

## Tesis de Posgrado

# Sobre la determinación del contenido en cresoles y fenoles en líquidos desinfectantes

Naisberg, Jacobo

1945

Tesis presentada para obtener el grado de Doctor en Química de la Universidad de Buenos Aires

Este documento forma parte de la colección de tesis doctorales y de maestría de la Biblioteca Central Dr. Luis Federico Leloir, disponible en [digital.bl.fcen.uba.ar](http://digital.bl.fcen.uba.ar). Su utilización debe ser acompañada por la cita bibliográfica con reconocimiento de la fuente.

This document is part of the doctoral theses collection of the Central Library Dr. Luis Federico Leloir, available in [digital.bl.fcen.uba.ar](http://digital.bl.fcen.uba.ar). It should be used accompanied by the corresponding citation acknowledging the source.

**Cita tipo APA:**

Naisberg, Jacobo. (1945). Sobre la determinación del contenido en cresoles y fenoles en líquidos desinfectantes. Facultad de Ciencias Exactas y Naturales. Universidad de Buenos Aires. [http://digital.bl.fcen.uba.ar/Download/Tesis/Tesis\\_0397\\_Naisberg.pdf](http://digital.bl.fcen.uba.ar/Download/Tesis/Tesis_0397_Naisberg.pdf)

**Cita tipo Chicago:**

Naisberg, Jacobo. "Sobre la determinación del contenido en cresoles y fenoles en líquidos desinfectantes". Tesis de Doctor. Facultad de Ciencias Exactas y Naturales. Universidad de Buenos Aires. 1945. [http://digital.bl.fcen.uba.ar/Download/Tesis/Tesis\\_0397\\_Naisberg.pdf](http://digital.bl.fcen.uba.ar/Download/Tesis/Tesis_0397_Naisberg.pdf)

**TRABAJO DE TESIS**

**presentado por**

**JACOBO H. LEBENG**

**para optar al título de Doctor en Ciencias**

**SOBRE LA DETERMINACION DEL CONEJILLO EN CUBA CERA Y**

**RENDAS EN LIQUIDOS VOLATILIZANTES**

*Tesis*      397

**Universidad de Buenos Aires**

**Facultad de Ciencias Exactas Físicas y Naturales**

**1945**

El tema de esta Tesis fué sugerido por el extinto - profesor Dr. Carlos Guerrero Estrella, siendo luego realizado en el Laboratorio de la Cátedra de Bromatología y en la Oficina Química Municipal bajo la dirección del Dr. - Pedro Cattaneo a quién dejo constancia de mi mas sincero agradecimiento por su valiosa colaboración para llevarla a cabo.

Agradezco también al Dr. Abel Sanchez Dias por haber autorizado la ejecución de este trabajo en los Laboratorios de la Oficina Química Municipal.

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Abel Sanchez Dias', written in a cursive style with a large loop at the end.

Los líquidos desinfectantes, "creolinas", están generalmente formados por mezclas de fenol y cresoles (orto, meta y para) con hidrocarburos y emulsionantes, principalmente jabones resínicos o de ácidos grasos. Estos productos se expenden en forma concentrada, con tenores en fenoles superiores al 15%, debiéndoseles diluir en agua para su uso, de modo que el contenido final en fenoles sea no inferior al 2%.

Es corriente en laboratorios de control, el análisis de los productos concentrados, siendo en esos casos la sola determinación del contenido en fenoles y cresoles la que interesa.

De los métodos citados en la literatura, surge que se han practicado tres tipos de procedimiento para eliminar los emulsionantes a saber:

- a) Por separación de hidrocarburos y fenoles por arrastre con vapor de agua en medio ácido. (1)
- b) Por destilación directa del producto, previamente deshidratado, recogiendo la fracción que destila por encima de 210° C. - hasta aproximadamente 300°C., que contiene los fenoles y cresoles. (2)
- c) Por insolubilización de los ácidos resínicos o grasos por tratamiento con  $Cl_2Ba$  e  $(OH)_2Ba$ , seguido de filtración del insoluble, operando posteriormente sobre el filtrado, que contiene fenoles e hidrocarburos. (3)

De todos estos procedimientos es el de arrastre con vapor de - -

---

(1) Journal of the Soc. of Chemical Industry, 51, 38F (1932)

(2) A.S.T.M. Standard Method of Test for distillation of Creosote, Designation: D 246, (1942) Part. III, pag.679

(3) Loc. citada en (1)

agua en medio ácido, el que aparece como más práctico ya que esta operación es simple y no necesita de la estricta estandarización requerida en el caso de la destilación directa, que requiere por otra parte una deshidratación previa de la muestra. También resulta aparentemente ventajosa, frente al sistema de insolubilización de emulsionantes por precipitación con sales de bario, porqué en este caso es necesario hacer una filtración en la que intervienen dos líquidos inmiscibles, tales como una solución acuosa alcalina que contiene los fenolatos y otra inmiscible con ella, formada por hidrocarburos. Por otra parte este sistema no ha sido mayormente usado.

