

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS
PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN
FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 965197 A7**

(12) **JULKISEKSI TULLUT PATENTTIHAKEMUS
PATENTANSÖKAN SOM BLIVIT OFFENTLIG
PATENT APPLICATION MADE AVAILABLE TO THE
PUBLIC**

(21) Patentihakemus - Patentansökan - Patent application **965197**

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification
C10L 1/22
C10M 17/00
G01N 33/22
G01N 33/28

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date **16.06.1995**

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date **23.12.1996**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public **19.02.1997**

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date **13.06.2019**

(86) Kansainvälinen hakemus - **16.06.1995 PCT/EP1995/002341**
Internationell ansökan - International
application

(32) (33) (31) Etuoikeus - Prioritet - Priority

27.06.1994 DE 4422336

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 •BASF Aktiengesellschaft, Carl-Bosch-Strasse 38, 67056 Ludwigshafen, SAKSA, (DE)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 •Schlösser, Ulrike, Germany, SAKSA, (DE)
2 •Beck, Karin Heidrun, Ludwigshafen, SAKSA, (DE)
3 •Raulfs, Friedrich-Wilhelm, Germany, SAKSA, (DE)
4 •Gessner, Thomas, Germany, SAKSA, (DE)
5 •Mayer, Udo, Frankenthal, SAKSA, (DE)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Kolster Oy Ab, Salmisaarenaukio 1, 00180 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning - Title of the invention

Leukotriaryylimetaanien käyttö hiilivetyjen merkitsemiseen
Användning av leukotriarylmetaner för märkning av kolväten

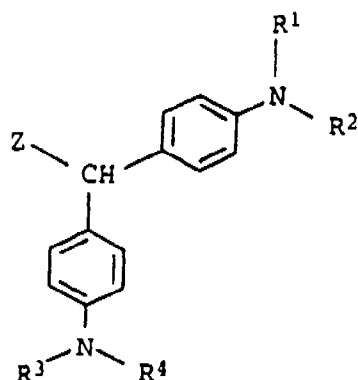
Leukotriaryylimetaanien käyttö hiilivetyjen merkitsemiseen

Selitysosa

Tämä keksintö koskee kaavaa I,

5

10



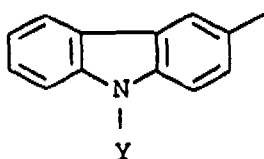
(I)

jossa

15

Z tarkoittaa fenyylliryhmää, joka mahdollisesti on substituoitu, naftyylliryhmää, joka mahdollisesti on substituoitu, tai ryhmää, jonka kaava on

20



jossa Y tarkoittaa C₁₋₁₆-alkyylliryhmää; ja

25

R¹, R², R³ ja R⁴ ovat samoja tai erilaisia ja tarkoittavat kukin – toisistaan riippumattomasti – vetyä, C₁₋₁₆-alkyylliryhmää, jonka ketjun voi katkaista 1 - 4 eetterihappiatio-

30

mia ja joka mahdollisesti on substituoitu, fenyylliryhmää, joka mahdollisesti on substituoitu, tai naftyylliryhmää, joka mahdollisesti on substituoitu; vastaavien leukotriaryylimetaanien käyttöä hiilivetyjen merkintäaineina, edellä mainittuja leukotriaryylimetaaneja sisältäviä hiilivetyjä sekä menetelmää leukotriaryylimetaanien toteamiseksi hiilivedyistä.

35

Tämän keksinnön päämääränä oli tarjota uusia aineita hiilivetyjen merkitsemiseen. Uusien aineiden piti olla helposti saatavissa ja hiilivetyihin liukenevia. Lisäksi

niiden piti olla yksinkertaisella tavalla todettavissa. Jopa hyvin pienet merkintääinemäärät piti silloin kyetä tekemään näkyviksi voimakkaan värireaktion avulla.

5 Niinpä keksittiin, että alussa tarkemmin kuvatut leukotriaryylimetaanit, joilla on kaava I, ovat edullisia aineita hiilivetyjen merkitsemiseen.

Kaikki tässä mainituissa kaavoissa esiintyvät alkyyliryhmät voivat olla joko suoraketjuisia tai haarautuneita.

