



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

202 343

(11) (B1)

(51) Int. Cl.³

G 01 N 33/00

(22) Přihlášeno 12 10 78

(21) PV 6639-78

(40) Zveřejněno 30 04 80

(45) Vydáno 30 08 82

(75)

Autor vynálezu

KÖRBL JIŘÍ, Ing., JANČIK, FEDIR, RNDr., CSc. a CHAVEL KAREL, Praha

(54) Způsob stanovení 3-(5-nitro-2-furyl)-akrylové kyseliny

1

Vynález se týká způsobu stanovení 3-(5-nitro-2-furyl)akrylové kyseliny, které se používá v potravinářském průmyslu jako konzervační látky, většinou ve formě sodné soli, krystalující jako trihydrát. Pro některé účely, zejména ve vinařství, je vhodné kombinovat tuto sůl s jinými látkami, které zvyšují trvanlivost vína. Zvláště vhodná je směs s dvojsodnou solí kyseliny ethylendiamin-tetraoctové a disířičitanem sodným. Tato směs s přísadkou hydrogenuhličitanu sodného se vyrábí ve formě šumivých tablet určených ke konzervaci vína.

Stanovení 3-(5-nitro-2-furyl)-akrylové kyseliny v substanci sodné soli se podle výrobní normy provádí titrací v bezvodém prostředí kyselinou chloristou (titruje se sodík). Jiný způsob stanovení podle této normy spočívá ve stanovení dusíku Kjeldahlovou metodou. Uvedené postupy není možno vzhledem k dalším komponentům aplikovat na výše uvedené přípravky.

Bylo zjištěno, že v substanci sodné soli kyseliny 3-(5-nitro-2-furyl)-akrylové je možno jmenovanou kyselinu pohodlně stanovit tak, že se její vodný roztok okyslí minerální kyselinou, s výhodou kyselinou chlorovodíkovou a uvolněná kyselina 3-(5-nitro-2-furyl)-akrylová se vytřepe do vhodného rozpouštědla. Zejména se osvědčila směs n-butanolu a eteru. Pro zlepšení rozdělovacího koeficientu je výhodné nasytit vodný roztok

2

chloridem sodným. Organická fáze se částečně odpaří, k odparku se přidá rozpouštědlo mísitelné s vodou, s výhodou ethanol a kyselina se titruje odměrným roztokem hydroxidu alkalického kovu.

Jak se však ukázalo, není možno tento jednoduchý postup aplikovat u směsí, které obsahují siřičitan nebo disířičitan sodný a hydrogenuhličitan sodný. Rozpuštěním takových směsí v malém množství vody vzniká čirý žlutý roztok, ze kterého při okyselení minerální kyselinou uniká kyslíčník siřičitý a uhličitý, aniž by se však vylučovala nerozpustná kyselina, jako je tomu v nepřítomnosti siřičitanu. Z tohoto roztoku nelze rovněž vytřepat 3-(5-nitro-2-furyl)-akrylovou kyselinu do organické fáze. Při bližším studiu bylo nalezeno, že vzniká adukt kyseliny s kyslíčníkem siřičitým, který je velmi dobře rozpustný ve vodě. Tvorby aduktu se zřejmě zúčastňuje dvojná vazba kyseliny. Rozklad aduktu tak, aby vznikla opět 3-(5-nitro-2-furyl)-akrylová kyselina se za podmínek analytického zpracování nezdařil.

Bylo však zjištěno, že je možné se vyhnout tvorbě aduktu, postupuje-li se podle tohoto vynálezu, týkajícího se způsobu stanovení 3-(5-nitro-2-furyl)-akrylové kyseliny v substanci její sodné soli, zejména ve směsi se siřičitany a hydrogenuhličitany alkalických kovů, například v přípravcích pro konzervaci vína.

