



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

204 738

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita

(22) Přihlášeno 16. 07. 79

(21) (PV 4956-79)

(51) Int. Cl.³ G 01 N 27/26

(40) Zveřejněno 31. 07. 80

(45) Vydáno 01 07 83

(75)

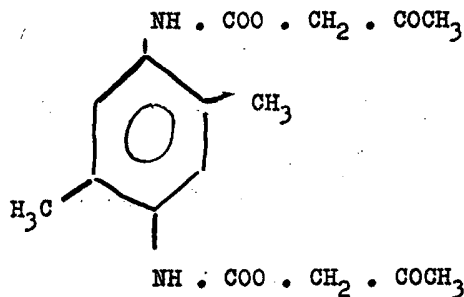
Autor vynálezu FRANC JAROSLAV ing. GSc., PARDUBICE

(54)

Způsob stanovení nečistot v 1,4-bis-acetoacetylamino-2,5-dimetylbenzenu

1

Vynález se týká způsobu stanovení nečistot v 1,4-bis-acetoacetylamino-2,5-dimetylbenzenu. 1,4-bis-acetoacetylamino-2,5-dimetylbenzen obecného vzorce I

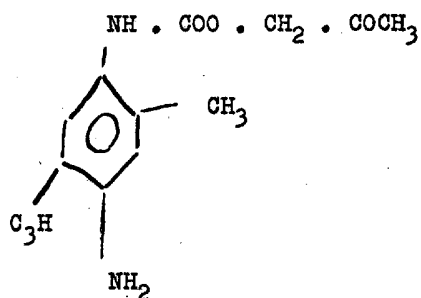


(I)

slouží jako velmi důležitý meziprodukt pro výrobu organického pigmentu. Na jeho čistotě závisí i konečná jakost pigmentu.

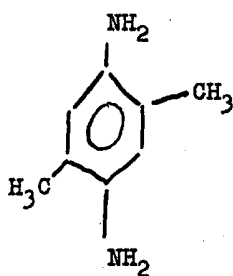
Tento meziprodukt bývá znečištěn výchozími a mezioperačními produkty a to 1-acetoacetylamino-4-amino-2,5-dimetylbenzenem vzorce II

204 738



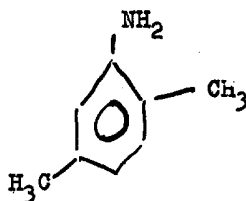
(II)

2,5-dimetyl-1,4-fenylendiaminem vzorce III



(III)

a popřípadě i 2,5-dimetylanilinem vzorce IV



(IV)

Z dosud dostupné literatury není známo dělení jednotlivých komponent ani papírovou ani tenkovrstvou chromatografií.

Nyní bylo zjištěno, že dělení elektroforezou na papíře, kde vyvinutí skvrn je velmi dokonalé, lze použít ke kvantitativnímu vyhodnocení analyzovaných vzorků. Dobrého dělení se dosahuje proto, že bisderivát vzorce I není schopen nésti žádný elektrický náboj a zůstává při elektroforetickém dělení na startu elektroferogramu - jedná se o hlavní složku, kterou není třeba stanovovat. Monoderivát vzorce II, který má jednu volnou NH_2 -skupinu umožňuje molekule pohybovat se. Obdobně je tomu u 2,5-dimetyl-1,4-fenylendiaminu a 2,5-dimetylanilinu, přitom však pohyblivost látky vzorce IV je jiná, než u látky vzorce II.

