



Patent dodatkowy
do patentu

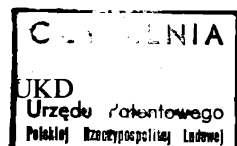
Zgłoszono: 02.IX.1968 (P 128 876)

Pierwszeństwo:

Opublikowano: 5.I.1972

Kl. 42 I, 3/01

MKP G 01 n, 31/00



Twórca wynalazku: Teresa Lewandowska

Właściciel patentu: Instytut Chemii Przemysłowej, Warszawa (Polska)

Sposób oznaczania fenolu obok 2,2 bis (p-hydroksyfenylo) propanu

1

Przedmiotem wynalazku jest oznaczanie fenolu obok 2,2 bis (p-hydroksyfenylo) propanu zwanego dianem.

Niezawodny i dokładny sposób oznaczania małych ilości wolnego fenolu występującego jako zanieczyszczenie w dianie jest ważnym zagadnieniem wiążącym się z technicznym zastosowaniem dianu do procesów polikondensacji, gdzie zawartość wolnego fenolu jako związków jednofunkcyjnych musi być znana.

Znany jest sposób kolorymetrycznego oznaczania fenolu po znitrozowaniu go. Nie jest on jednak selektywny i nie nadaje się do oznaczania fenolu obok innych związków fenolowych a więc i obok dianu. Metodę polarograficzną poprzedzoną nitrozowaniem stosowano do oznaczania innych związków fenolowych na przykład, rezorcyny i morfiny. W znanych dotychczas warunkach nitrozowanie — produkt nitrozowania fenolu, p-nitrozofenol nie jest trwały i dlatego nie można sposobów tych zastosować do ilościowego oznaczania fenolu obok innych związków fenolowych.

Celem wynalazku jest podanie prostego i dokładnego sposobu ilościowego oznaczania wolnego fenolu w dianie.

Cel ten został osiągnięty przez opracowanie sposobu, którego istotą jest nitrozowanie fenolu obok dianu w ściśle określonych warunkach, zapewniających właściwy przebieg reakcji i polarograficzne oznaczenie produktu nitrozowania fenolu obok produktu nitrozowania dianu.

Sposób według wynalazku polega na nitrozowaniu ekstraktu wodnego dianu, zawierającego fenol i dian przez dodanie tego ekstraktu do uprzednio przygotowa-

2

nej mieszaniny, zawierającej alkohol etylowy, roztwór azotynu sodowego i kwas solny, przy czym dodanie to następuje po upływie kilku minut od sporządzenia tej mieszaniny.

5 Nitrozowanie kontynuuje się w ciągu 1 godziny przy stałym mieszaniu w naczyniu zamkniętym, w sposób umożliwiający powolne wydostawanie się na zewnątrz gazowych produktów reakcji. Po zakończeniu nitrozowania mieszaninę reakcyjną sączy się, przesącza alkalizuje roztworem wodorotlenku sodowego, dodaje roztworu glikolu polietylenowego i agar-agaru i oznacza polarograficznie pochodną nitrozową fenolu mającą inny potencjał półfali niż produkt nitrozowania dianu.

10 Podana metoda jest dokładna i czuła oraz nie wymaga zbyt kosztownej aparatury. Zastosowany sposób nitrozowania fenolu tym różni się od zwykle stosowanych metod nitrozowania, że w wyniku reakcji otrzymuje się czysty p-nitrozofenol, bez produktów dalszej jego przemiany oraz taki produkt nitrozowania dianu, którego potencjał półfali różni się od potencjału półfali p-nitrozofenolu. Dzięki temu fenol po znitrozowaniu może być oznaczany polarograficznie obok pochodnej nitrozowej dianu, co eliminuje konieczność całkowitego oddzielenia dianu od fenolu.

15 25 Przykład I. Odważkę dianu wynoszącą około 1 g umieszcza się w kolbce o pojemności 50 ml, zalewa 25 ml wody destylowanej, ogrzewa pod chłodnicą zwrotną do wrzenia i utrzymuje we wrzeniu przez 15 minut. Po ostudzeniu kolbki w lodzie, zawartość sączy się i odstawia, a do naczynia zaopatrzonego w mieszałko

magnetyczne wlewa się 1 ml alkoholu etylowego, 2 ml wody destylowanej, 2 ml 4,5 n roztworu azotynu sodowego oraz po uruchomieniu mieszadła 3 ml 3,2 n kwasu solnego i zakrywa korkiem z rurką ze szkłem porowatym.

Po upływie 5 do 8 minut dodaje się 1 ml przygotowanego uprzednio przesącza i ponownie naczynie zakrywa. W ten sposób sporządzoną mieszaninę reakcyjną utrzymuje się w temperaturze pokojowej w ciągu 1 godziny stale mieszając. Po upływie tego czasu zawartość naczynia sączy się przez miękki sączonek z bibuły i do 4 ml przesącza dodaje 2 ml 2,5 n roztworu wodorotlenku sodowego, 0,5 ml 0,1% roztworu agar-agaru oraz 0,5 ml 0,2% roztworu glikolu polietylenowego o ciężarze cząsteczkowym 600 i rejestruje polarogram. Fenol oznacza się na podstawie fali o potencjale półfali równym — 0,78 V względem nasyconej elektrody kalomelowej, porównując ją z odpowiednią falą roztworu wzorcowego

otrzymanego przez powtórzenie wyżej opisanych czynności na wzorcowej mieszaninie fenolu z czystym dia-nem.

Zastrzeżenia patentowe

5

1. Sposób oznaczania fenolu obok 2,2 bis (p-hydroksyfenylo) propanu polegający na polarograficznym oznaczeniu produktu jego nitrozowania, **znamienny tym**, że roztwór próbki nitrozuje się mieszaniną składającą się z alkoholu etylowego, azotynu sodowego lub potasowego, przy czym stosunek molowy alkoholu etylowego do azotynu sodowego wynosi 1,4—2,5.

10

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że roztwór próbki dodaje się do mieszaniny nitrozującej po upływie 2 do 10 minut od czasu jej sporządzenia i reakcję prowadzi się w naczyniu zamkniętym, w sposób umożliwiający powolne wydobywanie się na zewnątrz gazowych produktów reakcji.

15