

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY 100760

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 11.09.75 (P. 183296)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 28.03.77

Opis patentowy opublikowano: 15.03.1979

Int. Cl². G01N 31/16

CELTENIA

Urząd Patentowy
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórca wynalazku: Hanna Trzmielewska
Uprawniony z patentu: Zakłady Azotowe „Kędzierzyn”,
Kędzierzyn (Polska)

Sposób oznaczania kwasu cyjanurowego w cyjanuraniu melaminy

Przedmiotem wynalazku jest sposób oznaczania kwasu cyjanurowego w cyjanuraniu melaminy.

Znanych jest kilka sposobów oznaczania kwasu cyjanurowego w różnych produktach chemicznych.

Sposób wagowy polega na rozpuszczeniu próbki w wodzie, dodaniu wodnego roztworu melaminy, co powoduje wytrącanie się osadu cyjanuranu melaminy, odsączeniu tego osadu, wysuszeniu i zważeniu (Kazar i-nowski S.N., Lebiediew G.I. Trudy Gorkowskiego Politechnicznego Instytutu 11, N 3,52,1955; norma ZN-72/MPCChem. (Az-55).

Sposób miareczkowy polega na rozpuszczeniu próbki w wodzie i odmiareczkowaniu jej w obecności wskaźnika wodnym mianowanym roztworem zasady (Houben-Weyl. Methoden der organischen Chemie Band II. Analytische Methoden, Stuttgart 1953).

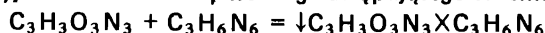
Sposób spektrofotometryczny polega na rozpuszczeniu próbki w wodzie, doprowadzeniu roztworu do odpowiedniego pH i zmierzeniu za pomocą spektrofotometru absorpcji własnej roztworu (Bejcow E.N. Finkel-sztejn A.I. Żurnal Anal. Chirii 748/1962).

Sposób jodometryczny pośredni polega na rozpuszczeniu próbki w wodzie, dodaniu wodnego roztworu soli miedzi, co powoduje wytrącanie się osadu związku miedziowo-cyjanuranowego, odsączeniu tego osadu i jodo-metrycznym oznaczeniu miedzi w oddzielnym związku (Marek R.W. patent USA nr 298645 z 30.05.61).

Sposób nefelometryczny polega na rozpuszczeniu próbki w wodzie, dodaniu wodnego roztworu melaminy, co w przypadku bardzo małej zawartości kwasu cyjanurowego powoduje zmętnienie roztworu, nefelometrycz-nym pomiarze intensywności zmętnienia (Wajnsztejn Ju.I., Palmat I.M. Żukowa L.A. Lab. N 1,20 /1974.).

Wymienione sposoby nadają się do oznaczania zawartości kwasu cyjanurowego jedynie w próbach niezawierających wolnej melaminy, gdyż w tych metodach analitycznych stosuje się roztwory wodne.

W środowisku wodnym kwas cyjanurowy i melamina bardzo łatwo reagują z powstaniem praktycznie nierozpuszczalnego w wodzie cyjanuranu melaminy według następującego schematu reakcji:



Oznaczenie kwasu cyjanurowego w próbach zawierających melaminę z zastosowaniem środowiska wodnego

daje nieprawidłowe wyniki — nie rzeczywistą zawartość kwasu cyjanurowego, a tylko jego nadmiar w stosunku do melaminy. Na przykład gdy próbka wodna zawiera 3 mole kwasu cyjanurowego i 2 mole melaminy, wynik oznaczenia kwasu cyjanurowego w środowisku wodnym może być równy 1 mola (3 mole — 2 mole) wskutek powstania 2 moli cyjanuranu melaminy.

Wymienione metody analityczne nie nadają się do oznaczania zawartości kwasu cyjanurowego w cyjanuranie melaminy w obecności melaminy, gdyż otrzymane wyniki będą nieprawidłowe — zaniżone.

