



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

245 222

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 17 01 84
(21) (PV 383-84)

(51) Int. Cl.⁴
G 01 N 27/44

(40) Zveřejněno 14 03 85
(45) Vydáno 01 07 88

(75)
Autor vynálezu

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

(54) Způsob stanovení volných aromatických aminů ve vodorozpustných organických barvivech

Řešení se týká analytické metody pro stanovení volných aromatických aminů při rozboru vodorozpustných organických barviv. Metoda spočívá v tom, že se provádí v přítomnosti barviva stanovení aminů potenciometrickou indikací bodu ekvivalence a sledování průběhu diazotace na elektrodovém systému s indikační, například rotační grafitovou elektrodou nebo rotační zlatou elektrodou a nasycenou kalomelovou elektrodou, jakožto srovnávací elektroda. Volné aminy se touto metodou stanoví na desetiny až setiny procenta. Využití přichází v úvahu v chemickém průmyslu.

Vynález se týká způsobu stanovení volných primárních a sekundárních aromatických aminů přítomných ve vodorozpustných organických barvivech.

Při stanovení volných aminů v barvivech záleží na typu barviva a aminu, zda se jedná o látky se solubilizačními skupinami či o látky pigmentového charakteru. Dále je důležité, zda sledovaná reakční skupina je obsažena i v jiných nebo pouze ve sledované látce obsažených v produktu. Správnost a přesnost stanovení tedy záleží na zvolené analytické metodě a specifickém postupu sledování reakčního prostředí pro každé barvivo zvlášť.

Jedna z metod stanovení aromatických aminů v barvivech pigmentového charakteru provádí nejprve extrakci barviva zředěnými anorganickými kyselinami. Vodný výluh aminolátky se poté diazotuje a kopuluje na azobarvivo, jehož intenzita je úměrná koncentraci aminu a porovnává se buď vizuálně, nebo spektrofotometricky pomocí standardů. Jiná metoda vypracovává stanovení sekundárních aminů obsažených v barvivech za použití diazometrické titrace a potenciometrickou indikací na indikační zlaté elektrodě.

U barviv s volnou aminoskupinou se ke stanovení volného aminu používá diferenčně pulzní polarografie. Alifatické aminolátky v barvivech se stanovují plynovou chromatografií. Další metody stanovení aminů v barvivu volí nitrozační titrací amperometricky indikovanou na stacionárním grafitu buď v přítomnosti barviva, nebo tam, kde činidlo nevyvolá žádanou proudovou odezvu na elektrodě, extraktů, které obsahují izolované aminy.

U barviv, které jsou tak jako aminy rozpustné a tudíž nelze zbytkové aminy extrahovat a grafitová stacionární elektroda se přítomností barviva dezaktivuje, nelze výše uvedenou metodu použít.

Nyní byl nalezen způsob stanovení volných aromatických aminů ve vodorozpustných organických barvivech diazotační metodou, který je předmětem tohoto vynálezu a jehož podstata spočívá v tom, že stanovení se provádí v přítomnosti barviva, například potenciometrickou indikací bodu ekvivalence a průběhu diazotace na elektrodovém systému s indikační, například grafitovou rotační elektrodou nebo zlatou rotační elektrodou a srovnávací nasycenou kalomelovou elektrodou.

Touto metodou lze obsah volných aminů stanovit na desetiny až setiny procenta.

Příklad provedení

Do 100 ml kádinky se předloží 50 ml destilované vody, 5 ml koncentrované kyseliny chlorovodíkové a 5 ml koncentrované kyseliny bromovodíkové. Po ustálení potenciálu na elektrodovém systému se přisype 1,5 g reaktivního barviva na bázi kyanurchloridu s azosloučeninou. Po jeho dokonalém rozpouštění a opětovném ustanovení potenciálu se po 0,005 nebo 0,01 ml dávkuje odměrný roztok dusitanu sodného. Jednotlivé dávky činidla a samotný průběh diazotace jsou indikovány na rotační zlaté nebo rotační grafitové elektrodě a současně zaznamenány na registračním přístroji. Po skončení diazotace v bodě ekvivalence se přidá další dávka činidla a po ustavení potenciálu stejná dávka roztoku sledovaného aminu H-kyseliny o cca stejné koncentraci jako činidla. Z průběhu a rychlosti diazotace je usuzováno na identitu aminu. Obsah H-kyseliny se vypočte ze vztahu:

$$\% = \frac{S \cdot f \cdot K}{a}, \text{ kde}$$

S je spotřeba roztoku dusitanu sodného $c(\text{NaNO}_2) = 0,1 \text{ mol/l}$,

f je faktor roztoku dusitanu sodného

K je konstanta, která pro výpočet obsahu H-Kyseliny má hodnotu 3,1931.

a je navážka barviv v gramech.

P R E D M E T V Y N A L E Z U

245 222

Způsob stanovení volných aromatických aminů ve vodorozpustných organických barvivech diazotační metodou, vyznačený tím, že stanovení se provádí v přítomnosti barviva, například potenciometrickou indikací bodu ekvivalence a průběhu diazotace na elektrodovém systému s indikační, například rotační grafitovou elektrodou nebo rotační zlatou elektrodou a srovnávací nasycenou kalomelovou elektrodou.