10 Kun tässä mainituissa kaavoissa esiintyy substituoituja fenyyli- tai naftyyliiryhmiä, kyseiset ryhmät sisältävät yleensä 1 - 3 substituenttia.

Z:n tarkoittaessa substituoitua fenyyli- tai naftyyliiryhmää substituentteina tulevat kysymykseen esimerkiksi C₁₋₁₆-alkyyli- ja C₁₋₁₆-alkoksyyliryhmät, halogeenit, aminoryhmä ja mono- ja di-C₁₋₁₆-alkyyliaminoryhmät.

15 R¹:n, R²:n, R³:n tai R⁴:n tarkoittaessa substituoitua fenyyli- tai naftyyliiryhmää substituentteina tulevat kysymykseen esimerkiksi C₁₋₁₆-alkyyliiryhmät, joiden ketjun voi katkaista 1 - 4 eetterihappiatomia, C₁₋₁₆-alkoksyyliryhmät ja fenoksyyliryhmä.

20 R¹:n, R²:n, R³:n tai R⁴:n tarkoittaessa substituoitua C₁₋₁₆-alkyyliiryhmää substituentteina tulevat kysymykseen esimerkiksi hydroksyyliiryhmä, halogeenit ja syaaniryhmä. Alkyyliryhmät sisältävät silloin yleensä 1 tai 2 substituenttia.

25 R¹, R², R³, R⁴ ja Y ovat esimerkiksi metyyli-, etyyli-, propyyli-, isopropyyli-, butyyli-, isobutyyli-, s-butyyli-, pentyyli-, isopentyyli-, neopentyyli-, t-pentyyli-, heksyyli-, 2-metyylipentyyli-, heptyyli-, oktyyli-, 2-etyyliheksyyli-, iso-oktyyli-, nonyyli-, isononyyli-, dekyyli-, isodekyyli-, undekyyli-, dodekyyli-, tridekyyli-, 3,5,5,7-tetrametyylinonyyli-, isotridekyyli-, tetradekyyli-, pentadekyyli- tai heksadekyyliryhmiä (edellä
35 mainitut nimet iso-oktyyli, isononyyli, isodekyyli ja iso-

tridekyyli ovat triviaalinimiä ja on johdettu oksosynteesillä aikaansaataavista alkoholeista; ks. Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 5. painos, osa A1, s. 290 - 293 ja osa A10, s. 284 ja 285).

- 5 R^1 , R^2 , R^3 ja R^4 voivat olla lisäksi esimerkiksi 2-metoksietyyli-, 2-etoksietyyli-, 2-propoksietyyli-, 2-isopropoksietyyli-, 2-butoksietyyli-, 2- tai 3-metoksi-
propyyli-, 2- tai 3-etoksipropyyli-, 2- tai 3-propoksi-
propyyli-, 2- tai 4-metoksibutyli-, 2- tai 4-etoksibutyli-,
10 2- tai 4-propoksibutyli-, 3,6-dioksaheptyyli-, 3,6-diok-
sioktyyli-, 4,8-dioksanonyyli-, 3,7-dioksaoktyyli-, 3,7-
dioksanonyyli-, 4,7-dioksaoktyyli-, 4,7-dioksanonyyli-, 2-
tai 4-butoksibutyli-, 4,8-dioksadekyyli-, 4,7-dioksaunde-
kyyli-, 3,6,9-trioksadekyyli-, 3,6,9-trioksaundekyyli-,
15 3,6,9-trioksadodekyyli-, 4,7,10-trioksaundekyyli-, 3,6,9,-
12-tetraoksatridekyyli-, 3,6,9,12-tetraoksatetradekyyli-,
2-hydroksietyyli-, 2-kloorietyyli-, 2-syaanietyyli-, 2-
tai 3-hydroksi-
propyyli-, 2- tai 3-klooripropyyli-, 2-
tai 3-syaanipropyyli-, 2- tai 4-hydroksibutyli-, 2- tai
20 4-klooributyli-, 2- tai 4-syaanibutyli-, 5-hydroksipen-
tyyli-, 5-klooripentyli-, 5-syaanipentyli-, 6-hydroksi-
heksyyli-, 6-klooriheksyyli- tai 6-syaaniheksyyli-ryhmiä.