- - - - -

- TÉCNICAS PARA LA DETERMINACIÓN DE FENOLES Y CRESOLES -

a) Métodos por arrastre.- Se hace mención del procedimiento siguiente. (1) El destilado, vuelto alcalino es concentrado por ebullición desde 1.000 a 200 ml. Cabe hacer notar que no se establece que cantidad de OHNa en exceso se emplea, lo cual es de suma importancia, ya que por fenómenos de hidrólisis, como más adelante se demuestra, se pierden cantidades apreciables de fenol y cresoles en procesos por arrastre con vapor. El líquido concentrado es extraído con eter etílico para eliminar hidrocarburos, operación que también produce extracción de fenoles por fenómenos de hidrólisis. Finalmente se acidifica y extrae con eter los fenoles y la solución eterea es agitada con solución concentrada de OHNa, para extraer nuevamente los fenoles. Este último extracto alcalino, pequeño en volumen, es transferido a una bureta, acidificando con  $\text{SO}_4\text{H}_2$  y midiéndose el volumen de fenoles separado, después de un largo reposo.

---

(1) Journal of the Soc. Of. Chemical Industry (loc. cit.)

Esta técnica que originalmente ha sido descrita sin mención de ensayos de recuperación, está como se vé sujeta a causas de error por pérdidas y es engorrosa en su fase final porqué los fenoles y cresoles dada su viscosidad no se reúnen cuantitativamente a los efectos de la apreciación de su volumen.

b) Métodos por destilación directa.- La fracción de destilación que contiene los fenoles y cresoles (1) sirve para su determinación. Según (2) el destilado es extraído con bencol y el extracto así obtenido <sup>extraído</sup> a su vez con solución de  $\text{ONH}_2$  al 1% hasta agotamiento de los cuerpos fenólicos. Los extractos alcalinos, son transferidos a una bureta especial, acidificados para liberar los fenoles, añadiéndose entonces un volumen conocido de un solvente (nafta) que los extrae. Por reposo se mide el aumento de volumen ocurrido en este solvente, que corresponde al ocupado por los cuerpos fenólicos. Esta técnica elimina así los inconvenientes derivados de la viscosidad de los cuerpos fenólicos.

-----

Cualquiera sea el procedimiento que se siga, se exige trabajar sobre cantidades de creolina, superiores a 50 y a veces 100 ml. Este hecho no es por lo general inconveniente, pero a veces no se dispone de muestra suficiente. Por esta motivo, decidimos adoptar un procedimiento que permitiera el trabajo sobre unos 10 gr. de creolina, con -

---

(1) A.S.T.M. (loc. cit.)

(2) Standard Method of Test por Tar Acids in Creosote and Creosote Coal Tar Solutions. A. S.T.M. Designation D- 453 Part. III pag. 694 - -  
( 1942 )

lo cual el sistema de destilacion directa no era ya practicable. - Solo cabía el arrastre con vapor, que produce un destilado no menor de 1 litro y sobre el cual debe hacerse la determinacion del contenido en fenoles y cresoles. La experimentación seguida es la que figura a continuacion.

- - - - -

- SOBRE LA VOLATILIDAD DEL FENOL ( Puro ) Y CRESOLES ( Técnicos) -

Ya que los cresoles y fenoles son determinados por regla general por métodos volumétricos y teniendo en cuenta que tales procedimientos no son suficientemente exactos cuando se trabaja sobre poca cantidad de crecolinas ( 10 g. ) hemos pensado en la posibilidad de proceder por pesada. Como, además será necesario eliminar un solvente ( eter etílico ) y paralelamente agua que inevitablemente se producirá durante la evaporación del mismo, surge que las condiciones de temperatura a aplicarse serán las de 100° C. Por esa razón decidimos establecer en que medida esas condiciones de temperatura afectarían a los fenoles y cresoles por probable volatilización.

Para ello, aproximadamente 2g. de fenol puro y meta y para cresoles técnicos, en Erlenmeyer de 100 ml. de capacidad, fueron colocados en estufa a la temperatura de 100° C., controlándose por pesada las pérdidas sufridas en 0,5 ; 1 ; 1,5 ; 2 ; y 2,5 horas de calentamiento como máximo, por considerar que en ningún caso los tiempos de secado excederían a este límite. El cuadro siguiente muestra el fenol y cresoles remanentes durante esos calentamientos y también en el caso de una cantidad igual de mezcla por partes iguales de fenol y meta y orto cresol.

