



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

210378

(11)

(B1)

(22) Přihlášeno 04 06 79
(21) (PV 3835-79)

(51) Int. Cl.³
G 01 N 27/26

(40) Zveřejněno 29 05 81

(45) Vydáno 15 07 83

(75)

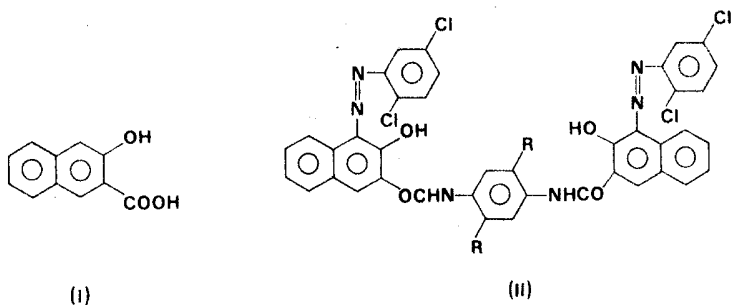
Autor vynálezu

FRANC JAROSLAV ing. CSc., PARDUBICE

(54) Způsob stanovení kyseliny 2-oxynaftoové

Způsob stanovení kyseliny 2-oxynaftoové při přípravě organických pigmentů tak, že se kyselina 2-oxynaftoová oddělí od ostatních látek elektroforézou na papíře a po zviditelnění selektivním postříkáním se vyhodnotí její obsah densitometricky. Analytická metoda vhodná jako provozní kontrola při výrobě červených kondenzačních pigmentů.

Vynález se týká způsobu stanovení kyseliny 2-oxynaftoové. Kyselina oxynaftoová (I) je důležitým výchozím produktem pro výrobu Versálové červeně (II) a její stanovení v určitém stadiu syntézy je velmi potřebné z hlediska konečné jakosti vyrobeného pigmentu.



Dosud nebyl znám způsob, jak provádět stanovení kyseliny oxynaftoové pro značnou složitost analyzované směsi a interferenci přítomných mezistupňů syntézy na jedné straně a na druhé straně pro požadavek stanovení obsahů jdoucích až pod 0,1 % této kyseliny.

Nyní bylo zjištěno, že lze kyselinu 2-oxynaftoovou oddělit od ostatních složek elektroforézou na papíře, vyvolat zabarvení, například Paulyho činidlem a densitometricky stanovit její obsah.

Způsob stanovení kyseliny 2-oxynaftoové v provozních směsích při přípravě organického pigmentu spočívá podle vynálezu v tom, že se kyselina 2-oxynaftoová oddělí od ostatních látek elektroforézou na papíře a po zviditelnění selektivním postřikem jako Paulyho činidlem se vyhodnotí její obsah densitometricky.

Níže uvedený příklad ilustruje metodu stanovení podle vynálezu.

P ř í k l a d p r o v e d e n í

K 1,0000 g vzorku se přidá pipetou přesně 25 ml směsi etanol-amoniak koncentrovaný (4:1) a třepe se po dobu asi 5 minut. Pak se vzniklá emulze přefiltruje přes filtr a z filtrátu se přímo pipetuje 10 μ l, popřípadě 15 μ l na start elektroferogramu. Na start elektroferogramu se současně nanese vzorek standardu (tj. 2-oxynaftoové kyseliny), který se připraví rozpuštěním 0,0400 g kyseliny 2-oxynaftoové v 10 μ l výše uvedené směsi etanol-amoniak koncentrovaný (4:1). Roztok se zředí tak, že se odpipetuje 1 ml, ten se zředí na 5 ml a z toho se nanáší 3 μ l (= 2,4 μ g) a 5 μ l (= 4,0 μ g). Elektrolýza se provádí v systému "vlhká komůrka" na papíře Whatman č. 1 po dobu 3 hodin v hydroxidu amonném c (NH₄OH) 3 mol/l při potenciálovém spádu 8 až 9 V/cm. Po ukončeném elektroforetickém dělení se elektroferogram usuší a stříká se Paulyho činidlem. (Paulyho činidlo : kyselina sulfanilová 4,5% a roztok dusitanu sodného 4,5% se těsně před postřikem smísí v poměru 1:1 a k roztoku se přidá pevný uhličitán sodný až do alkalické reakce.)

Kyselina 2-oxynaftoová dává s Paulyho činidlem stále cihlově červené skvrny. Po uschnutí elektroferogramu se provádí vyhodnocení intenzity zabarvení kyseliny 2-oxynaftoové jak ve vzorku, tak ve standardech. Vyhodnocení se provádí na densitometru za použití zeleného filtru.

Chyba stanovení při obsahu kyseliny 2-oxynaftoové 0,3 % činí $\pm 0,05$ % absolutních. Metoda byla navržena jako provozní kontrolní metoda při výrobě versálové stálé červeně.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob stanovení kyseliny 2-oxynaftoové v provozních směsích při přípravě organického pigmentu vyznačený tím, že se kyselina 2-oxynaftoová oddělí od ostatních látek elektroforézou na papíře a po zviditelnění selektivním postřikem jako Paulyho činidlem se vyhodnotí její obsah denzitometricky.