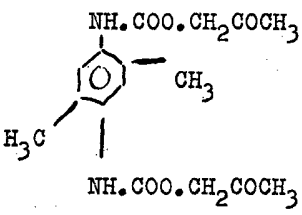
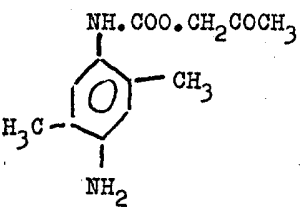
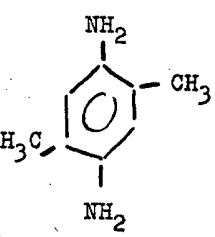
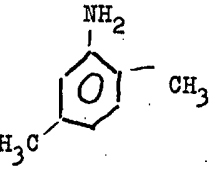
Způsob stanovení nečistot v 1,4-bis-acetoacetylaminu-2,5-dimetylbenzenu spočívá podle vynálezu v tom, že se 1,4-bis-acetoacetylaminu-2,5-dimetylbenzen, obsahující jako nečistoty 1-acetoacetylaminu-4-amino-2,5-dimetylbenzen, 2,5-dimetyl-1,4-fenylendiamin a 2,5-dimetylanilin nanese po rozpuštění v dimetylsulfoxidu na elektroferogram, podrobí se elektroforeze v 1 N roztoku kyseliny octové a po vyvolání zabarvení Paulyho nebo Ehrlichovým činidlem se stanoví obsah nečistot densitometricky.

Níže uvedený příklad ilustruje provedení analýzy podle vynálezu.

Příklad

Na papír Whatman č. 1 se na start elektroferogramu nanese obvyklým způsobem vzorky rozpuštěné v dimetylsulfoxidu (0,1 g vzorku v 10 ml dimetylsulfoxidu). Z tohoto roztoku se nanáší 15 μ l. Proveďte se elektroforeza při potenciálním spádu 8 až 9 V/cm v 1 N CH_3COOH .

Níže uvedená tabulka znázorňuje pohyblivosti jednotlivých komponent.

	Pohyblivost $n=10^5 \cdot \text{cm}^2 \cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$	DETEKCE	
		Paulyho č.	Ehrlichovo č.
	0,0	žlutá	-
	11,7	žlutá	-
	21,6	-	červená
	16,4	-	žlutá

Zviditelnění skvrn se provede detekcí pro látky vzorce I a II použitím Paulyho činidla, pro látky vzorce III a IV použitím Ehrlichova činidla.

204 738

- Paulyho činidlo:** 4,5 %ní roztok kyseliny sulfanilové a 4,5 %ní roztok dusitanu sodného. 1 díl kyseliny sulfanilové se těsně před postříkem smísí s 1 dílem dusitanu sodného a přidává se pevná soda až do alkalické reakce.
- Ehrlichovo činidlo:** 1 % N-dimetylamino-benzaldehyd v 2 N kyselině solné. Pro stanovení jednotlivých komponent je zapotřebí provést stejné elektroforetické dělení standardů a sestavit kalibrační graf. Odváží se 0,0500 g standardů (II, III, IV) do 10 ml odměrné baňky a doplní se sulfoxidem. Z tohoto roztoku se pipetuje 5 ml (= 0,025 g) do 25 ml odměrné baňky a doplní se dimetylsulfoxidem. Z tohoto roztoku se na start nanáší 3 μ l (= 3 μ g), 5 μ l (= 5 μ g) a 7 μ l (= 7 μ g).

Pe postříku elektroferogramu Paulyho a Ehrlichovým činidlem a uschnutí se provádí densitometrické vyhodnocení jak vzorků tak standardů. Látky obecného vzorce II, III, IV se vyhodnocují při modrozeleném filtru (maximum 480 nm), densitometru ERI - 10 při šterbině odpovídající šířce skvrny. Ze standardů se vynesou kalibrační grafy, ze kterých se odečte obsah jednotlivých komponent.

Relativní chyba stanovení 3 až 5 %.

Stanovení dle vynálezu lze použít v chemii při ověřování kvality výše zmíněného meziproduktu vhodného k přípravě organických pigmentů.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob stanovení nečistot v 1,4-bis-acetoacetylamino-2,5-dimetylbenzenu, vyznačený tím, že se 1,4-bis-acetoacetylamino-2,5-dimetylbenzen, obsahující jako nečistoty 1-acetoacetylamino-4-amino-2,5-dimetylbenzen, 2,5-dimetyl-1,4-fenylendiamin a 2,5-dimetylanilin nanese po rozpuštění v dimetylsulfoxidu na elektroferogram, podrobí se elektroforeze v 1 N roztoku kyseliny octové a po vyvolání zabarvení Paulyho nebo Ehrlichovým činidlem se stanoví obsah nečistot densitometricky.