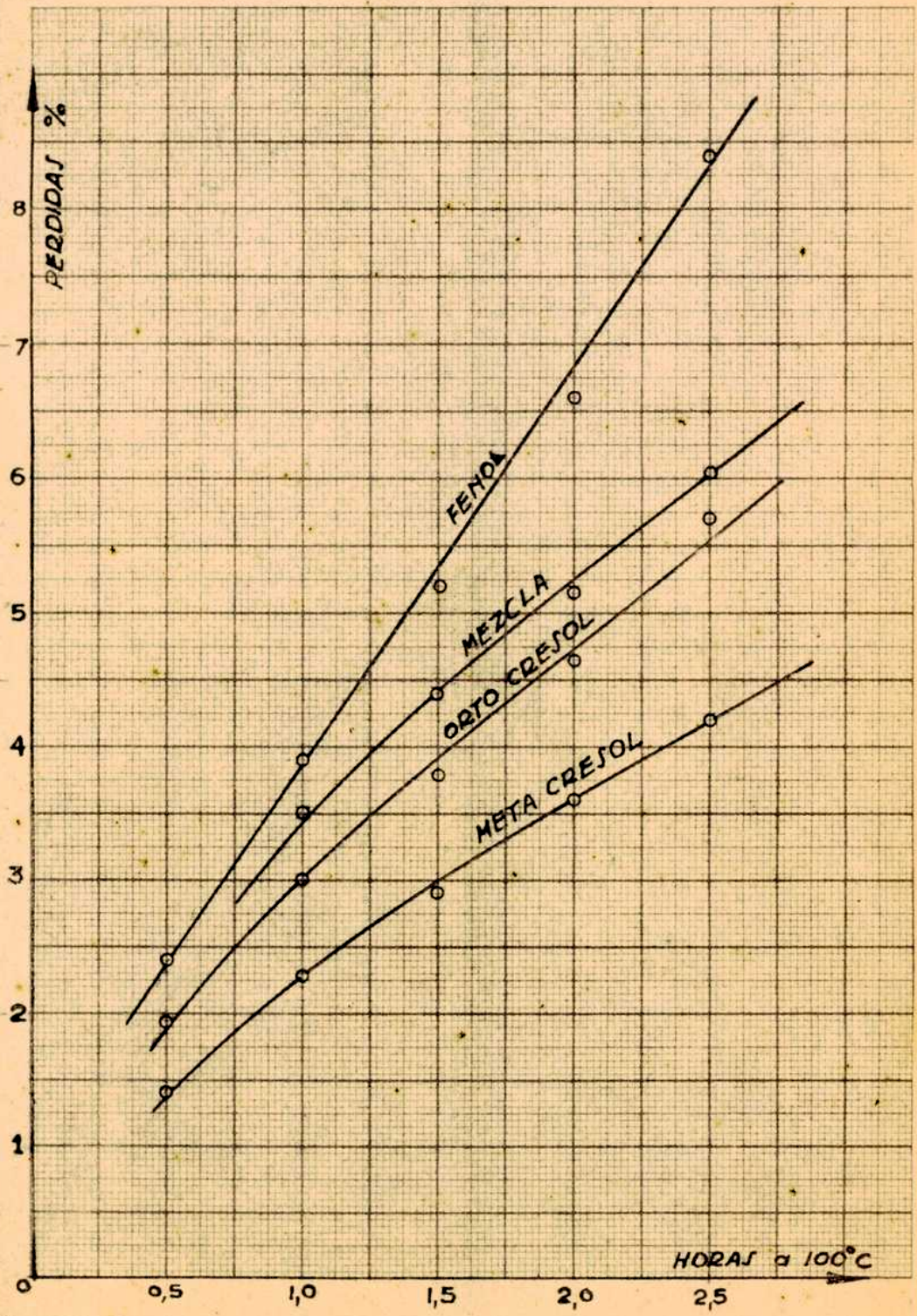
	PESO INICIAL	0,5 HORA	1 HORA	1,5 HORAS	2 HORAS	2,5 HORAS
META-CRESOL	2,1088	2,0790	2,0606	2,0480	2,0346	2,0198
ORTO-CRESOL	2,2120	2,1688	2,1456	2,1284	2,1190	2,0854
FENOL	2,4614	2,4026	2,3640	2,3328	2,2988	2,2548
M E Z C L A	2,1699	-	2,0937	2,0741	2,0581	2,0386



A continuación figuran, deducidos del cuadro anterior, las pérdidas % registradas:

	0,5 HORA	1 HORA	1,5 HORAS	2 HORAS	2,5 HORAS
META-CRESOL	1,42	2,28	2,88	3,51	4,22
ORTO-CRESOL	1,95	3,00	3,77	4,65	5,72
FENOL	2,38	3,91	5,22	6,60	8,39
MEZCLA	-	3,51	4,41	5,15	6,05

Estos valores han sido representados graficamente en función de las horas de calentamiento a 100° C. constatándose facilmente que de todos ellos el fenol es el mas volátil en esas condiciones, siguiéndole el orto cresol y finalmente el meta.



La volatilidad de todos ellos no es despreciable, pero resulta no excesiva para los fines perseguidos toda vez que resulta conocida de esta manera la magnitud de los errores que pueden cometerse por tal tratamiento.

- - - - -

- RECUPERACION DE FENOL, META-CRESOL, ORTO-CRESOL Y MEZCLA -  
- DE ELLOS POR ARRASTRE CON VAPORES -

Como primer paso de los ensayos, consideramos de interes hacer ensayos de recuperacion de cantidades conocidas de fenol puro, meta-cresol y orto-cresol técnicos y de mezclas de los tres por arrastre con vapor de agua.

