



---

**Original Article: MIGLIORAMENTO DELLE TECNICHE DI ESTRAZIONE STRUMENTALE  
DETERMINAZIONE DEI FENOLI IN FASE ACQUOSA E ORGANICA**

**Citation**

Khorokhordina E.A., Rudakov O.B., Dang T.H. Miglioramento delle tecniche di estrazione strumentale determinazione dei fenoli in fase acquosa e organica. *Italian Science Review*. 2014; 3(12). PP. 263-266. Available at URL: <http://www.ias-journal.org/archive/2014/march/Khorokhordina.pdf>

**Authors**

E.A. Khorokhordina, Voronezh State University of Architecture and Civil Engineering, Russia.

O.B. Rudakov, Voronezh State University of Architecture and Civil Engineering, Russia.

T.H. Dang, Voronezh State University of Architecture and Civil Engineering, Russia.

Submitted: February 21, 2014; Accepted: February 25, 2014; Published: March 31, 2014

**Astratto**

Un nuovo metodo di bassa temperatura di estrazione liquido-liquido con fenolo acetonitrile - etile acetato binario (85:15) preparazione del campione seguita da analisi mediante cromatografia su strato sottile e photolorimetry colorimetria digitale.. Tempo di analisi totale 50-55 min, 49-231 coefficienti di distribuzione, il grado di estrazione del 94,2-99,0%.

**Introduzione**

Attualmente sviluppato e implementato in una vasta pratica analitica metodi di assorbimento - cromatografico per la determinazione dei fenoli nella bassa atmosfera e soluzioni acquose. Queste sostanze sono ecotossicanti e ambientale monitoraggio della loro presenza senza dubbio rilevante.

Tuttavia, fenoli più bassi sono anche contenute nelle matrici idrofobe - materiali polimerici, tecniche, nelle quali oli vegetali come antiossidanti somministrati derivati fenolici idrofobiche che non hanno un'elevata tossicità [1].

Rilevanza di questo studio dovuto al fatto che la definizione di sostanze tossiche e antiossidanti fenolici in loro presenza congiunta è possibile solo con l'uso di

metodi ibridi, come estrazione con solvente e cromatografica basata sull'uso di bassa temperatura estrazione liquido-liquido (NZHZHE) e TSH in combinazione con colorimetro digitale.

In colorimetria digitale per l'elaborazione elettronica dell'immagine diversi modelli elettronici di colore, il nostro studio ha utilizzato un modello RGB a tre componenti. RGB è un sistema di additivi, colori sono rappresentati dalla somma dei colori primari. Le immagini digitali elaborate dalla redazione di grafica (Adobe Photoshop, Photo-Paint, ecc) e pacchetti matematici universali hanno la possibilità di lavorare con una immagine digitale (MatLab, MathCAD) [2].

**Parte sperimentale**

Come estraenti per la bassa temperatura di estrazione liquido-liquido idrofilo (NZHZHE) utilizzavano una miscela di acetonitrile - etil acetato (85:15) con acqua in un rapporto di 1:1. In un imbuto separatore sono stati aggiunti 10 ml di una soluzione acquosa di analiti fenoli con 1 mg/ml, aggiungere 10 ml di acetonitrile e acetato di etile (85:15) è stata agitata su un agitatore orbitale OS-20. Dopo poi

collocato in un congelatore e mantenuto per 30 minuti ad una temperatura di  $263 \pm 2^\circ\text{C}$ . Dopo separazione delle fasi acquose e organiche sono state analizzate mediante TSH e metodo photocolorimetry. Analisi del circuito è presentato nel diagramma a blocchi (Fig.1).

Come sviluppatori per il metodo di determinazione del TSH applicate fenoli espositrici reazione cromatica, 2: 1) 0.1N. soluzione di  $\text{KMnO}_4$  in acido acetico diluito, hanno mostrato le macchie gialle su sfondo rosa, e 2) una miscela di cloruro ferrico (III) - ferricianuro, fenoli ha dato macchie Sini [3,4].

