

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

219824

(11)

(B1)

(22) Přihlášeno 05 03 81
(21) (PV 1580-81)

(40) Zveřejněno 30 07 82

(45) Vydáno 15 10 85

(51) Int. Cl.³
G 01 N 31/08

(75)

Autor vynálezu

FRANC JAROSLAV ing. CSc., PARDUBICE

(54) Způsob stanovení naftalensulfonové kyseliny vedle
nitronaftalensulfonových kyselin

1

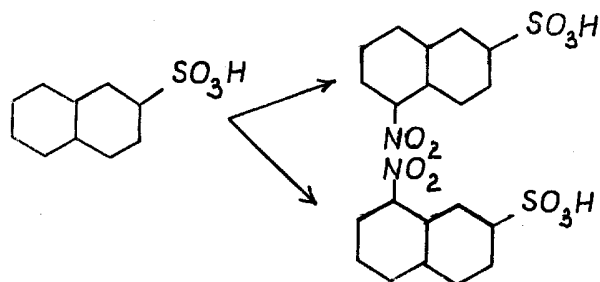
2

Způsob stanovení naftalensulfonové kyseliny vedle směsi nitronaftalensulfonových kyselin tak, že se tyto kyseliny převedou tavením s louhem na příslušný naftol, který se pak stanoví chromatograficky.

Vynález se týká způsobu stanovení naftalensulfonové kyseliny vedle nitronaftalensulfonových kyselin.

Naftalensulfonové kyseliny 1- a 2- představují v barvářské chemii jedny ze základních sloučenin a jejich stanovení v nejrůznějších směsích jejich derivátů je velmi žádoucí.

Stanovení 1- a 2-naftalensulfonových kyselin vedle sebe se dá provádět např. vysokoúčinnou kapalinovou chromatografií. Hor-



Navíc reakční směs obsahuje kromě těchto hlavních složek ještě kyseliny: 7-nitro-2-naftalensulfonovou, 8-nitro-1-naftalensulfonovou, 1-nitro-5-naftalensulfonovou a 2-nitro-4,8-naftalensulfonovou.

V této směsi je třeba stanovovat obsah nereagované 2-naftalensulfonové kyseliny, jejíž obsah se pohybuje okolo 0,1 %.

Chromatograficky se dá oddělit kyselina 2-naftalensulfonová od výše jmenovaných hlavních složek, např. na papíře nebo tenkých vrstvách, pokud jsou všechny komponenty obsaženy ve směsi asi ve stejném poměru. Je-li 2-naftalensulfonové kyseliny málo, nedá se stanovit pro špatné dělení. Navíc organické kyseliny se velmi špatně detegují i při vyšších koncentracích [J. Franc: J. Chromatography 119 /1976/ 616]. Také kapalinová vysokoúčinná chromatografie v tomto směru selhala. Řešení bylo nalezeno ve způsobu, který je předmětem této přihlášky vynálezu.

Způsob stanovení naftalensulfonové kyseliny vedle nitronaftalensulfonových kyselin je založen na známé skutečnosti, že 2-naftalensulfonová kyselina (1-naftalensulfonová kyselina) tavením s louhem přechází na 2-naftol (1-naftol). Této reakce se průmyslově využívá.

Bylo zjištěno, že při tavení směsi nitronaftalensulfonových kyselin s louhem nedochází k reakci, která by poskytovala naftol. Přítomná příslušná naftalensulfonová kyselina však poskytuje kvantitativní množství odpovídajícího naftolu.

Naftol (1- i 2-) se dobře dělí chromatografií na tenkých vrstvách od ostatních složek ve směsi. Navíc jej lze velmi dobře a citlivě detegovat, takže je možno stanovovat i velmi malá množství (0,1 μ g).

ší je situace v těch případech, kdy analyzovaná směs obsahuje další deriváty. Ještě obtížnější je problém, kdy obsah naftalensulfonových kyselin se v těchto směsích pohybuje maximálně do 1 až 2 %.

Takový případ je například při nitraci 2-naftalensulfonové kyseliny, kdy je třeba sledovat, zda veškerá 2-naftalensulfonová kyselina byla převedena na 5-nitro-2-naftalensulfonovou a 8-nitro-2-naftalensulfonovou kyselinu.

Příklad 1

Odváží se asi 100 mg vzorku do zkumavky obsahu 5 ml. Přidají se 2 pecičky NaOH a vše se taví při 300 °C ve vyhřívaném bloku po dobu 1 hodiny. Po ochlazení se k tavenině přidá přesně 0,5 ml destilované vody a 0,5 ml ethanolu. Po rozpuštění taveniny se z tohoto roztoku pipetuje vhodné množství na chromatogram (obvykle 1 až 3 μ l).

Chromatografie se provádí na deskách se silikagelem rozměru 15 X 15 cm za použití mobilní fáze:

toluen : 30% dimethylformamid v ethanolu (10 : 2). K detekci se používá Paulyho činidla (4,5% roztok kyseliny sulfanilové a 4,5% roztok dusitanu sodného ve vodě se před postříkem smíchají v poměru 1 : 1 a zalkalizují se přídatkem pevné sody). 2-naftol je zbarven oranžově, 1-naftol fialově. Vyhodnocení se provádí na densitometru za použití modrozeleného filtru (max. 480 nm) vedle koncentrační stupnice, připravené ze známého množství 2-naftolu.

Obsah 2-naftalensulfonové kyseliny se odečte z kalibračního grafu a vypočte obvyklým postupem.

Chromatografie s vyhodnocením trvá asi 30 minut.

Příklad 2

Uvedeným způsobem je také možné stanovit 2-naftalensulfonovou kyselinu vedle 1-naftalensulfonové kyseliny a naopak při malém obsahu jedné z nich.

Postup je stejný jako v příkladě 1.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob stanovení naftalensulfonové kyseliny vedle směsi nitronaftalensulfonových kyselin, vyznačený tím, že se tyto kyseliny

tavením s louhem převedou na příslušný naftol, který se pak stanoví chromatograficky.