



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

252 940

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 04 05 86
(21) PV 3204-86.H

(51) Int. Cl.⁴

C 07 C 49/04

(40) Zveřejněno 12 02 87
(45) Vydáno 1.6.1989

(75)
Autor vynálezu

ŠNAJDR PETR,
SEKYROVÁ OLGA,
SUDOROVÁ HANA, ÚSTÍ NAD LABEM

(54)

Způsob regenerace 4-methyl-2-pentanonu použitého
k extrakci molybdatovanadato-fosforečnanového
komplexu

Řešení se týká oboru přípravy čistých laboratorních chemikálií, speciálně čištění 4-methyl-2-pentanonu, použitého k extrakci molybdatovanadato-fosforečnanového komplexu z vodné fáze pro fotometrické stanovení fosforu, vypráním použitého 4-methyl-2-pentanonu s malým množstvím 5 až 10 % roztoku hydroxidu sodného nebo draselného, potom s vodou do neutrální reakce a nakonec rektifikací.

Vynález se týká způsobu regenerace 4-methyl-2-pentanonu použitého k extrakci molybdátovanadátofosforečnanového komplexu.

Při analytickém stanovení fosforu za přítomnosti wolframu podle Pakalnse (P. Pakalns, Anal. Chim. Acta 50, 103 (1970).) se žlutý molybdátovanadátofosforečnanový komplex vytřepává z vodné fáze do 4-methyl-2-pentanonu (mwthylisobutylketonu, dále MIBK) a proměřuje se fotometricky. Vedle uvedeného komplexu se do MIBK extrahují i některé další anorganické ionty (A. I. Busev, V. M. Ivanov a T. A. Sokolova, Analitičeskaja chimija volframa, "Nauka", Moskva, 1976, str. 193.). Použitý MIBK se pak používá k technickým účelům, při nichž obsah malých množství anorganických nečistot není na závadu. Protože však se k extrakci používá velmi čistý MIBK, jehož příprava je náročná a nákladná, bylo by účelné regenerovat jej a znovu používat při extrakcích. Dosud nebyl vhodný postup regenerace navržen.

Výše uvedenou nevýhodu odstraňuje způsob regenerace 4-methyl-2-pentanonu použitého k extrakci molybdátovanadátofosforečnanového komplexu podle tohoto vynálezu. Tento způsob spočívá v tom, že se použitý 4-methyl-2-pentanon nejprve vypere s 5 až 10% vodným roztokem hydroxidu sodného nebo hydroxidu draselného v poměru objemů roztoku hydroxidu a 4-methyl-2-pentanonu 1 : 5 až 25, potom se vypere s vodou do neutrální reakce a nakonec se podrobí rektifikaci, při níž se oddělí 3 až 12 % přední frakce a 5 až 15 % destilačního zbytku, vztaženo na

výchozí objem 4-methyl-2-pentanonu. Je výhodné, když se praní s roztokem hydroxidu provádí ve dvou až čtyřech stupních, přičemž poměr objemů roztoku hydroxidu a 4-methyl-2-pentanonu v každém stupni je 1 : 15 až 30. Destilační zbytek a přední frakci z rektifikace lze použít k technickým účelům, je však výhodné, když se destilační zbytek přidá k další vsádce použitého 4-methyl-2-pentanonu před praním s roztokem hydroxidu a když se organická fáze z přední frakce přidá k další vsádce použitého 4-methyl-2-pentanonu před rektifikací. Postupem podle vynálezu se získá MIBK se stejnými extrakčními vlastnostmi jako výchozí MIBK před extrakcí.

Příklad 1

250 ml MIBK použitého k extrakci molybdatovanadátosforečnanového komplexu, s obsahem 20 ug fosforu se vytřepe s 10 ml 8% vodného roztoku hydroxidu sodného a vypere třikrát s 50 ml deionizované vody (do neutrální reakce). Potom se rektifikuje na koloně o průměru 30 mm a délce 500 mm plněné porcelánovými sedélky 6 x 6 mm. Při poměru zpětného toku $R = 12$ se nejprve oddělí 10 ml destilátu. Potom se jímá frakce regenerovaného MIBK o objemu 197 ml. Destilační zbytek má objem 30 ml, ztráty činí 13 ml. Regenerovaný MIBK má stejné extrakční vlastnosti jako původní MIBK: Absorbance extraktu ze vzorku obsahujícího 50 ug fosforu činila původně 0,202, po regeneraci 0,199.

Příklad 2

130 ml MIBK použitého k extrakci molybdatovanadátosforečnanového komplexu, s obsahem fosforu 500 ug se vytřepe třikrát se 7 ml 8% roztoku hydroxidu sodného a potom třikrát s 30 ml deionizované vody (do neutrální reakce). Rektifikuje se v koloně popsané v příkladu 1, přičemž přední frakce má objem 18 ml a destilační zbytek má objem 25 ml. Získá se 80 ml regenerovaného MIBK, ztráty činí 7 ml. Destilační zbytek se přidá k dalším 130 ml použitého MIBK, které se pak perou s vodným roz-

tokem hydroxidu a s vodou, jak výše uvedeno. Z přední frakce se oddělí v děličce 2 ml vody a 16 ml organické fáze se přidá k vypranému MIBK z druhé vsádky a rektifikuje se výše popsáním postupem. Přední frakce má objem 21 ml, destilační zbytek 23 ml, ztráty činí 9 ml. Získá se dalších 118 ml regenerovaného MIBK.

Regenerovaný MIBK se použije k sestrojení kalibrační křivky pro stanovení fosforu podle Pakalnse a výsledek se porovná s kalibrační křivkou sestrojenou z původního MIBK. K fotometrickému měření se použije Spekol 11. Výsledky jsou uvedeny v následující tabulce, kde $m(P)$ značí hmotnost fosforu ve vzorku, A značí původní MIBK a B značí regenerovaný MIBK. Hodnoty v tabulce jsou absorbance.

$m(P)/\mu g$	A	B
0	0,110	0,103
50	0,202	0,205
100	0,296	0,301
200	0,488	0,487

Pozn.: Hodnoty v kolonce A jsou průměry z tří měření se střední chybou $\pm 0,003$, hodnoty v kolonce B jsou výsledky jediného měření. Z tabulky je patrné, že regenerovaný MIBK má stejnou extrakční účinnost jako původní MIBK.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

252 940

1. Způsob regenerace 4-methyl-2-pentanonu použitého k extrakci molybdatovanadátofosforečnanového komplexu, vyznačený tím, že se použitý 4-methyl-2-pentanon nejprve vypere s 5 až 10% vodným roztokem hydroxidu sodného nebo hydroxidu draselného v poměru objemů roztoku hydroxidu a 4-methyl-2-pentanonu 1 : 5 až 25, potom se vypere s vodou do neutrální reakce a nakonec se podrobí rektifikaci, při níž se oddělí 3 až 15 % přední frakce a 5 až 25 % destilačního zbytku, vztaženo na výchozí objem 4-methyl-2-pentanonu.
2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se praní s roztokem hydroxidu provádí ve dvou až čtyřech stupních, přičemž poměr objemů roztoku hydroxidu a 4-methyl-2-pentanonu v každém stupni je 1 : 15 až 30.
3. Způsob podle bodu 1 nebo 2, vyznačený tím, že se destilační zbytek z rektifikace přidá k další vsádce použitého 4-methyl-2-pentanonu před praním s roztokem hydroxidu.
4. Způsob podle bodů 1 až 3, vyznačený tím, že organická fáze z přední frakce se přidá k další vsádce použitého 4-methyl-2-pentanonu před rektifikací.