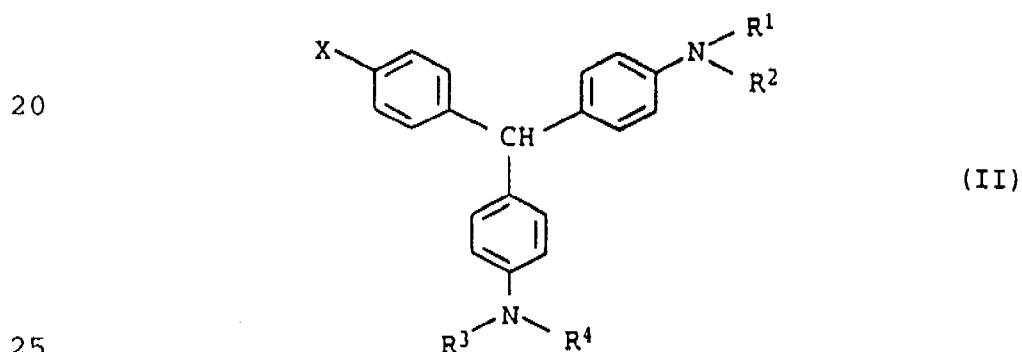
- Sopivia substituentteja ryhmään Z ovat jo mainittu-
jen C_{1-16} -alkyyli-ryhmien ohella esimerkiksi fluori, kloori,
25 bromi sekä mono- ja dimetyyliamino-, mono- ja dietyyliami-
no-, mono- ja dipropyliamino-, mono- ja di-isopropyli-
amino-, mono- ja dibutyliamino-, mono- ja dipentyliami-
no-, mono- ja diheksyyliamino-, mono- ja diheptyyliamino-,
mono- ja dioktyyliamino-, mono- ja bis(2-etyyliheksyyli)-
30 amino-, mono- ja dinonyyliamino-, mono- ja didekyyliami-
no-, mono- ja diundekyyliamino-, mono- ja didodekyyliami-
no-, mono- ja ditridekyyliamino-, mono- ja ditetradekyyli-
amino-, mono- ja dipentadekyyliamino-, mono- ja diheksade-
kyyliamino-, N-metyyli-N-etyyliamino-, metoksyli-, etok-
35 syyli-, propoksyli-, isopropoksyli-, butoksyli-, isobu-

toksyyli-, s-butoksyyli-, pentyylioksi-, isopentyylioksi-, neopentyylioksi-, t-pentyylioksi-, heksyylioksi-, 2-metyyli-pentyylioksi-, heptyylioksi-, oktyylioksi-, 2-etyyliheksyylioksi-, iso-oktyylioksi-, nonyylioksi-, isononyylioksi-,
 5 dekyylioksi-, isodekyylioksi-, undekyylioksi-, dodekyylioksi-, tridekyylioksi-, 3,5,5,7-tetrametyylinonyylioksi-, isotridekyylioksi-, tetradekyylioksi-, pentadekyylioksi- ja heksadekyylioksiryhmä.

Hiilivetyjen merkitsemiseen käytetään edullisesti
 10 leukotriaryylimetaaneja, joilla on kaava I, jossa Z tarkoittaa mahdollisesti substituotua fenyyliä.

Lisäksi hiilivetyjen merkitsemiseen käytetään edullisesti leukotriaryylimetaaneja, joilla on kaava I, jossa R^1 , R^2 , R^3 ja R^4 tarkoittavat kukin – toisistaan riippumattomasti – C_{1-6} -alkyyliä.
 15

Erityisen edullisesti hiilivetyjen merkitsemiseen käytetään leukotriaryylimetaaneja, joilla on kaava II,



jossa X tarkoittaa vetyä, aminoryhmää tai mono- tai di- C_{1-6} -alkyyliaminoryhmää ja kullakin symboleista R^1 , R^2 , R^3 ja R^4 on yllä mainittu merkitys.