La registrazione di macchie di colore sono state eseguite immediatamente dopo il verificarsi delle zone cromatografiche sulla piastra. Per questo le piastre cromatografiche sono stati esaminati portatile palmare scanner ION COPYCAT. Le immagini risultanti sono stati analizzati usando l'editor grafico di Adobe Photoshop (versione CS3).

Dati colorimetrici generalizzate presentati sotto forma di grafici radar (LD) con 6 assi in coordinate polari, che riflette i valori di intensità coordinate ( $F_i$ ) colore nel modello RGB nella stessa sequenza  $R_1, G_1, B_1, R_2, G_2, B_2$ , dove il pedice 1 e 2 appartengono ad una delle reazione colorimetrica (Fig.2) [2]. Per le tecniche photocolorimetric come reagente fotometrico usato diazotato p - nitroanilina.

#### Risultati e discussione

L'identificazione è stata effettuata da zone cromatografiche velocità relativa movimento sul materiale piastra ( $R_f$ ) (Tabella 1).

Coefficienti muniti di distribuzione (D) e il grado di estrazione di fenoli (R%) in acqua - miscela organico (acetone nitrile - acetato di etile (85:15)) ad una temperatura di  $263 \pm 2^\circ\text{K}$  (Tabella 2). I valori ottenuti sono in buon accordo con i dati sulla estrazione liquido - liquido con acetone nitrile in presenza di solfato di ammonio fenolo agente salatura - out. [5]

Tabella. La Figura 3 mostra i risultati dei calcoli dei parametri geometrici del LD.

Come si può vedere dalla fig. 2, AO formare un profilo individuale ("impronta visiva"), che è caratteristica per ciascuna di fenolo, che può essere descritto quantitativamente parametri geometrici AO - area (S), il perimetro (p) e gli array vettoriali fattore vicinanza  $\varepsilon$  [6]. Come una forma di riferimento scelto fenolo AO, quindi  $\varepsilon=0$ . Supponendo che la grande somiglianza visiva si manifesta in un valore più basso del coefficiente, è logico che le maggiori differenze nelle prove di colore si verificano tra fenolo e idrochinone. Ma la conclusione più importante è che le reazioni del colore di composti fenolici dovuti a differenze nella struttura non porta a impostazioni di colore uguali e diversi, e il coefficiente quantifica tali differenze.

Affidabilità dei risultati delle tecniche di calibrazione testati dalla "put- found" (Tabella 4). L'errore totale della determinazione cromatografica non supera il 10%, che corrisponde alla documentazione scientifica.

Durata di analisi del campione preparato 50-55 min, 10-15 meno ZHZHE utilizzando agente salatura in presenza di [5].

Lo sviluppo delle moderne tecniche di estrazione - cromatografica utilizzando TSH problema urgente nei sistemi di estrazione sostituisce solventi tossici e costosi per più sicuro e più conveniente. Pertanto, i nuovi fenoli metodo dosaggio può ridurre la tossicità della fase mobile. Così, acetone nitrile puro ha  $\text{PDK}=10 \text{ mg/md}^3$  e acetato di etile  $\text{PDK}=200 \text{ mg/md}^3$ . Acetato di etile è anche acetone nitrile più economico, che è importante per ZHZHE, che è caratterizzata da un elevato consumo di solventi.

Pertanto, l' applicazione di freddo con il sistema eluizione ZHZHE uso di acetato di etile - acetone nitrile (85:15) preclude l'uso di salatura - out agente accelera la preparazione del campione, riduce il consumo di reagente e tossicità rispetto ai noti metodi di preparazione dei campioni. La combinazione di ZHZHE freddo con successiva determinazione del metodo TSH combinato con colorimetro digitale più

penetranti aumentando il numero di segnali analitici registrati positivamente caratterizzati da semplicità di tecniche e attrezzature, e ha caratteristiche metrologiche soddisfacenti.

