 % hmot. vody a o teplote 17,6 °C je tromi pracovníčkami realizované stanovenie obsahu vody v komerčnej nadúvacej zmesi na podobnej bá-

$$\% \text{ hmot. vody} = \frac{G_{\text{MeOH}} \cdot (K - P)}{A}$$

$$K = \frac{f \cdot S \cdot 100}{\text{návažok extraktu v mg}}$$

$$P = \frac{f \cdot S \cdot 100}{\text{návažok rozpúšťadla v mg}}$$

kde

f je faktor Fischerovho činidla

S je spotreba Fischerovho činidla

G_{MeOH} je hmotnosť predloženého metanolu

K je obsah (% hmot.) vody v extrakte

A je návažok nadúvadla

V nasledujúcom je prezentovaný výsledok analýzy nadúvacej zmesi laboratórne pripravenej, obsahujúcej (% hmot.) 64,8 % 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánu, 17 % hmot. vodonerozpustného močovinoformaldehydového kondenzátu, 1,3 % aktivátoru dezodorácie a 16,9 perc. vody. Na túto vzorku je pôsobené v zmysle hore uvedeného postupu metanolom o teplote 23,8 °C. Pre porovnanie je realizované stanovenie vody azeotropickou destiláciou pomocou lekárenského benzínu a stanovenie (extrakcia) pomocou etylalkoholu s obsahom vody 0,07 % hmot. a o teplote 20,6 °C, ktorým je v hore uvedenom postupe nahradený metanol. Rozptyl výsledkových hodnôt pri aplikácii etylalkoholu môže byť spôsobený rozpusteným 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánom, pre ktorý je uvedený alkohol jedným z najlepších rozpúšťadiel. Získané výsledky obsahuje tabuľka:

ze, ako bola analyzovaná zmes z príkladu 1. Pri tomto stanovení je vzorka extraktu odobieraná injekčnou striekačkou, opatrenou skleneným filtrom, ihneď po 10 minútach miešania (filter obsahuje náplň jemnej sklenenej vaty). Výsledky prezentuje prehľad (% hmot.):

13,66
13,59
13,96

13,23
13,62
14,00

13,76
13,84
13,71

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob stanovenia vody v nadúvadle na báze 1,5-endometylén-3,7-dinitrózo-1,3,5,7-tetraazacyklooktánu metódou podľa Fischera, vyznačujúci sa tým, že sa na návažok nadúvadla pôsobí vodorozpustným nižším alkoholom s 1 až 5 atómami uhlíka, s výhodou metylalkoholom, v množstve 10 až 50 objemových dielov, s výhodou v množstve

20 až 33,3 objemových dielov alkoholu na 1 hmot. diel nadúvadla po dobu 5 až 60 minút, s výhodou po dobu 10 až 45 minút, pri teplote 0 až 35 °C, s výhodou pri teplote 17,6 až 23,8 °C s nasledujúcim odseparovaním pevných podielov z rezultujúcej suspenzie sedimentáciou a/alebo filtráciou a vytitrovaním vody v kvapalných podieloch.