Aivan erityisen edullisesti hiilivetyjen merkitsemiseen käytetään leukotriaryylimetaaneja, joilla on kaava II, jossa X tarkoittaa vetyä tai di- C_{1-6} -alkyyliaminoryhmää, erityisesti dimetyyliaminoryhmää, ja R^1 , R^2 , R^3 ja R^4 tarkoittavat kukin – toisistaan riippumattomasti – C_{1-6} -alkyyliä, erityisesti metyyliä.
 30

Kaavan I mukaiset leukotriaryylimetaanit ovat si-
nänsä tunnettuja, ja niitä on kuvattu esimerkiksi teokses-
sa K. Venkataraman, The Chemistry of Synthetic Dyes, osa
II, Academic Press, New York 1952, tai voidaan valmistaa
5 esimerkiksi mainitussa teoksessa kuvatuilla menetelmillä.

Leukotriaryylimetaani, jolla on kaava II, jossa X
on vety ja R^1 , R^2 , R^3 ja R^4 ovat metyyli-ryhmiä, on leukoma-
lakiittivihreä ja leukotriaryylimetaani, jolla on kaava
II, jossa X on dimetyyliaminoryhmä ja R^1 , R^2 , R^3 ja R^4 ovat
10 metyyli-ryhmiä, on leukokristallivioletti.

Merkitsemisellä tarkoitetaan keksinnön mukaisessa
mielessä kaavan I mukaisten leukotriaryylimetaanien lisää-
mistä hiilivetyihin sellaiseksi pitoisuudeksi, joka värjää
hiilivedyt niin, että ihmissilmä ei kykene lainkaan tai
15 kykenee vain heikosti havaitsemaan värin, mutta kaavan I
mukaiset leukotriaryylimetaanit ovat silloin kuitenkin
helposti ja selvästi havaittavalla tavalla detektoitavissa
tässä tarkemmin kuvatuilla toteamismenetelmillä.

Tämä keksintö koskee lisäksi hiilivetyjä, jotka
20 sisältävät yhtä tai useampaa kaavan I mukaista leukotri-
aryylimetaania. Kaavan I mukaisten leukotriaryylimetaanien
pitoisuus hiilivedyissä on tällöin yleensä 1 - 500 ppm,
edullisesti 5 - 50 ppm ja erityisesti noin 40 ppm.

Hiilivedyillä tarkoitetaan keksinnön mukaisessa
25 mielessä alifaattisia ja aromaattisia hiilivetyjä, jotka
ovat normaaliolosuhteissa nestemäisessä olomuodossa, esi-
merkiksi pentaania, heksaania, heptaania, oktaania, iso-
oktaania, bentseeniä, tolueenia, ksyleeniä, etyylibentsee-
niä, tetraliinia, dekaliinia, dimetyyli-naftaleenia, di-
30 isopropyli-naftaleenia, klooribentseeniä ja diklooribent-
seeniä. Niitä ovat erityisesti mineraaliöljyt, esimerkiksi
polttoaineet, kuten bensiini, petroli ja dieselöljy, ja
öljyt, kuten lämmitysöljy ja moottoriöljy.

Kaavan I mukaiset leukotriaryylimetaanit soveltuvat
35 erityisesti sellaisten mineraaliöljyjen merkitsemiseen,

jotka vaativat tunnistusmerkintää esimerkiksi verotuksellisista syistä. Tunnistusmerkinnän kustannusten pitämiseksi pieninä merkitsemisessä pyritään tällöin käyttämään mahdollisimman pieniä määriä merkintäainetta.

5 Kaavan I mukaisia leukotriaryylimetaaneja käytetään hiilivetyjen merkitsemiseen joko sellaisenaan tai liuosten muodossa. Liuotteiksi soveltuvat orgaaniset liuotteet. Edullisesti käytetään aromaattisia hiilivetyjä, kuten toluenia, ksyleeniä, dodekyylibentseeniä, di-isopropyylinaftaleenia tai korkeampien aromaattisten hiilivetyjen seoksena, jota on kaupan nimellä Shellsol^R AB (Shell-yhtiö). Jotta vältetään tuloksena olevien liuosten viskositeetin muodostuminen korkeaksi, leukotriaryylimetaanin I pitoisuudeksi valitaan yleensä 20 - 80 paino-% liuoksen massasta laskettuna.