Podstata tohoto způsobu spočívá v tom, že se vzorek zkoumané substance rozpouští ve zředěné minerální kyselině nasycené chloridem sodným, s výhodou v 10 %ní kyselině chlorovodíkové, uvolněná kyselina 3-(5-nitro-2-furyl)-akrylová se izoluje extrakcí organickým rozpouštědlem nemísitelným s vodou nebo směsí takových rozpouštědel, například směsí n-butanolu s etherem v objemovém poměru 1:3, získaný extrakt se odpaří na 20 až 30 % původního objemu, doplní opět na původní objem organickým rozpouštědlem mísitelným s vodou, například ethanolem, a přítomná kyselina 3-(5-nitro-2-furyl)-akrylová se stanoví alkalimetry, například odměrným roztokem hydroxidu sodného za potenciometrické indikace.

Účelně se k extrakci kyseliny 3-(5-nitro-2-furyl)-akrylové používá jako směsí organických rozpouštědel nemísitelných s vodou n-butanolu s etherem v objemovém poměru 1:3 a jako rozpouštědla mísitelného s vodou ethanolu.

Za uvedených podmínek se zabrání tvorbě aduktu kyslíčnicku siřičitého s kyselinou 3-(5-nitro-2-furyl)-akrylovou a analýza je možno dokončit stejným způsobem jako u substance nitrofurylakrylanu sodného.

Způsob stanovení podle vynálezu je jednoduchý, rychlý a reprodukovatelný a dává dobré výsledky.

Příklad provedení

Stanovení trihydrátu sodné soli 3-(5-nitro-2-furyl)-akrylové kyseliny v přítomnosti siřičitanu a hydrogenuhlčitanu sodného v tabletách přípravku na konzervaci vína:

30 ml 10 %ní chlorovodíkové kyseliny se nasytí tuhým chloridem sodným a z tohoto roztoku se odměří 20 ml do dělicí nálevky objemu 100 ml. Naváží se okolo 1,5 g roztřené vzorku tablet přípravku a navážka se vsype do dělicí nálevky. Po proběhnutí reakce, při které uniká kysličník uhličitý a siřičitý, se roztok vytřepává směsí 10 ml n-butanolu a 30 ml etheru. Vodná vrstva se po oddělení v druhé dělicí nálevce znovu vytřepe stejnou směsí rozpouštědel. Organické podíly se spojí, vytřepou 2krát po 5 ml nasyceného vodného roztoku chloridu sodného, převedou do titrační nádoby a na vodní lázni se odpaří ether. K odparku se přidá 30 ml ethanolu a roztok se titruje 0,1 N hydroxidem sodným potenciograficky s použitím skleněné a kalomelové elektrody.

1 ml 0,1 N hydroxidu sodného odpovídá 0,0259 g trihydrátu sodné soli 3-(5-nitro-2-furyl)-akrylové kyseliny. Výsledek se přepočítá na průměrnou váhu jedné tablety.

Poznámka: stejným způsobem je možno provést stanovení v substanci trihydrátu sodné soli kyseliny 3-(5-nitro-2-furyl)-akrylové s navážkou 100 až 150 mg.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob stanovení 3-(5-nitro-2-furyl)akrylové kyseliny v substanci její sodné soli, zejména ve směsi se siřičitany a hydrogenuhlčitany alkalických kovů, například v přípravcích pro konzervaci vína, vyznačující se tím, že se vzorek zkoumané substance rozpouští ve zředěné minerální kyselině nasycené chloridem sodným, s výhodou v 10 %ní kyselině chlorovodíkové, uvolněná kyselina 3-(5-nitro-2-furyl)-akrylová se izoluje extrakcí organickým rozpouštědlem nemísitel-

ným s vodou nebo směsí takových rozpouštědel, například směsí n-butanolu s etherem v objemovém poměru 1:3, získaný extrakt se odpaří na 20 až 30 % původního objemu, doplní opět na původní objem organickým rozpouštědlem mísitelným s vodou, například ethanolem, a přítomná kyselina 3-(5-nitro-2-furyl)-akrylová se stanoví alkalimetry, například odměrným roztokem hydroxidu sodného za potenciometrické indikace.