

BIBLIOTEKA
2
Urzędu Patentowego
Polskiej Złoty, 1967

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

57327

Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 42 1, 3/05

Zgłoszono: 18.VIII.1967 (P 122 243)

Pierwszeństwo: _____

MKP G 01 n

27/48

Opublikowano: 30.IV.1969

UKD

Współtwórcy wynalazku: dr Marian Jaworski, inż. Jan Bogaczek

Właściciel patentu: Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej, Blachownia
Śląska (Polska)

Sposób oznaczania aldehydów, a zwłaszcza aldehydu octowego, w ciekłych tlenkach alkenowych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób oznaczania aldehydów a zwłaszcza aldehydu octowego w ciekłych tlenkach metodą polarograficzną.

Dotychczas do oznaczania aldehydu octowego w ciekłym tlenku etylenu stosuje się sposób opisany w Normie Zakładowej MPCh 104—3112 polegający na reakcji aldehydu octowego z 0,1 n roztworem jodu w środowisku alkalicznym oraz odmiareczkowaniu nadmiaru nieprzereagowanego jodu za pomocą tiosiarczanu sodowego. Sposób ten jest bardzo czasochłonny, przy czym uzyskanie prawidłowych wyników uwarunkowane jest stosowaniem ściśle jednogramowych odważek do analizy. Przygotowanie takich odważek bardzo lotnego tlenku etylenu jest niezwykle kłopotliwe i czasochłonne. Ponadto sposób według normy nie nadaje się do oznaczania małych ilości aldehydów ($<0,1\%$), oraz w obecności związków reagujących z jodem.

Znana jest polarograficzna metoda oznaczania aldehydów mrówkowego i octowego w środowisku 0,1 m LiOH. Metoda ta nie może być stosowana do oznaczania aldehydu octowego w ciekłych tlenkach alkenowych a zwłaszcza w obecności tlenku etylenu, ponieważ w obecności tego związku fala aldehydu octowego jest źle wykształcona, ponadto na polarogramie pojawia się dodatkowa fala częściowo przysłaniająca falę aldehydu.

Stwierdzono, że niewielka ilość jodku czterobutyloamoniowego wprowadzona do 0,1 m roztworu LiOH usuwa błędy tego sposobu, ponieważ jo-

2

dek czterobutyloamoniowy reaguje z tlenkami alkenowymi przeszkadzającymi w oznaczeniu.

Sposób według wynalazku polega na tym, że odważony w kolbie tlenek alkenowy rozpuszcza się w 0,1 m roztworze LiOH zawierającym jodek czterobutyloamoniowy. Jodek czterobutyloamoniowy reaguje z tlenkami alkenowymi przeszkadzającymi w oznaczeniu, przy czym produkt tej reakcji nie jest czynny polarograficznie. Zawartość aldehydu octowego w analizowanej próbce oznacza się w znany sposób na podstawie wysokości fali polarograficznej rejestrowanej w zakresie potencjałów od $-1,2$ do $-2,0V$.

Zaletą sposobu wg wynalazku jest uproszczenie toku analizy przez wyeliminowanie konieczności przygotowania ściśle jednogramowych odważek (wielkość odważki nie wpływa na wynik oznaczenia) oraz skrócenie czasu analizy, w stosunku do stosowanego sposobu, o około 2 godz.

Dzięki zastosowaniu sposobu według wynalazku możliwe jest oznaczanie małych ilości (0,01%) aldehydu octowego w tlenkach alkenowych. Fakt ten ma szczególne znaczenie przy ocenie czystości tlenku etylenu i tlenku propylenu.

Przedmiot wynalazku jest dokładnie wyjaśniony w przykładzie oznaczania aldehydu octowego w tlenku etylenu.

Przykład. Do kolby miarowej o pojemności 50 ml odważa się na wadze analitycznej około 0,1 g tlenku etylenu technicznego. Następnie kolbkę

uzupełnia się do kreski roztworem podstawowym. Roztwór podstawowy odtlenia się, przed wprowadzeniem do kolbki z próbą, azotem przez 20 minut. Około 15 ml analizowanej próby wlewa się do naczynka elektrolitycznego po czym rejestruje się falę w zakresie potencjałów od $-1,2$ do $-2,0V$ względem wewnętrznej elektrody rtęciowej. Zawartość aldehydu octowego w tlenku etylenu odczytuje się z krzywej wzorcowej. Roztwór podstawowy przygotowuje się rozpuszczając 4,19 g LiOH czystego oraz 150 ml 10%-owego alkoholowego

roztworu jodku czterobutyloamoniowego w 1000 ml wody destylowanej.

Zastrzeżenie patentowe

- 5 Sposób oznaczania aldehydów, a zwłaszcza aldehydu octowego, w ciekłych tlenkach alkenowych, **znamienny tym**, że tlenki alkenowe wiąże się chemicznie za pomocą alkoholowego roztworu jodku czterobutyloamoniowego, a następnie oznacza polarograficznie zawartość aldehydów w zakresie potencjałów od $-1,2$ do $-2,0V$.
- 10