



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

238795

(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴

G 01 N 27/48

(22) Přihlášeno 12 01 84
(21) PV 260-84

(40) Zveřejněno 15 05 85

(45) Vydáno 15 04 87

(75)

Autor vynálezu

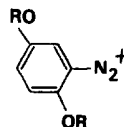
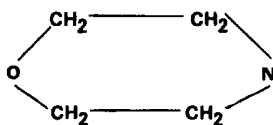
KUBÍAS JIŘÍ ing. CSc., LAKOMÝ JAROSLAV ing. CSc., PARDUBICE

(54) Způsob stanovení 2,5-dialkoxy-4-morfolinylbenzendiazoniových sloučenin

Předmětem vynálezu je způsob stanovení 2,5-dialkoxy-4-morfolinylbenzen-diazoniových sloučenin, jehož podstata spočívá v tom, že se stanovovaný diazoniový kationt zkopuluje přebytkem pasivní komponenty, například acetoacetanilidu při pH 8 až 9 na azosloučeninu a nezreagovaný přebytek pasivní komponenty se stanoví roztokem diazoniové soli aminolátky, přičemž se bod ekvivalence určí kapkovou zkouškou na výtok s pasivní komponentou, nebo potenciometricky na elektrodovém systému zlatá rotační elektroda - nasycená kalomelová elektroda.

Zkoumaná diazoniová sloučenina je jednou z hlavních komponent diazoniových materiálů, citlivých na světlo a náchylných rozkladu.

Vynález řeší způsob stanovení 2,5-dialkoxy-4-morfolinylbenzendiazoniových sloučenin obecného vzorce



kde R je alkyl s 1 až 5 atomy uhlíku.

Tyto látky jsou hlavní komponenty diazografických materiálů citlivých na světlo. Výše uvedené typy látek, které jsou náchylné k rozkladu jak pevné, tak ve vodném prostředí, zvláště na světlo a v nepřítomnosti stabilizátorů jako kyselina citronová, vinná aj. V úvahu přicházející metody jako například polarografie, vystupuje diazoniovou sloučeninu během analýzy působení prostředí, kdy může pokračovat nedefinovaný stupeň rozkladu a za druhé je polarografie metoda relativní, vyžadující referenční standard, jehož příprava je z těchto typů látek prakticky nerealizovatelná.

Nyní byl nalezen způsob stanovení 2,5-dialkoxy-4-morfolinylbenzendiazoniových sloučenin, který je předmětem tohoto vynálezu a jehož podstata spočívá v tom, že se stanovený kationt zkopuluje přebytkem pasivní komponenty, například acetoacetanilidu v alkalickém prostředí při pH 8 až 9 na azosloučeninu a nezreagovaný přebytek pasivní komponenty se stanoví roztokem diazoniové soli aminolátky například diaza-p-toluidinu, přičemž se bod ekvivalence určí kapkovou zkouškou na výtok s pasivní komponentou, nebo potenciometricky na elektrodovém systému zlatá rotační elektroda - nasycená kalomelová elektroda.

Pro toto navrhované stanovení nepřímou kopulační metodou lze jako pasivní komponenty použít acetoacetanilid, hydroxyfenalmočovinu, morfolinopropylamid oxynafteové kyseliny a podobně.

Pro retitraci nadbytku pasivní komponenty lze použít odměrného roztoku diazoniové soli p-toluidinu, m-toluidinu, p-nitroanilinu, m-nitroanilinu aj. Způsob indikace lze zvolit jednak vizuální na výtok s H kyselinou, jednak potenciometrický na elektrodovém systému zlatá rotační elektroda - nasycená kalomelová elektroda.

P ř í k l a d provedení

Příprava zásobního roztoku diaza 2,5-dibutoxy-4-morfolinyl anilinu. Do 100ml odměrné baňky se přesně naváží cca 4 g vzorku, rozpustí v destilované vodě a doplní po značku.

Do 150ml kádinky se nalije 50 ml Britton-Robinsonova pufru α (BEP) = 0,4 mol/l o hodnotě 8,5 pH. Připipetuje se 20 ml roztoku acetoacetanilidu α (AAA) = 0,1 mol/l. Za míchání se připipetuje 20 ml zásobního roztoku diazolátky. Po cca 5minutovém míchání se pH roztoku upraví na hodnotu 9,5. Nezkopulovaný přebytek acetoacetanilidu se titruje roztokem diaza-p-toluidinu α (dpT) = 0,1 mol/l. Bod ekvivalence a nadbytek diaza-p-toluidinu se zjistí na filtračním papíru na výtok s H kyselinou. Výpočet obsahu diazolátky:

$$\% \text{ hmot.} = \frac{(20 - a_d \cdot f_d) \cdot 0,0431502 \cdot 5 \cdot 100}{n}$$

kde a_d je spotřeba odměrného roztoku diaza-p-toluidinu v ml

f_d je faktor odměrného roztoku diaza-p-toluidinu,

n je navážka vzorku v gramech

P R E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob stanovení 2,5-dialkoxy-4-morfolinybenzondiazoniových sloučenin, vyznačený tím, že se stanovovaný diazoniový kationt zkopuluje přebytkem pasivní komponenty, například acetoacetanilidu v alkalickém prostředí při pH 8 až 9 na azosloučeninu a nezreagovaný přebytek pasivní komponenty se stanoví roztokem diazoniové soli aminolátky, například diaza-p-toluidinu přičemž se bod ekvivalence určí kapkovou zkouškou na výtok s pasivní komponentou nebo potenciometricky na elektrodovém systému zlatá rotační elektroda - nasycená kalomelová elektroda.