**References:**

1. Khorokhordina E.A., Phan Vinh Thinh, Rudakov O.B., Podolina E.A., 2008. Control of free phenols in construction polymers. Herald VSU. Series. Chemistry. Biology. Pharmacy. #1. pp. 47-54.  
 2. Rudakov O.B., Rudakova L.V., Kudukhova I.G., Golovinskiy P.A., Khorokhordina E.A., Grosev E.N., improvement of the method for determining phenols color reactions with the use of digital technologies. Analysis and control. Volume 16, #4. pp. 570-579.

3. Sharshunova M. Schwartz, B., C. Mikhalets, 1980. Thin-layer chromatography in pharmacy and clinical biochemistry. Moscow. World, Volume 1. p.295.  
 4. Modern Instruction TLC. edited by O.G. Larionova. Moscow. Chemistry, 1994. 311.  
 5. E.A. Podolina, O.B. Rudakov, E.A. Khorokhordina, L.A. Kharitonova, 2008. Use acetonitrile to extract the dihydric phenols from aqueous salt solutions and analysis by HPLC. Journal of Analytical Chemistry, Volume 63. #5, pp. 514-518.  
 6. Golovinskiy P.A., 2005. Coherent neuron and pattern recognition. Herald of the Voronezh State Technical University. #9. pp. 115-117.

Tabella 1

Caratteristiche cromatografiche fenoli eluite con acido acetico acetato-cloroformio-etile (50:50:1)

Sostanza	C (mg / ml)	R <sub>f</sub>
Fenolo	1,00	0,70
Idrochinone	1,10	0,64
Orto-tert-butilfenolo	0,98	0,75
Resorcinolo	1,00	0,65
Orto-cresolo	1,20	0,74
Metodi Cresolo	1,00	0,74
P-cresolo	1,20	0,74

Tabella 2

I coefficienti di distribuzione (D) e il grado di estrazione di fenoli (R%); n = 5, P = 0,95

Sostanza	C (mg / ml)	D	R %
Fenolo	1,00	231 ± 11	99,0
Idrochinone	1,10	49 ± 3	94,2
Orto-tert-butilfenolo	0,98	181 ± 7	98,7
Resorcinolo	1,00	46 ± 4	95,2
Orto-cresolo	1,20	104 ± 5	97,8
Metodi Cresolo	1,00	95 ± 5	97,6
P-cresolo	1,20	112 ± 7	97,4

Tabella 3

Parametri geometrici per diversi fenoli LD colorimetrici

Sostanza	C (mg / ml)	S	P	ε
Fenolo	1,00	11590	465	0
Idrochinone	1,10	7062	360	0,702
Orto-tert-butilfenolo	0,98	4025	273	0,506
Resorcinolo	1,00	6968	344	0,547
Orto-cresolo	1,20	6523	332	0,497
Metodi Cresolo	1,00	6732	341	0,460
P-cresolo	1,20	15700	522	0,255

Tabella 4

Risultati di determinazione di utilizzare il metodo fenolo TSH (N = 5, P = 0.95)

Soluzione	Autorizzazione	Fondare	Errore relativo di W, %
Fenolo	0,1	0,0900 ± 0,0030	3,50
Idrochinone	0,1	0,0872 ± 0,0053	6,07
Orto-tert-butilfenolo	0,1	0,0943 ± 0,0043	4,54
Resorcinolo	0,1	0,0948 ± 0,0041	4,35
Orto-cresolo	0,1	0,0972 ± 0,0052	5,38
Metodi Cresolo	0,1	0,0888 ± 0,0073	8,28
P-cresolo	0,1	0,0904 ± 0,0038	4,20