15 Liukoisuuden parantamiseksi voidaan käyttää lisäksi myös apuliuotteita, esimerkiksi alkoholeja, kuten metanolia, etanolia, propanolia, isopropanolia, butanolia, isobutanolia, pentanolia, heksanolia, heptanolia, oktanolia, 20 2-etyyliheksanolia tai sykloheksanolia, glykoleja, kuten butyylieteeniglykolia tai metyylipropeeniglykolia, amiineja, kuten trietyyliamiinia, di-iso-oktyyliamiinia, disykloheksyyliamiinia, aniliinia, N-metyylianiiliinia, N,N-dimetyylianiiliinia, toluidiinia tai ksylidiiniä, alkanoli- 25 amiineja, kuten 3-(2-metoksietoksi)propyyliamiinia, o-kresolia, m-kresolia tai p-kresolia, ketoneja, kuten dietyyliketonia tai sykloheksanonia, laktoneja, kuten γ -butyrolaktonia, karbonaatteja, kuten etyleenikarbonaattia tai propyleenikarbonaattia, fenoleja, kuten t-butyylifenolia tai nonyyylifenolia, estereitä, kuten ftaalihapon metyyli-, 30 etyyli- tai 2-etyyliheksyyliesteriä, etyyliasetaattia, butyyliasetaattia tai sykloheksyyliasetaattia, amideja, kuten N,N-dimetyyliformamidia, N,N-dietyyliasetamidia tai N-metyylipyrrolidonia, tai niiden seoksia.

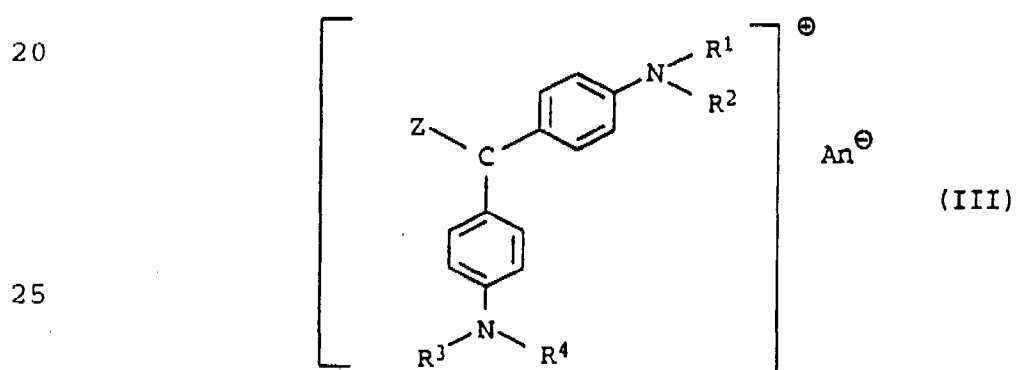
Keksinnön mukaisesti käytettävien kaavan I mukais-
ten leukotriaryylimetaanien avulla on mahdollista todeta
merkityt hiilivedyt hyvin yksinkertaisesti jopa silloin,
kun – kuten jo edellä mainittiin – merkintäaineiden pitoi-
5 suus niissä on vain noin 10 ppm tai pienempikin.

Monissa tapauksissa on myös edullista käyttää mer-
kintäaineina useamman kaavan I mukaisen leukotriarylime-
taanin seoksia.

Merkintäaineina käytettävien kaavan I mukaisten
10 leukotriaryylimetaanien läsnäolo todetaan hiilivedyistä
edullisesti käsittelemällä merkitty hiilivety hapetteella
ja mahdollisesti protonihapolla veden ollessa läsnä.

Tämä käsittely johtaa selvästi havaittavissa ole-
vaan värireaktioon, ja leukotriaryylimetaani I siirtyy
15 leukotriaryylimetaaniväriin muodostaessaan vettä sisältä-
vään.

Muodostuva leukotriaryylimetaaniväri vastaa tällöin
kaavaa III,



jossa kullakin symboleista Z, R¹, R², R³ ja R⁴ on edellä
mainittu merkitys ja An[⊖] tarkoittaa anioniekvivalenttia
30 (esim. sulfaattia, vetysulfaattia, fosfaattia, vetyfos-
faattia, divetyfosfaattia, nitraattia, asetaattia, lak-
taattia tai sitraattia).

