



Республика Таджикистан

(19) **TJ** (11) **1089**
(51) **G01N 33/18;**
G01N 30/90;
G01N 31/16

ГОСУДАРСТВЕННОЕ ПАТЕНТНОЕ
ВЕДОМСТВО

(12) **Описание изобретения** К МАЛОМУ ПАТЕНТУ

(21) 1901321

(22) 12.06.2019

(46) Бюл. 160, 2020

(71) Махмудова Т.М. (TJ)

(72) Ибрагимов Д.Э. (TJ); Палавонов К.М. (TJ);

Махмудова Т.М. (TJ); Зухурова М.А. (TJ);

Зокирова М.А. (TJ)

(73) Махмудова Т.М. (TJ)

(54) **СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФЕНОЛОВ В
ЖИДКИХ МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ
СИСТЕМАХ**

(57) Изобретение относится к органической, аналитической химии, а также к гидрохимии для определения содержания фенольных соединений методом хроматографии в многокомпонентных системах, таких как липиды, эфирные масла, нефтепродукты и воды.

В способе определения фенола анализируемую пробу подвергают к холодной экстракции с применением 0,1н водного раствора КОН. После отделения органической части от неорганической (водного раствора), неоргани-

ческую часть титруют с 0,1н водным раствором HCl до точки эквивалентности. Далее реакционную смесь повторно экстрагируют хлороформом. Хлороформную часть экстракта упаривают до минимального объема и получают концентрат фенольных соединений. Концентрат подвергают тонкослойному хроматографическому анализу в системах метанол – хлороформ - уксусная кислота (10:5:1). После проявки хроматограмм с применением эталонов идентифицированных фенолов соскабливают из хроматографических пластинок, с последующим элюированием метанолом. Концентрация анализируемого фенола определяют методом титрования с применением 0,001н раствором КОН. Точка эквивалентности идентифицируется с применением фенолфталеина.

Изобретение обеспечивает возможность быстрого, удобного и точного определения фенольных соединений в многокомпонентных системах.

Изобретение относится к органической, аналитической химии, а также к гидрохимии для определения содержания фенольных соединений методом хроматографии в многокомпонентных системах, таких как липиды, эфирные масла, нефтепродукты и вода.

Известен способ определения фенолов в воде методом диазотированной сульфаниловой кислоты (изобретение к авторскому свидетельству СССР SU 1109604А от 23.08.1984 Бюл. №31) который включает обработку анализируемой пробы азотной кислотой, добавления щелочи с последующим фотометрированием окрашенных растворов. Для выполнения этой задачи в двугловую колбу сооруженным магнитной мешалкой наливают определённый объем анализируемого раствора до 13°C и при перемешивании прибавляют из капельной воронки определённый объем 25% азотной кислоты в течении 30мин. по каплям. Через 1 час отбирают 10мл реакционной массы, помешают в стакан емкость 50мл, добавляют 5%-ный раствор аммиака до нейтральной реакции, а за тем еще 5мл этого раствора. Доводят общий объем водой до 25мл и полученный раствор подвергается фотометрическим методом анализа. Количество фенолов в исследуемых объектах определяется по градуировочному графику, построенному на основе полученных результатов.

Недостатком данного способа является то, что с применением этого способа не возможно точно определить количество фенолов в многокомпонентных системах концентрация фенола в которых составляет $1 \cdot 10^{-4}$ моль/л.

Наиболее близким аналогом к заявленному изобретению является «Способ определения фенолов в водных растворах» (изобретение к авторскому свидетельству SU 928221 от 18.05.1982 Бюл. №18) который включает холодное экстрагирование фенолов из водного раствора которые относятся к многокомпонентным системам, н-бутилацетатом в присутствии NaCl. Хлорид натрия в систему вода – органический растворитель добавляют в количествах 2,5 – 3,5г – экв/л, который обуславливает повышению коэффициента распределения фенолов при хроматографическом разделении 2-2,5 раза. Также экстрагированием бутилацетатом практически полностью извлекают фенолы из воды. Далее количество фенолов определяют с применением газохроматографическим методом анализа полученного экстракта при 173-179°C.

Прототип имеет следующие недостатки:

- в известном способе используются дорогостоящий газовый хроматограф, который отрицательно влияет на себестоимость анализа определения фенолов по сравнению с прилагаемым способом;
- в качестве экстрагента применяют н-бутилацетат, в котором фенольные соединения не полностью растворяются по сравнению с хлороформом, который используется в качестве экстрагента;
- большой расход дорогостоящего дефицитного реактива концентрированный

раствор соляной кислоты и гелий, который используется в значительных количествах при анализе фенольных соединений;

- существует риск частичной потери фенольных соединений в процессе подкислении с использованием концентрированного раствора HCl и экстрагирование с применением н-бутилацетата.

