



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

198 316

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 23 11 78
(21) PV 7656-78

(51) Int. Cl.³ C 07 C 50/26
G 01 J 3/42

(40) Zveřejněno 31 08 79
(45) Vydáno 01 7 82

(75)

Autor vynálezu PICKA KAREL RNDr., NOVÁ VČELNICE a NOVÁČEK LIBOR RNDr. PhDr. CSc., BRNO

(54) Způsob přípravy chloranilanu barnatého

1

Vynález se týká způsobu přípravy chloranilanu barnatého reakcí chloranilanu alkalického kovu s ve vodě rozpustnou barnatou solí ve vodném prostředí.

Známé způsoby přípravy chloranilanu barnatého s vlastnostmi vhodnými pro spektrofotometrické stanovení síranů, vycházející z kyseliny chloranilové, která se připravuje z chloranilu přes chloranilan alkalického kovu, nejčastěji sodný. Při přípravě chloranilanu barnatého pro analytické účely je důležité, aby krystaly produktu měly vhodnou velikost. Zatímco jemně krystalická sraženina, která má hnědou barvu, je pro spektrofotometrická stanovení nepoužitelná, produkt hnědočerné barvy plně vyhovuje. Dosud popsané způsoby přípravy chloranilanu barnatého nevedou spolehlivě k produktu požadovaných kvalit. S cílem zlepšit reprodukovatelnost preparace a zjednodušit ji o stupeň přípravy kyseliny chloranilové, se autoři vynálezu zaměřili na možnost přípravy chloranilanu barnatého z chloranilanu sodného. Tvorba sraženiny chloranilanu barnatého při reakci chloranilanu sodného s chloridem barnatým byla v literatuře zaznamenána. Z popisu vzhledu takto získané sraženiny a z vlastních pokusů autorů vynálezu však vyplývá, že byla připravena pouze evětle hnědá krystalická forma chloranilanu barnatého, nepoužitelná pro analytické účely. Při pokusech autorů vynálezu nepřešla tato forma produktu na požadovanou hnědočernou ani dlouhodobým stáním reakční směsi, ani po několikahodinovém refluxu.

Shora uvedené nedostatky podstatně snižuje postup podle vynálezu. Jeho podstata spo-

198 318

čívá v tom, že se reakce chloranilanu alkalického kovu s rozpustnou barnatou solí provádí v molárním poměru 1 ku 0,9 až 5 v přítomnosti minerální nebo organické kyseliny při teplotě 50 až 100 °C. Podle vynálezu lze získat chloranilan barnatý v krystalické formě použitelné k analytickým účelům srážecí reakcí z chloranilanu alkalického kovu a rozpustné barnaté soli, například chloridu, dusičnanu, octanu, v přítomnosti malého množství kyseliny, s výhodou chlorovodíkové. Přitom v závislosti na teplotě, koncentraci, intenzitě míchání a množství kyseliny vzniká hnědočerná až fialově černá krystalická forma chloranilanu barnatého přímo, nebo přeměnou primárně vzniklé světle hnědé sraženiny při chladnutí reakční směsi.

P ř í k l a d 1

K roztoku 12,0 g chloridu barnatého krystalického (0,049 mol) v 600 ml vody, vyhřátému na 80 °C a okyselenému 3,0 ml koncentrované kyseliny chlorovodíkové se přes filtr přilije 80 °C teplý roztok 10,0 g chloranilanu sodného (0,033 mol) ve 400 ml vody. Reakční směs se pak udržuje při 80 °C za občasného promíchávání ještě 30 minut a pak se ponechá zvolna zchladnout. Další den se produkt odsaje, důkladně se promyje vodou, pak ethanolem a konečně etherem. Suší se při teplotě místnosti. Výtěžek je 12,7 g, tj. 98 % teorie (vztaženo na chloranilan sodný). Produkt tvoří hnědočerné až fialově černé krystaly jehličkovitého tvaru, snadno sedimentující ve vodě a prakticky nerozpustné v organických rozpouštědlech, s obsahem chloranilanu barnatého jako trihydrátu min. 98 %.

P ř í k l a d 2

Postupuje se podle příkladu 1 s tím rozdílem, že se místo 3 ml koncentrované kyseliny chlorovodíkové použije 6 g kyseliny 4-toluensulfonové. Výtěžek a vlastnosti produktu jsou shodné jako u příkladu 1.

P ř í k l a d 3

Postupuje se podle příkladu 1 s tím rozdílem, že se místo 3 ml koncentrované kyseliny chlorovodíkové použije 100 ml kyseliny octové a izolace produktu z reakční směsi se provádí 48 hodin po ukončení temperace reakční směsi na 80 °C. Výtěžek a vlastnosti produktu jsou stejné jako u příkladu 1.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob přípravy chloranilanu barnatého z chloranilanu alkalického kovu a rozpustné barnaté soli ve vodném prostředí, vyznačující se tím, že se reakce chloranilanu alkalického kovu s rozpustnou barnatou solí provádí v molárním poměru 1 ku 0,9 až 5 v přítomnosti minerální nebo organické kyseliny při teplotě 50 až 100 °C.