Sopivia hapetteita ovat esimerkiksi tavanomaiset,
sinänsä tunnetut epäorgaaniset ja orgaaniset hapetteet,
35 kuten alkalimetallipermanganaatit, esimerkiksi kalsiumper-

manganaatti, ammoniumdikromaatti, alkalimetallidikromaatit, esimerkiksi natrium- ja kaliumdikromaatti, ammoniumperoksodisulfaatti, alkalimetalliperoksodisulfaatit, esimerkiksi natrium- ja kaliumperoksodisulfaatti, kaliumperoksomonosulfaatti, rauta(III)suolat, esimerkiksi rauta(III)kloridi ja rauta(III)sulfaatti, vetyperoksidi (yhdessä sopivien katalyyttien kanssa), kinonit, esimerkiksi 2,3-dikloori-5,6-disyaanibentsokinoni ja 2,3,5,6-tetraklooribentsokinoni, natriumperboraatti ja cerium(IV)suolat, esimerkiksi cerium(IV)sulfaatti.

Hapetteita voidaan käyttää niiden laadusta riippuen joko vettä sisältävinä liuoksina (epäorgaaniset hapetteet) tai johonkin orgaaniseen liuotteeseen liuotettuina (orgaaniset hapetteet). Sopivia orgaanisia liuotteita ovat esimerkiksi tolueeni, ksyleeni, sykloheksanoni, asetofenoni, γ -butyrolaktoni, 2-etyyliheksyyliasetaatti ja ftaalihappo-esterit.

Orgaanisia hapetteita käytettäessä läsnä on vettä sisältävää laimeaa happoa, esimerkiksi vettä sisältävää 5 - 30-painoprosenttista etikkahappoa. Myös epäorgaanisia hapetteita käytettäessä läsnä voi olla happoa, esimerkiksi rikkihappoa.

Hapetteen pitoisuus vettä sisältävässä tai orgaanisessa liuoksessa on tavanomaisesti 0,001 - 5 paino-%, edullisesti 0,01 - 1 paino-%, kulloisenkin liuoksen massasta laskettuna.

Epäorgaanisten hapetteiden vettä sisältäviä liuoksia käytettäessä hapon määrä voi olla vähäinen, esimerkiksi muutamia pisaroita.

Orgaanisia hapetteita käytettäessä hapon määrä, esimerkiksi vettä sisältävän 5 - 30-painoprosenttisen etikkahapon määrä, on suurempi, koska hapon sisältämä vesi toimii vesifaasina. Tässä tapauksessa on suositeltavaa valita vettä sisältävän hapon määrä sellaiseksi, että se vastaa suurin piirtein tutkittavan hiilivedyn määrää.

Yleensä se, että noin 1 - 5 ml keksinnön mukaisesti leimattua hiilivetyä käsitellään 2 - 10 ml:lla liuosta, joka sisältää orgaanista hapetetta orgaanisessa liuotteessa, ja 1 - 5 ml:lla vettä sisältävää happoa tai 1 - 5 ml:lla epäorgaanisen hapetteen vettä sisältävää liuosta, mahdollisesti hapon ollessa läsnä, 10 - 100 °C:n lämpötilassa, edullisesti lämpötilassa 20 - 80 °C, on riittävää värireaktion aikaansaamiseksi. Käsittely tehdään tällöin edullisesti ravistamalla hiilivetyfaasia vettä sisältävän faasin kanssa.

Keksinnön mukaisesti käytettävät leukotriaryylime-taanit ovat helposti saatavissa ja hiilivetyihin hyvin liukenevia. Lisäksi ne voidaan todeta yksinkertaisella tavalla, ja jopa hyvin pienet merkintäainemäärät kyetään tällöin tekemään näkyviksi voimakkaan värireaktion avulla.

Seuraavien esimerkkien tarkoituksena on valaista keksintöä tarkemmin.

Esimerkki 1

Liuos (2 ml), joka sisälsi 10 ppm leukokristalliviolettiä ksyleenissä, sekoitettiin liuoksen (3,5 ml) kanssa, joka sisälsi 50 ppm 2,3-dikloori-5,6-disyaanibentsokinonia ksyleenissä, ja minuutin kuluttua seosta ravistettiin 20-painoprosenttisen etikkahapon (2 ml) kanssa, kunnes väriaine oli liuennut täydellisesti vettä sisältävään faasiin. Vettä sisältävällä faasilla oli voimakas violetti väri.