Целью изобретения является повышение чувствительности, ускорение и точности способа. Поставленная цель достигается тем, что согласно способу определения фенолов в многокомпонентных системах фенолы экстрагируют из водных растворов, которые предварительно концентрированы методом упаривания. Полученный концентрат обрабатывается раствором КОН с последующим экстрагированием хлороформом в результате которого фенольные соединения в виде солей переходят к водной части (неорганическая часть). Далее неорганическая часть титруется раствором HCl до нейтрализации. Точку эквивалентности во время титрования определяют с применением спиртового раствора фенолфталеина. После нейтрализации реакционная смесь повторно экстрагируется хлороформом в результате, которого фенольные соединения переходят в эту фазу. Хлороформная вытяжка концентрируется до минимального объема. Из состава концентрата фенольных соединений выделяют методом тонкослойной хроматографии.

При идентификации фенольных соединений используется различные фенольные соединения (фенол, п-крезол, гвиокол, пирокатехин и др.) в качестве эталонов. Идентифицированные фенольные соединения из хроматограмм выделяют методом соскабливания сорбента из хроматографической пластинки. Фенолы из состава сорбента выделяют экстрагированием хлороформа. Хлороформную вытяжку концентрируют до минимального объема. Количество фенолов определяют методом титрования с применением 0,001n раствором КОН. Точка эквивалентности определяют по появлении малиновой окраски фенолфталеина или потенциометрическим методом титрования. Содержание фенольных соединений определяют согласно реакции взаимодействия идентифицированного фенола с титрантом (КОН).

Пример. Способ определения фенолов в составе подземных вод Фахрабадского и Султанонободского регионов Республики Таджикистан

Как известно надземные, речные, а также морские воды относятся к многокомпонентным системам. Так как в их состав входят кроме молекул H_2O и другие компоненты, такие как различные соли и органические примеси (фенолы и другие компоненты).

Для качественной и количественной характеристики фенольных соединений использовали подземные воды Фахрабадского (Хуросонский р-н) и Султаноабодского (р-н Рудаки) регионов. Из исследуемых образцов воды берут по 700см³ в круглодонную одноклассовую

термостойкую колбу. К колбе присоединяют дефлегматор и холодильник Либиха. Воду перегоняют до минимального объема при температуре 100°C. Таким образом, необходимо перегонять 5л воды.

В результате такого объема перегонки воды в остатке останется 300мл концентрата в состав, которого входят минералы и другие вещества, в том числе и фенолы. Полученный концентрат обрабатывали с 50мл 0,1н раствором КОН. Далее полученную смесь подвергают холодному экстрагированию с применением хлороформа согласно объему концентрата в соотношении 1:2. После такого технологического подхода кислоты и фенольные соединения превращаются в водорастворимые соли и фенолятов.

В процессе обработки хлороформом экстракт разделяется на органическую (эфирная вытяжка) и неорганическую (водно-минеральную) часть. С применением делительной воронки отделяли органическую часть от неорганической. Неорганическую часть берут в коническую колбу и к содержимому добавляют 3-4 капли 0,1% спиртового раствора фенолфталеина приготовленного в этаноле. При добавлении раствора индикатора в анализируемом растворе появляется малиновая окраска. Далее раствор титруют 0,1н раствором HCl до нейтрализации (до исчезновения малиновой окраски раствора).

После нейтрализации реакционную смесь повторно экстрагируют с 100мл хлороформом. Органическую (хлороформную) часть отделяют от неорганической с применением делительной

воронки. Хлороформную вытяжку перегоняют до минимального объема (5-10мл).

Качественный и количественный анализ фенолов осуществляли методом тонкослойной хроматографии в системе метанол: хлороформ: уксусная кислота (10:5:1).

Для обнаружения фенолов использовали эталоны относящиеся к идентифицированным фенольным соединениям, такие как фенол, п-крезол, гвиокол, пирокатехин и др.

Идентификации фенолов осуществляют согласно коэффициентами распределения (R_f) обнаруженных фенольных соединений по сравнению с эталонами. Анализируемые фенолы выделяют из пластинок Silufol методом соскабливания продукта содержащих сорбент. Идентификацию фенолов осуществляют по их коэффициентам распределения в хроматограммах по сравнению с эталонами. Выделенный продукт элюируют и фильтруют. Далее полученный раствор титруют 0,001н спиртовым раствором КОН в присутствии 2-3 капли спиртового раствора фенолфталеина до точки эквивалентности.

Точку эквивалентности определяют по появлению малиновой окраски раствора фенолфталеина или потенциометрическим титрованием с применением хлорсеребряный и стеклянного электрода электронного pH-метра-милливольтметра (Россия).

Количество идентифицированного фенола определяют на основе результатов титрометрии согласно реакции взаимодействия фенола с титрантом.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

Способ определения фенолов в водных растворах, путем экстрагирования в присутствии органических растворителей, отличающийся тем, что водный раствор концентрируют методом упаривания затем, полученный концентрат обрабатывают водным раствором КОН и экстрагируют хлороформом, водную часть

нейтрализуют раствором HCl которую, повторно экстрагируют хлороформом, концентрируют до 5-10мл, подвергают хроматографированию с последующим определением концентрации идентифицированных фенолов методом титрования с 0,001н раствором КОН реакцией взаимодействия фенолов с титрантом.

Компьютерный набор: Назарова Дж.Д.

Заказ

Тираж

Подписное

Национальный патентно-информационный центр РТ734042, г. Душанбе,
ул. Айни, 14а