

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

218405

(11)

(B1)

(22) Přihlášeno 04 05 81
(21) (PV 3253-81)

(40) Zveřejněno 30 06 82

(45) Vydáno 15 03 85

(51) Int. Cl.³
G 01 N 21/00
(G 01 N 21/00,
21/25)

(75)

Autor vynálezu

PIKHART JOSEF, PARDUBICE

(54) Způsob stanovení obsahu nečistot ve ftalocyaninu mědi

1

2

Způsob stanovení obsahu nečistot ve ftalocyaninu mědi, spočívající v tom, že se ftalocyanin mědi nejdříve rozloží působením kyseliny dusičné 65 % za varu, potom se směs zředí destilovanou vodou a obsah nečistot se určí buď přímo porovnáním zabarvení směsi s typovým vzorkem, nebo se ze směsi nejprve oddělí pevný produkt, který se usuší, a obsah nečistot se stanoví vážkově nebo spektrofotometricky.

Vynález se týká nové metody na stanovení obsahu nečistot ve ftalocyaninu mědi, která je založena na analytickém zhodnocení produktu štěpení ftalocyaninu mědi koncentrovanou kyselinou dusičnou.

Při syntéze ftalocyaninu mědi na mokré i suché cestě vznikají nežádoucí nečistoty. Tyto ovlivňují významně kvalitu dále vyrobeného pigmentu. Zmíněné nečistoty jsou tvořeny obtížně definovatelnou i stanovitelnou skupinou látek pryskyřičného charakteru.

Dosud byla uveřejněna pouze jediná metoda na stanovení těchto nečistot, která je založena na pozvolné degradaci ftalocyaninu mědi kyselinou sírovou a zředěnou kyselinou dusičnou. Výsledky podle této metody je možno získat za více než 24 hodiny, což je pro provozní účely neúnosně dlouhá doba.

Nyní byla nalezena nová analytická metoda na stanovení obsahu nečistot ve ftalocyaninu mědi po štěpení koncentrovanou kyselinou dusičnou za zvýšené teploty.

Způsob podle tohoto vynálezu spočívá v tom, že se ftalocyanin mědi rozloží krátkodobým působením kyseliny dusičné 65 % za varu a směs se zředí destilovanou vodou. Pro rychlé informativní stanovení obsahu nečistot stačí srovnání zabarvení vzniklého se zabarvením současně rozloženého typového vzorku.

Pro přesnější stanovení se ze směsi odfiltruje krystalický zabarvený štěpný produkt, který se vysuší. Obsah nečistot se pak kvantitativně stanoví vázkově po odstranění těkavého podílu sublimací, nebo spektrofotometricky po rozpuštění vysušeného štěpného produktu v kyselině sírové.

Po krátkodobém napadení ftalocyaninu mědi kyselinou dusičnou za zvýšené teploty a zředěním reakčního roztoku destilovanou vodou se po zchlazení vyloučí směs krystalků, jejichž hlavní složkou je ftalimid. Krystalky jsou hnědě zabarveny nečistotami přítomnými ve zkoušeném vzorku. Vizuálním porovnáním zabarvení s typovým vzorkem je možno ihned získat rychlou kvalitativní informaci o stupni znečištění zkoušeného vzorku.

Dále se mohou vyloučené krystalky zfiltrovat skleněným filtračním kelímkem a po promytí vodou a vysušení při 105 až 110 °C zvážit jakožto celkové množství štěpného produktu. Ze získaného štěpného produktu se nečistoty izolují za zvýšené teploty, čímž se odsublímuje těkavý podíl s hlavní složkou ftalimidem. Jako netěkavý zbytek v kelímku zbývají zmíněné nečistoty.

Vysušený štěpný produkt je možno po rozpuštění v kyselině sírové podrobit spektrofotometrické analýze. Vysušený vzorek štěpného produktu je možno uchovat jako dokladový materiál.

Nově nalezená metoda je rychlá, jednoduchá a spolehlivá. Hodí se zejména pro sledování čistoty ftalocyaninových barviv. Je možno ji pro jednoduchost aplikovat v provozních podmínkách.

Předmět vynálezu je blíže osvětlen v následujících příkladech provedení.

Příklad 1

Do kádinky obsahu 150 ml vysoký tvar se odváží cca 0,5 g vzorku ftalocyaninu mědi. Ztlumeným laboratorním kahanem se nahřeje azbestová síťka. Ke vzorku se přilije 5 ml kyseliny dusičné koncentrované 65 % a kádinka se zakryje hodinovým sklíčkem. Uloží se na azbestovou síťku a po dosažení varu se vaří přesně 1 minutu. Ihned se odstaví a zředí se 50 ml studené destilované vody. Ponechá se stát 12 hodin za teploty laboratoře. Občas se zamíchá.

V této fázi je možno provést porovnání zabarvení s typovým vzorkem barviva stejně rozloženým.

Příklad 2

Štěpný produkt získaný postupem podle příkladu 1, filtrací směsí a usušením pevného podílu při 105 až 110 °C se přesype do zváženého žíhacího kelímku. Kelímek se vloží do elektrické pece a při teplotě 220 stupňů Celsia se nechá vysublímovat těkavý podíl. Žíhání se provádí kontrolovaně do konstantní váhy. Netěkavý zbytek se vyjádří v % jako obsah nečistot.

Příklad 3

Vysušený štěpný produkt se rozpustí v koncentrované kyselině sírové a doplní se na zvolený objem kyselinou sírovou. Současně se rozpustí štěpný produkt srovnávacího vzorku jako standard. Ve vhodné kyvetě se změří na spektrofotometru propustnost obou roztoků při světle vlnové délky 450 až 500 nm. Porovnáním naměřených hodnot propustnosti je možno získat poloquantitativní informaci o stupni znečištění.

Pokud je k dispozici izolovaný zbytek nečistot po sublimaci v dostatečném množství, je možno připravit kalibrační křivku a měření propustnosti provést kvantitativně.

PREDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob stanovení obsahu nečistot ve ftalocyaninu mědi, vyznačený tím, že se ftalocyanin mědi rozloží působením kyseliny dusičné 65 %ⁱ za varu, směs se zředí destilovanou vodou a obsah nečistot se určí porovnáním zabarvení směsi s typovým vzorkem.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se ze směsi po zředění vodou oddělí pevný produkt, který se usuší a obsah nečistot se stanoví vážkově po odstranění těkavých podílů sublimací nebo spektrofotometricky po rozpuštění v kyselině sírové.