Esimerkki 2

Liuos (2 ml), joka sisälsi 10 ppm leukomalakiittivihreää ksyleenissä, sekoitettiin liuoksen (3,5 ml) kanssa, joka sisälsi 50 ppm 2,3-dikloori-5,6-disyaanibentsokinonia ksyleenissä, ja minuutin kuluttua seosta ravistettiin 20-painoprosenttisen etikkahapon (2 ml) kanssa, kunnes väriaine oli liuennut täydellisesti vettä sisältävään faasiin. Vettä sisältävällä faasilla oli voimakas vihreä väri.

Esimerkki 3

Liuos (2 ml), joka sisälsi 10 ppm leukokristalliviolettiä tavanomaisessa kaupallisessa dieselöljyssä, sekoitettiin liuoksen (3,5 ml) kanssa, joka sisälsi 0,05 paino-% 2,3-dikloori-5,6-disyaanibentsokinonia ksyleenisä, ja minuutin kuluttua seosta ravistettiin 20-painoprosenttisen etikkahapon (2 ml) kanssa, kunnes väriaine oli liuennut täydellisesti vettä sisältävään faasiin. Vettä sisältävällä faasilla oli voimakas violetti väri.

10 **Esimerkki 4**

Liuos (2 ml), joka sisälsi 10 ppm leukomalakiittivihreää tavanomaisessa kaupallisessa dieselöljyssä, sekoitettiin liuoksen (3,5 ml) kanssa, joka sisälsi 0,05 paino-% 2,3-dikloori-5,6-disyaanibentsokinonia ksyleenisä, ja minuutin kuluttua seosta ravistettiin 20-painoprosenttisen etikkahapon (2 ml) kanssa, kunnes väriaine oli liuennut täydellisesti vettä sisältävään faasiin. Vettä sisältävällä faasilla oli voimakas vihreä väri.

Esimerkki 5

20 Liuosta (2 ml), joka sisälsi 0,1 paino-% leukokristalliviolettiä tolueenissa, ravistettiin rauta(III)kloridin 0,1-painoprosenttisen vesiliuoksen (1,5 ml) kanssa 15 sekuntia ja seos kuumennettiin lämpötilaan 70 °C. Vettä sisältävässä faasissa oli havaittavissa selvä sinivioletti väri.

Esimerkki 6

30 Liuosta (2 ml), joka sisälsi 0,1 paino-% leukokristalliviolettiä tolueenissa, ravistettiin natriumperokso-disulfaatin 0,1-painoprosenttisen vesiliuoksen (1,5 ml) kanssa 15 sekuntia ja seos kuumennettiin 70 °C:n lämpötilaan. Vettä sisältävässä faasissa oli havaittavissa selvä sinivioletti väri.

Esimerkki 7

35 Liuosta (2 ml), joka sisälsi 0,1 paino-% leukokristalliviolettiä tolueenissa, ravistettiin kaliumpermanga-

naatin 0,1-painoprosenttisen vesiliuoksen (1,5 ml) ja 10-painoprosenttisen rikkihapon (2 pisaraa) kanssa 15 sekuntia. Kaliumpermanganaatin ominaisväri väheni ja vettä sisältävässä faasissa ilmeni selvä sinivioletti väri.