Con ese fin, alrededor de 2g. de cada uno de ellos y en operaciones por separado; pesados en un pequeño vasito de p.pdos. son transferidos cuantitativamente con pequeñas porciones de sol. diluida de  $\text{ClNa}$  a un matras de 500 ml. de capacidad, acidifica con  $\text{SO}_4\text{H}_2$  ( 1 : 3 ) y procede por arrastre con vapor de agua, hasta coleccionar 1 litro de destilado, que se recoge sobre Sol. d. sol. acuosa de  $\text{NaOH}$  al 20%. El destilado, cuantitativamente transferido (por pequeños lavados acuosos) a una ampolla de decantación de 2 litros, se satura con  $\text{ClNa}$  (unos 400 g.), acidifica con  $\text{SO}_4\text{H}_2$  ( 1:3 ), empleando unos 10 ml. y extrae por tres veces consecutivas con éter etílico, empleando 300 ml. por vez y agitando energicamente. Los extractos etéreos reunidos, se lavan por dos veces, agitando energicamente con 50 ml. por vez de solución saturada de  $\text{ClNa}$ , seca por agregado de 20g. de  $\text{SO}_4\text{Na}_2$  y filtra, recogiendo el filtrado en un Erlenmeyer de 2 litros de capacidad. El éter se recupera por destilación a B.M. y el residuo se transfiere cuantitativamente con pequeñas porciones de éter a un pequeño Erlenmeyer de 100 ml., previamente secado a  $100^\circ\text{C}$  y tarado. El éter se evapora a Baño María y finalmente se deja en estufa a  $100^\circ\text{C}$ , pesando a las 2 horas de calentamiento. Los resultados logrados figuran en los siguientes cuadros:

	Cantidad tratada (g.)	Residuo en 2 Horas a 100° C	Error
FENOL	2,020	2,198	+ 3,8
O-CRESOL	2,059	2,060	+ 0,4
O-CRESOL	2,059	2,059	0,0
M-CRESOL	2,018	2,068	+ 2,4

En los ensayos con mezclas de fenol + cresoles, se hicieron - ensayos sobre 2; 3; y 5,0 gramos de mezcla aproximadamente, para ver la influencia del tiempo de secado a 100° C.

Cantidad de Mezcla ensayada (g.)	Residuo en estufa 1,5 Horas 100° C. (g.)	Residuo en estufa 2 Horas 100° C. (g.)	Residuo en estufa 2,5 Horas 100° C. (g.)	Residuo en estufa 3,5 Horas 100° C. (g.)	Error % 2 Hs	Error % 2,5 Hs	Error % 3,5 Hs
2,046	2,4696	2,3678	-	-	+ 2,7	-	-
1,7892	1,8000	1,8020	-	-	+ 0,7	-	-
3,2338	3,5248	3,3768	3,2924	-	+ 4,4	+ 2,5	-
5,0472	5,7080	5,4780	5,3008	5,1000	+ 8,5	+ 5,6	+ 3,0

Como se ve, para cantidades de aproximadamente dos gramos, bastan 2 horas de secado, mientras que para cantidades mayores es necesario prolongar los tiempos de secado. Para errores no mayores del - 3%, posteriores calentamientos a 100° C., hacen disminuir las pesadas en cantidades mucho menores, que no son mayores de 3 a 4 centigramos para ± 2g. de fenoles y para lapsos de calentamiento no mayores de -

1/2 hora, lo que indica que el disolvente y agua han sido eliminados y que ocurren solo pérdidas de fenoles por volatilización.-

- - - - -

Como es sabido las "creolinas" están principalmente formadas por fenoles y cresoles, hidrocarburos y emulsionantes. Aplicando para la determinación la separación por arrastre, este puede hacerse de dos maneras a saber:

- a) Arrastre con vapor en medio ácido: En este caso, el destilado contendrá la totalidad de fenoles y cresoles e hidrocarburos arrastrables por vapor.
- b) Arrastre con vapor en medio alcalino: En este caso el destilado contendrá los hidrocarburos arrastrables. Un segundo arrastre en medio ácido, producirá un destilado que contendrá los fenoles y cresoles.

Se procedió entonces a estudiar ambos procedimientos.

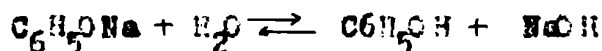
-----

#### a) ARRASTRE CON VAPOR EN MEDIO ACIDO

Como ensayos de orientación se procedió a determinar el contenido en cresoles y fenoles de una creolina. Procediendo como en el caso de los ensayos de recuperación de fenoles y cresoles puros por destilación, se recogió 1 litro de destilado.- El primer problema consistió en eliminar los hidrocarburos. Para ello el destilado (alcalino fuerte a la fenolftaleína) se agitó con 200 ml. de éter etílico, observándose muy mala separación de ambas capas. Por agregado de  $\text{ClNa}$  hasta saturación (unos 400 gr.) la separación se logró, repitiéndose entonces otra extracción con 200 ml. de éter. En estas condiciones el líquido acuoso fué acidificado con  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1:3) y extrayeron los fenoles y cresoles liberados por 3 extracciones etereas como ya ha sido descrito. Los resultados fueron los siguientes:

Creolina (g.)	Fenoles y Cresoles (90-100%) 2 Hs.	Fenoles+Cresoles % Creolinas
10,581	0,2312	2,29
10,657	0,3092	3,07

