

POLSKA
POLITA
LUDOWAURZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

57329

Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 42 1, 3/01

Zgłoszono: 16.IX.1966 (P 116 532)

Pierwszeństwo: _____

MKP G 01 n

31/06

Opublikowano: 30.IV.1969

UKD

Twórca wynalazku: mgr inż. Genowefa Grzegorzek-Halarewicz

Właściciel patentu: Zakłady Azotowe „Kędzierzyn”, Kędzierzyn (Polska)

Sposób oznaczania małych zawartości antracenu w antrachinonie

1

Znany sposób oznaczania zawartości antracenu w antrachinonie polega na przeprowadzeniu reakcji antracenu z bezwodnikiem kwasu maleinowego. Nadmiar nieprzereagowanego bezwodnika maleinowego odmiareczkowuje się zasadą, a z ilości bezwodnika przereagowanego wylicza się ilość antracenu w próbce antrachinonu.

Metoda ta dla zawartości antracenu w antrachinonie poniżej 1% nie jest dokładna i nie daje powtarzalnych wyników. W handlowym antrachinonie dopuszczalne zanieczyszczenie antracenenem wynosi 0,5%.

Niedokładności oznaczenia można uniknąć stosując oznaczenie zawartości antracenu w antrachinonie sposobem według wynalazku.

Przedmiotem wynalazku jest sposób oznaczania małych zawartości antracenu (poniżej 1%) w antrachinonie za pomocą spektrofotometru.

Istota sposobu według wynalazku polega na zastosowaniu do ilościowego oznaczania antracenu jego własnego widma absorpcyjnego, wykorzystując dużą różnicę wielkości współczynników absorpcji widm antracenu i antrachinonu przy analitycznej długości fali 375—380 m.

Jako rozpuszczalnika w analizie użyto eteru etylowego, ponieważ rozpuszczalność antracenu w eterze jest około 100 razy większa od rozpuszczalności antrachinonu. W celu wyeliminowania absorpcji podłoża z powodu minimalnej rozpuszczalności w eterze jako próbę odniesienia we wszystkich po-

2

miarach stosuje się roztwór przygotowany z czystego antrachinonu, który sporządza się w taki sam sposób jak analizowaną próbkę antrachinonu. Próbę odniesienia w niniejszym opisie nazwano próbą zerową.

Analizę przeprowadza się w ten sposób, że dla posiadanego typu spektrofotometru sporządza się krzywą wzorcową zależności absorpcji od znanego stężenia antracenu. Następnie odpowiednią naważkę analizowanego antrachinonu rozpuszcza się w eterze etylowym w kolbce o takiej objętości jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej i mierzy się absorpcję roztworu stosując długość fali analitycznej, grubość warstwy absorpcyjnej oraz szczylinę oświetleniową jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej. Z wartości absorpcji odczytuje się na krzywej wzorcowej odpowiednie stężenie antracenu i oblicza procentową zawartość w antrachinonie według następującego wzoru:

$$\% \text{ antracenu} = \frac{C \cdot 100}{m} \%$$

C — stężenie antracenu odczytane z krzywej wzorcowej w gramach.

m — naważka antrachinonu wzięta do analizy

Sposób według wynalazku jest szczegółowo omówiony w poniższym przykładzie.

Przykład. Przy zawartości antracenu w badanym antrachinonie 0,2%—1% odważa się 0,2 g próby antrachinonu z dokładnością 0,0002 g. Naważkę przenosi się ilościowo do kolby miarowej na

100 ml wymywając naczynko wagowe eterem w ilości około 60 ml. Całość wytrząsa się 2 minuty, następnie uzupełnia do kreski miarowej eterem i dobrze miesza. Równocześnie przygotowuje się próbę zerową zawierającą 0,2 g czystego antrachinonu. Po 40 minutach mierzy się absorpcję roztworu względem jednocześnie przygotowanej próby zerowej. Pomiary wykonuje się w takich samych warunkach w jakich uprzednio przygotowana była krzywa wzorcowa ($\lambda = 378 \text{ m}\mu$, $S = 0,05 \text{ mm}$, $l = 1,0 \text{ cm}$). Według wartości absorpcji zmierzonej dla badanych próbek odczytuje się z krzywej wzorcowej stężenie antracenu i podstawia do wzoru w opisie. Krzywa wzorcowa dla omówionej analizy w przykładzie jest przedstawiona na załączonym rysunku.

Przy zawartości antracenu w antrachinonie poniżej 0,2% do analizy bierze się naważkę 0,4 g, a

krzywą wzorcową sporządza się z 0,4 g czystego antrachinonu.

Prowadzenie analizy sposobem według wynalazku daje dobrą powtarzalność wyników, względny błąd wynosi 3% oraz średnie odchylenie standardowej średniej 0,006.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób oznaczania małych zawartości antracenu w antrachinonie, **znamienny tym**, że badaną próbkę rozpuszcza się w eterze etylowym, mierzy się absorpcję światła przez roztwór przy długości fali $\lambda = 375 - 380 \text{ m}\mu$ i zawartość antracenu określa się na podstawie zależności między absorpcją światła a zawartością antracenu ustalonej uprzednio doświadczalnie.