5

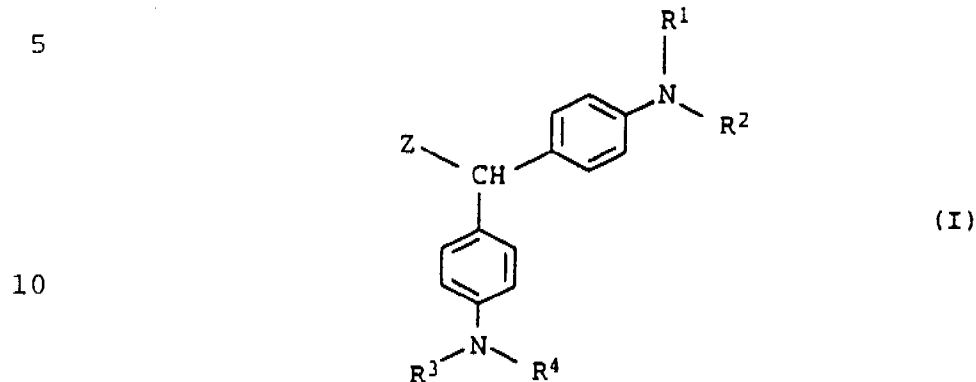
Esimerkki 8

Liuosta (2 ml), joka sisälsi 0,1 paino-% leukokristalliviolettiä tolueenissa, ravistettiin kaliumpermanganaatin 0,1-painoprosenttisen vesiliuoksen (1,5 ml) ja 10-painoprosenttisen rikkihapon (2 pisaraa) kanssa 15 sekuntia ja seos kuumennettiin lämpötilaan 70 °C. Vettä sisältävässä faasissa oli havaittavissa selvä sinivioletti väri.

10

Patenttivaatimukset

1. Kaavaa (I),



jossa

Z tarkoittaa fenyyli-ryhmää, joka mahdollisesti on substituoitu, naftyyli-ryhmää, joka mahdollisesti on substituoitu, tai ryhmää, jonka kaava on



jossa Y tarkoittaa C₁₋₁₆-alkyyli-ryhmää; ja

R¹, R², R³ ja R⁴ ovat samoja tai erilaisia ja tarkoittavat kukin – toisistaan riippumattomasti – vetyä, C₁₋₁₆-alkyyli-ryhmää, jonka ketjun voi katkaista 1 - 4 eetterihappiatomia ja joka mahdollisesti on substituoitu, fenyyli-ryhmää, joka mahdollisesti on substituoitu, tai naftyyli-ryhmää, joka mahdollisesti on substituoitu; vastaavien leukotriaryylimetaanien käyttö hiilivetyjen merkintäaineina.

30 2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen leukotriaryylimetaanien käyttö, t u n n e t t u siitä, että Z tarkoittaa fenyyli-ryhmää, joka mahdollisesti on substituoitu.

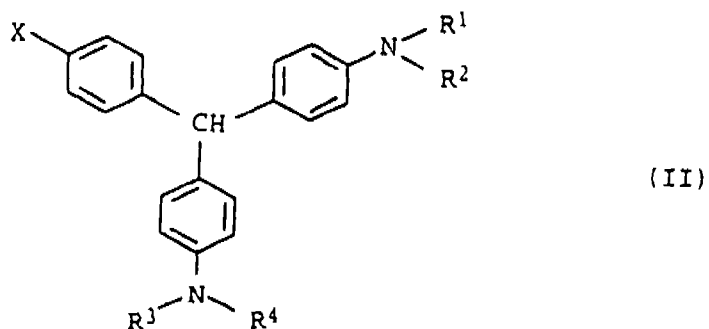
3. Patenttivaatimuksen 1 mukainen leukotriaryylimetaanien käyttö, t u n n e t t u siitä, että R¹, R², R³ ja

R^4 tarkoittavat kukin - toisistaan riippumattomasti - C_{1-6} -alkyyliiryhmää.

4. Patenttivaatimuksen 1 mukainen sellaisten leukotriaryylimetaanien käyttö, joilla on kaava (II),

5

10



15

jossa X tarkoittaa vetyä, aminoryhmää tai mono- tai di- C_{1-16} -alkyyliaminoryhmää ja kullakin symboleista R^1 , R^2 , R^3 ja R^4 on patenttivaatimuksessa 1 mainittu merkitys.

5. Hiilivedyt, t u n n e t u t siitä, että ne sisältävät yhtä tai useampaa patenttivaatimuksen 1 mukaista leukotriaryylimetaania, jolla on kaava (I).

20

6. Menetelmä patenttivaatimuksen 1 mukaisten, kaavaa (I) vastaavien leukotriaryylimetaanien läsnäolon toteamiseksi hiilivedyistä, t u n n e t t u siitä, että merkitty hiilivety käsitellään hapetteella ja mahdollisesti protonihapolla veden ollessa läsnä.