Nieprawidłowości oznaczenia można uniknąć stosując oznaczenie zawartości kwasu cyjanurowego w cyjanuraniu melaminy sposobem według wynalazku.

Istotą wynalazku jest sposób oznaczania kwasu cyjanurowego w cyjanuraniu melaminy za pomocą miareczkowania potencjometrycznego w środowisku niewodnym to znaczy w środowisku pirydyny lub dwumetyloformamidu.

Sposób według wynalazku polega na wykorzystaniu do ilościowego oznaczenia kwasu cyjanurowego jego własności kwasowych w środowisku niewodnym, które nie sprzyja powstawaniu cyjanuranu melaminy i nie reaguje z cyjanuranem melaminy. Analizę przeprowadza się w ten sposób, że do odpowiedniej odważki analizowanego cyjanuranu melaminy dodaje się pirydynę lub dwumetyloformamid, całość miesza aby rozpuścić się kwas cyjanurowy, który następnie odmiareczkuje się potencjometrycznie mianowanym roztworem wodorotlenku potasu w alkoholu. Z objętości roztworu miareczkującego odpowiadającej punktowi równoważnikowemu oblicza się procentową zawartość kwasu cyjanurowego według następującego wzoru:

$$\% \text{ kwasu cyjanurowego} = \frac{V \cdot 29,08 \cdot 0,1 - 100}{1000 \cdot z}$$

V — ilość cm^3 ściśle 0,1 normalnego roztworu wodorotlenku potasu odpowiadająca punktowi równoważnikowemu,

$\frac{129,08}{1000}$ — milirównoważnik kwasu cyjanurowego,

0,1 — normalność roztworu wodorotlenku potasu,

z — odważka cyjanuranu melaminy wzięta do analizy.

Sposób według wynalazku jest szczegółowo omówiony w poniższych przykładach.

Przykład I. Przy zawartości kwasu cyjanurowego w badanym cyjanuraniu melaminy od 0,5% do 5% odważa się odpowiednio od 2 g do 0,5 g z dokładnością $\pm 0,0002$ g w naczynku do miareczkowania, dodaje 40 cm^3 pirydyny i całość miesza się. Po 20 minutach mieszania zanurza się w roztworze elektrody i miareczkuje potencjometrycznie 0,1 normalnym mianowanym alkoholowym roztworem wodorotlenku potasu. Po zakończeniu miareczkowania wyznacza się punkt równoważnikowy, odczytuje objętość roztworu miareczkującego w tym punkcie i podstawia odczytaną wartość do wzoru.

Przykład II. Do próbki jak w przykładzie I dodaje się 40 cm^3 dwumetyloformamidu i całość miesza się. Dalej postępuje się jak w przykładzie I.

Wykonanie analizy sposobem według wynalazku daje dobrą powtarzalność wyników; powtarzalność metody przy zawartości kwasu cyjanurowego w próbce poniżej 1% wynosi 0,12, a przy zawartości od 1% do 10% wynosi 0,30.

Przy zawartości kwasu cyjanurowego w próbce poniżej 2% błąd metody nie przekracza 10%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób oznaczania kwasu cyjanurowego w cyjanuraniu melaminy, metodą miareczkowania potencjometrycznego polegającą na rozpuszczeniu próbki, odmiareczkowaniu jej roztworem zasady i określeniu zawartości kwasu cyjanurowego w zależności od ilości zużytego roztworu miareczkującego, z n a m i e n n y t y m, że próbkę rozpuszcza się w środowisku niewodnym o charakterze zasadowym, korzystnie stosując do rozpuszczenia pirydynę lub dwumetyloformamid w ilości nie mniejszej niż 20-krotny nadmiar w stosunku do wielkości odważki, w którym kwas cyjanurowy i melamina nie tworzą cyjanuranu melaminy, a uzyskaną mieszaninę miareczkuje się alkoholowym roztworem wodorotlenku potasu.