

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

49586

Patent dodatko-
wy do patentu: _____

Zgłoszono: 09. III. 1964 (P 103 953)

Pierwszeństwo: _____

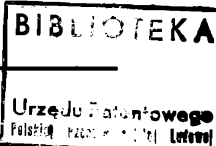
Opublikowano: 27. VIII. 1965

Kl. 42 I, 3/01

MKP G 01 n

UKD

91/16



Współtwórcy wynalazku: mgr Włodzimierz Grabowicz, mgr Krystyna Kania

Właściciel patentu: Pabianickie Zakłady Farmaceutyczne „Polfa” Przedsiębiorstwo Państwowe, Pabianice (Polska)

Sposób ilościowego oznaczania zawartości formaldehydosiarczynu sodowego i siarczynów w obecności innych związków chemicznych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób ilościowego oznaczania zawartości formaldehydosiarczynu sodowego i siarczynów w obecności innych związków chemicznych, a zwłaszcza w obecności takich związków, przy wytwarzaniu których stosuje się aldehyd mrówkowy i siarczyny, względnie formaldehydosiarczyny sodowy.

Produkty chemiczne, do których wytwarzania stosuje się aldehyd mrówkowy i siarczyny względnie formaldehydosiarczyny sodowy, mogą być zanieczyszczone formaldehydosiarczynem sodowym i siarczynami. Stwierdzono, że roztwory takich produktów, np. przeznaczony do celów leczniczych roztwór metanosulfonianu sodowego 1-fenyl-2,3-dwumetylo-4-metyloaminopirazolonu-5, zawierają często więcej formaldehydosiarczynu sodowego niż to wynikałoby z odpowiedniej jego zawartości w substratach. Fakt ten powodowany częściowym rozkładem tych związków, stanowi poważną niedogodność.

Dotychczas nie ma publikacji, omawiających sposoby oznaczania zawartości formaldehydosiarczynu sodowego w obecności innych związków chemicznych, a znane sposoby jakościowego wykrywania siarczynów w tych warunkach nie dają dobrych wyników.

Stwierdzono, że można drogą miareczkowania mianowanym roztworem kwasu, zwłaszcza kwasu solnego, w obecności rozcieńczonego roztworu al-

2

dehydu mrówkowego i wskaźnika, zwłaszcza fenoltaleiny, określać zawartość zarówno siarczynów, jak i formaldehydosiarczynu sodowego w obecności innych produktów chemicznych, a w szczególności w obecności takich, przy wytwarzaniu których stosuje się formaldehyd i siarczyny lub formaldehydosiarczyny sodowy.

Zgodnie z wynalazkiem oznaczenie przeprowadza się w ten sposób, że z badanego produktu pobiera się dwie próbki i w jednej z nich oznacza zawartość siarczynów za pomocą miareczkowania mianowanym roztworem kwasu, najlepiej 0,01 n roztworem kwasu solnego, wobec rozcieńczonego roztworu aldehydu mrówkowego oraz fenoltaleiny jako wskaźnika. Drugą próbkę utrzymuje się przez parę godzin w temperaturze około 140°C w celu rozłożenia zawartego w niej formaldehydosiarczynu sodowego z wytworzeniem siarczyny. Następnie rozpuszcza się próbkę w wodzie, dodaje fenoltaleiny i rozcieńczonego roztworu wodnego aldehydu mrówkowego, miesza i miareczkuje zabarwiony roztwór tym samym mianowanym roztworem kwasu, co pierwszą próbkę. Różnica między ilością kwasu, zużytego przy miareczkowaniu drugiej i pierwszej próbki, odpowiada zawartości formaldehydosiarczynu sodowego w badanej próbce:

Sposób według wynalazku jest opisany w poniższym przykładzie.

Przykład. 1 g metanosulfonianu sodowego 1-fenyl-2,3-dwumetylo-4-metyloaminopirazolonu-5 rozpuszcza się w 10 ml wody, dodaje kilka kropel fenoltaleiny i wkrapla 0,01 n roztwór wodny wodorotlenku sodowego aż do wystąpienia zabarwienia. Do zabarwionego roztworu dodaje się 1 ml 2%-wego roztworu aldehydu mrówkowego, miesza i miareczkuje 0,01 n roztworem wodnym kwasu solnego do zaniku zabarwienia. 1 ml użytego kwasu solnego odpowiada zawartości 0,126% wagowych Na_2SO_3 .

Drugą próbkę pobiera się z przygotowanego do celów leczniczych roztworu badanego wyżej metanosulfonianu sodowego 1-fenyl-2,3-dwumetylo-4-metyloaminopirazolonu-5, przy czym bierze się taką ilość roztworu, która odpowiada zawartości 1 g tego związku. Próbkę tę utrzymuje się przez 3 godziny w temperaturze 140°C i rozpuszcza w 10 ml wody, dodaje kilka kropel fenoltaleiny oraz kroplami 0,01 n wodnego roztworu wodorotlenku sodowego do wywołania zabarwienia roztworu. Do zabarwionego roztworu dodaje się 1 ml 2%-wego roztworu wodnego aldehydu mrówkowego, miesza i miareczkuje 0,01 n roztworem wodnym kwasu solnego. Od ilości zużytego 0,01 n kwasu solnego odejmuje się odpowiednią ilość kwasu zużytego przy oznaczaniu siarczynów w pierwszej próbce i różnica ta określa zawartość

formaldehydosiarczynu sodowego w badanym roztworze, przy czym 1 ml 0,01 n kwasu solnego odpowiada zawartości 0,304% jednowodnego formaldehydosiarczynu sodowego.

Zastrzeżenie patentowe

- 10 Sposób ilościowego oznaczania zawartości formaldehydosiarczynu sodowego i siarczynów w obecności innych związków chemicznych, a w szczególności w obecności produktów chemicznych, przy których wytwarzaniu stosuje się aldehyd mrówkowy i siarczyny, względnie formaldehydosiarczynu sodowy, **znamienny tym**, że z badanego produktu pobiera się dwie próbki i w jednej z nich oznacza zawartość siarczynów przez miareczkowanie mianowanym roztworem kwasu, zwłaszcza kwasu solnego, wobec rozcieńczonego roztworu wodnego aldehydu mrówkowego oraz wskaźnika, a drugą próbkę utrzymuje się przez kilka godzin w temperaturze około 140°C dla przeprowadzenia formaldehydosiarczynu sodowego w siarczyn sodowy i całkowitą zawartość siarczynu sodowego oznacza się przez miareczkowanie jak w pierwszej próbce, przy czym zawartość formaldehydosiarczynu sodowego oblicza się z różnicy między ilością mianowanego kwasu, zużytego przy miareczkowaniu drugiej i pierwszej próbki.
- 15
- 20
- 25
- 30