Estos resultados extremadamente bajos ya que el líquido ensayado contenía con seguridad más del 15% de fenoles y cresoles hizo pensar que durante la extracción etérea de hidrocarburos y a pesar del medio fuertemente alcalino, se extraía también la mayor parte de los fenoles como consecuencia de fenómenos de hidrólisis



Se hizo entonces un tercer ensayo, desarrollado en igual forma, pero extrayendo por 2 veces consecutivas la solución etérea que contenía los hidrocarburos, con 100 ml. por vez de sol. al 10% de  $C_6H_5Na$ , añadiendo estos líquidos de extracción a la capa acuosa original, antes de acidificar y proceder a la extracción de fenoles y cresoles

Creolina (g.)	Residuo (2 Hs.)	Fenoles+Cresoles %
10,2372	0,6618	6,61

resultado también bajo, pero que muestra que las condiciones de trabajo adoptadas eran muy deficientes.

Como comprobación final en estos ensayos se hicieron 2 experiencias (I) y (II) sobre aproximadamente 2g. de cresoles y fenoles puros, adicionados a 10 ml. de  $C_6H_5Na$  al 20% y 1 litro de agua, hacién



dose luego 2 extracciones con 25 ml. por vez de éter etílico en el 1er caso y luego saturar con  $\text{ClNa}$  en el segundo. Por lo tanto, en ausencia de hidrocarburos se ha procedido como si los hubiese. Por destilación del éter y secado a  $100^{\circ}\text{C}$ . durante 2 horas, se determinó en ambos casos la cantidad de fenol+cresoles extraída, con los resultados que siguen:

Ensayo	Fenoles+Cresoles en ensayo (g.)	Ext. eterico 2Hs. $100^{\circ}\text{C}$ . (g.)	% de Fenol + Cresol extraido
I	2,2156	0,1880	8,48
II	2,4205	1,6136	66,5

En consecuencia, bajo las condiciones de separación de hidrocarburos planeada y teniendo en cuenta que el empleo de  $\text{ClNa}$  hasta saturación se hacía necesario trabajando sobre creolinas, se introducen errores enormes que imposibilitan este sistema de trabajo. Aún en el supuesto de poder trabajar sin  $\text{ClNa}$ , también se cometía un error grande.

Se pensó también en aumentar la cantidad de  $\text{ClNa}$  presente en el líquido al efectuar las extracciones etericas para separar los hidrocarburos, pero los ensayos efectuados con ese fin mostraron que tales cantidades eran muy grandes y que paralelamente se hacía necesario el empleo de un  $\text{ClNa}$  libre de compuestos de magnesio pues en esos casos se producía un abundante precipitado de  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  que imposibilitaba mucho la separación de las capas eter-agua por interponerse entre ellas.