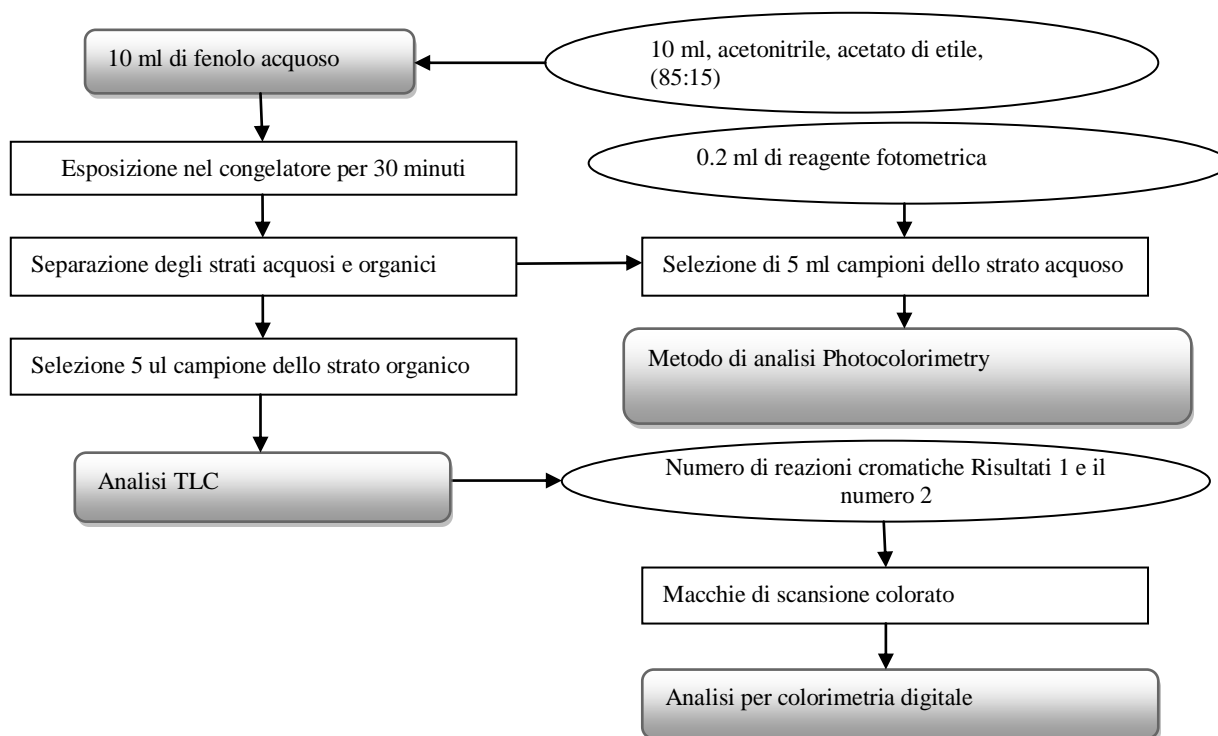


Fig. 1. Schema di analisi

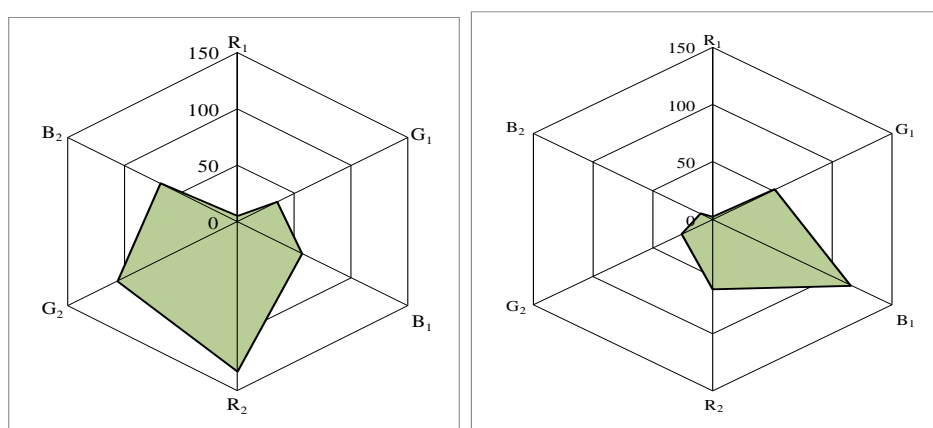


Fig. 2. AO vari composti fenolici: 1 - fenoli; 2 - idrochinone