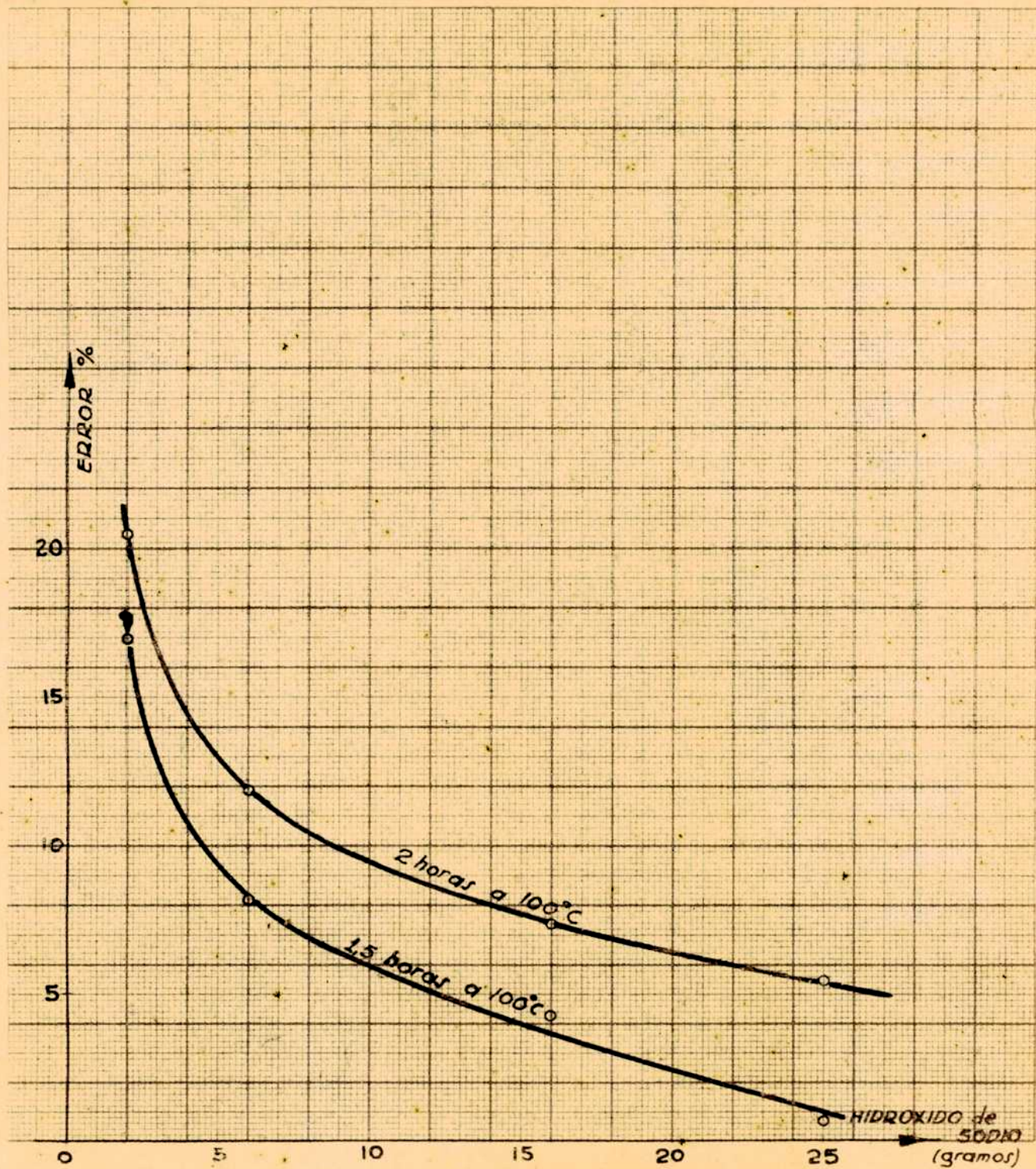
b) ARRASTRE CON VAPOR EN MEDIO ALCALINO

El objeto de estos ensayos ha sido establecer si los inconvenientes ocasionados por la presencia de hidrocarburos en el destilado obtenido por arrastre en medio ácido, podían ser evitados eliminándolos <sup>1º</sup> por arrastre en medio alcalino. La suposición de que tan solo ellos pasarían en este destilado era desde ya imposible, ya que - en este caso las condiciones de hidrólisis se ven favorecidas por el aumento de temperatura. Sin embargo decidimos practicar algunos ensayos.

Con ese fin, aproximadamente 2g. de mezcla de fenol y cresoles puros, alcalinizados con cantidades diferentes de  $\text{NaOH}$ , fueron arrastrados con vapor de agua, recogién dose 1 litro de destilado; luego se acidifica con  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1:3) (rojo de metilo) procediéndose a recoger otro litro. Sobre ambos destilados se extrajo con éter según ya ha sido descrito. El cuadro siguiente resume los resultados observados en los 5 ensayos efectuados, consignándose en él las cantidades de  $\text{NaOH}$  empleadas y las cantidades de fenoles + cresoles recuperados en ambos destilados

Ensayo Nº	Fenoles + Cresoles tratados (g.)	NaOH presente (g.)	Fenoles+Cres soles en destilado 2 Secado 1,5hs (g.)	Fenoles+Cres soles en destilado 2 Secado 2 (g.)	Error correspon diente a 1,5 Hs.de secado	Error correspon diente a 2 Hs. de secado	Fenoles+Cres soles en destilado 1 (g.)	Total Recu perado (g.)	Error sobre Total Re cuperado
1	2,2742	2,0	1,8306	1,8074	- 16,8	- 20,5	0,4350	2,2432	- 1,3
2	2,2284	2,0	1,8436	1,7668	- 17,0	- 20,7	0,4644	2,2312	+ 0,1
3	2,1914	6,0	2,012	1,9291	- 2,2	- 11,0	0,2154	2,1445	- 2,1
4	2,1374	16,0	2,0460	1,9704	- 4,3	- 7,4	0,1890	2,1684	+ 1,4
5	2,1428	25,0	2,1282	2,0234	- 0,7	- 5,5	0,1174	2,1488	0,0

Los errores calculados para los fenoles y cresoles recuperados en los destilados nº 2 (medio ácido) secados por 1 hora y media y 2 horas respectivamente a 100°C, fueron representados graficamente en su ción de las cantidades de OMS presentes en los ensayos.



Aceptando, como ya fué establecido, el tiempo de secado en 2 horas a  $100^{\circ}\text{C}$ , la curva correspondiente muestra que las cantidades de NaOH necesarias para disminuir aún más los errores crecerían mucho, dado que no se trata de una función lineal. El error mínimo alcanzado  $-5,5\%$  demandó el empleo de 25 g. de NaOH, cantidad ya excesiva, pues dificulta las operaciones siguientes de acidificación, para proceder al arrastre en medio ácido. Sin embargo, se consideró satisfactorios los resultados, pues ese error es aceptable, siendo además posible haber una corrección de acuerdo al mismo o proceder por secado a  $100^{\circ}\text{C}$  durante 1,5 horas, en cuyo caso para la misma cantidad de NaOH empleada el error sería despreciable.

- APLICACION A LAS CREOLINAS -

Se hicieron ensayos sobre una creolina de aproximadamente 20% de cresoles + fenoles. Se trabajó sobre 10 g. de la misma, con lo cual nos poníamos en condiciones de los ensayos anteriores con respecto a los cresoles y fenoles presentes en la operación.

El primer ensayo se hizo, adicionando 25 g. de NaOH y destilando. Se observó abundante formación de espuma lo que imposibilitó el arrastre. Para evitar este inconveniente se hizo otro ensayo análogo, pero adicionando además 4 g. de cloruro de bario, con lo cual los jabones fueron precipitados, desapareciendo la formación de espuma. Además se empleó una doble trampa exteriormente protegida por asbesto para evitar cualquier arrastre mecánico. Se recogió 1 litro de destilado, comprobándose que no era suficiente para eliminar los hidrocarburos arrastrables por vapor, con lo cual al acidificar y proceder al arrastre de fenoles y cresoles obtuvimos nuevamente un

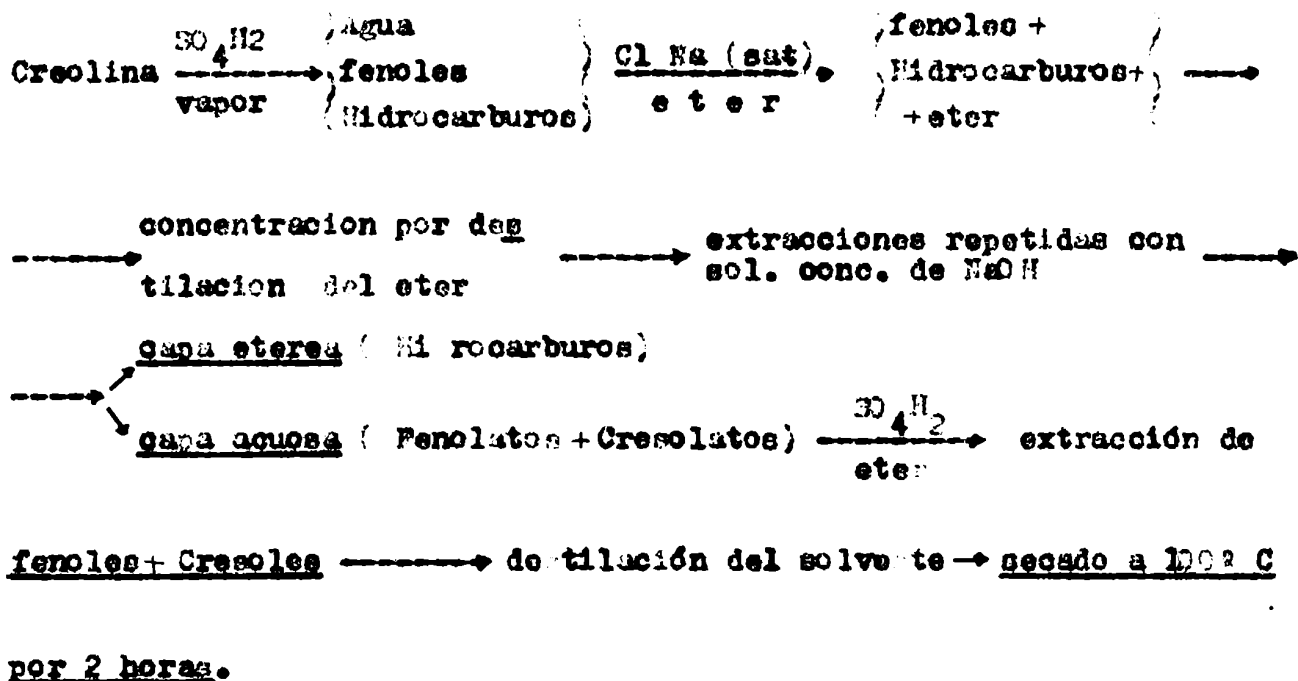
destilado no exento de hidrocarburos que creaba nuevamente el problema de su separación con todos los inconvenientes ya señalados.

Ademas pudo probarse que según la creolina ensayada variaba considerablemente la cantidad de hidrocarburos presentes en el segundo-destilado, con lo cual toda tentativa de "standardización" resultaba inútil. Por ese motivo estas tentativas fueron abandonadas.

Los ensayos reseñados dejan sin embargo un saldo de utilidad en lo que respecta a la importancia que debe atribuirse al exceso de álcalis (hidróxidos) necesarios para evitar arrastre de fenoles en general, en operaciones que demanden ese tratamiento.

- TECNICA ADOPTADA -

La única solución que apareció fué la de someter la creolina al siguiente proceso:



La siguiente técnica fué adoptada, luego de haber hecho los en-

sayos de recuperación que más adelante se transcriben.

- a) Pesar alrededor de 10 g. de creolina en un vasito de precipitados y pasar cuantitativamente al balón de arrastre (de 500 ml) con pequeñas porciones de agua y finalmente con pequeñas porciones de sol. acuosa de NaOH al 10%.
- b) Añadir solución de ácido sulfúrico 1:3 hasta reacción ácida al rojo de metilo (10 ml.)
- c) Adaptar el refrigerante y pasar vapor de agua hasta coleccionar 1 litro de destilado recogido sobre 5 ml. de solución acuosa de NaOH al 20%.
- d) Pasar el destilado cuantitativamente a una ampolla de decantación de 2 litros, valiéndose de pequeños lavados acuosos. Saturar con  $ClNa$  (unos 400 gr.) y extraer fenoles e hidrocarburos mediante 4 extracciones con éter etílico empleando 500 ml. por vez. Los líquidos etereos reunidos, se pasan a un fiasco Erlenmeyer de 2 litros de capacidad y se recupera el éter por destilación a Baño María.
- e) El residuo (fenoles + hidrocarburos) se pasa cuantitativamente a una ampolla de decantación de 250 ml. de capacidad por lavados sucesivos con porciones de éter etílico, empleando en total unos 100 ml.
- f) Se añaden 10 ml. de solución acuosa de NaOH al 20% y agita circularmente. La capa acuosa (hay buena separación) se recoge en otra ampolla de decantación de 500 ml. de capacidad y se repiten 4 extracciones más con igual cantidad de solución alcalina por vez, pero agitando energicamente y recogiendo también estos extractos acuosos en la ampolla de 500 ml.

- g) A los líquidos acuosos reunidos en esta ampolla, se añade cantidad suficiente de sol. de  $\text{SO}_4\text{H}_2$  (1:3) hasta reacción ácida al rojo de metilo; se satura con  $\text{ClNa}$  y extraen los fenoles - por enérgica agitación con 100 ml. de éter etílico, repitiendo estas extracciones por dos veces más.-
- h) Los líquidos etereos, reunidos en otra ampolla de decantación de 500 ml. de capacidad se lavan por agitación con 30 ml. de - solución saturada de  $\text{ClNa}$ , decanta la capa acuosa que se desecha y añade 5g. de  $\text{SO}_4\text{Na}_2$ , agita y filtra, recogiendo el filtrado en un Erlenmeyer de un litro. Se recupera el éter por destilación a B.M. y el residuo se pasa cuantitativamente a un Erlenmeyer de 100 ml. de capacidad por pequeños lavados etéreos. Se evapora el éter a B.M., seca a  $100^\circ\text{C}$  durante 2 horas, deja enfriar en desecador y pesa. Finalmente se refiere a 100 g. de creolina y si se desea se calcula en gramos % ml. teniendo en cuenta la densidad del producto.-

-----  
- ENSAYOS DE RECUPERACION -

Se procedió a determinar mediante 2 ensayos conducidos de acuerdo a esta técnica, el contenido en fenoles y cresoles de una creolina del comercio. Los resultados fueron muy concordantes, como puede verse a continuación:

Creolina	Fenoles + Cresoles pesados (g.)	Fenoles + Cresoles % Creolíñas
10,149	2,0112	19,8
10,100	2,0256	20,0



# FOEN-A.

Admitiendo el contenido de 20,0%, se hicieron ensayos de recuperacion de cantidades conocidas de mezclas de fenol+creoles añadidas exprofeso a E.g. de la misma creolina, según se detalla a continuación:

Creolina (g.)	Fenoles+Creoles en Creolina (g.)	Fenoles+ +Creoles añadidos (g.)	Fenoles + +Creoles Recuperados (g.)	Error % de Fenoles+Creoles totales
10,033	2,0186	0,5760	2,6658	+ 2,8
10,036	2,0192	0,5918	2,5006	- 1,0
11,231	2,0463	1,0638	2,0658	- 4,6

El tiempo de secado de 2 horas a 120°C, resulta ser suficiente cuando la eliminacion del éter a B. . ha sido casi total. Si por el contrario, se lo introduce en la estufa antes que tal suceda, - puede ocurrir que sea insuficiente y en tal caso debe prolongarse hasta que se observe que la diferencia entre dos pesadas consecutivas que comprendan a un tiempo de secado de 30 minutos, no sea mayor de unos 3 centigramos, para una pesada de fenoles y creoles comprendida entre 2,0 y 2,5 gramos.

))) ----- (((

# FOFNA

## CONCLUSIONES

- 1) Se ha estudiado un método para determinar por pesada, el contenido de cresoles y fenoles en líquidos desinfectantes "creolina" - que permite trabajar sobre 10 g. de los mismos. Los ensayos de recuperación de cantidades conocidas de fenol+cresoles, dieron errores comprendidos entre - 4,6 y +2,8%.
- 2) Estudiando la posibilidad de separar hidrocarburos emulsionados - en una solución acuosa alcalina de fenolatos, por extracción con un solvente inmiscible, se comprobó que debido a fenómenos de hidrólisis, se extraen conjuntamente cantidades importantes de fenoles.
- 3) Del mismo modo, la separación de hidrocarburos por arrastre con vapor de agua en medio fuertemente alcalino no impide el arrastre de fenoles, cuya cantidad depende del exceso de álcali empleado. Los valores que se dan a este respecto pueden ser de utilidad en operaciones análogas para evitar pérdidas importantes de fenoles.
- 4) En ensayos para establecer la volatilidad a 100°C de fenol puro - y orto y meta cresoles técnicos, se constató que el 1º es mucho más volátil en esas condiciones, siguiendo en orden decreciente el orto y finalmente el meta-cresol.