

ČESKOSLOVENSKÁ  
SOCIALISTICKÁ  
REPUBLIKA  
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

**248490**

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.<sup>4</sup>  
G 01 N 30/00

(22) Prihlášené 07 12 84

(21) (PV 9484-84)

(40) Zverejnené 17 07 86

(45) Vydané 15 03 88

(75)

Autor vynálezu

BYSTRICKÝ LUBOR ing., PETRO MILAN RNDr., BRATISLAVA

(54) Spôsob stanovenia obsahu fenolu a substituovaných fenolov

**1**

**2**

Riešenie sa týká spôsobu stanovenia obsahu fenolu a substituovaných fenolov v medziproduktoch, technických produktoch a finálnych prípravkoch prísad do polymérov na báze esterov kyseliny fosforečnej priamo metódou plynovej chromatografie.

Riešenie je možné využiť v chemickom priemysle — v analytickej chémii.

Vynález sa týka spôsobu stanovenia obsahu fenolu a substituovaných fenolov v medziproduktoch, technických produktoch a finálnych prípravkoch prísad do polymérov na báze esterov kyseliny fosforečnej metódou plynovej chromatografie.

Doterajší postup stanovenia obsahu fenolu a substituovaných fenolov v medziproduktoch, technických produktoch a finálnych prípravkoch prísad do polymérov na báze esterov kyseliny fosforečnej je založený na extrakcii do vodného roztoku hydroxidu draselného a následnej spektrofotometrickej kvantifikácii na základe absorpcie UV žiarenia vid' Zolotaevova G. P., Strutskaia V. G.: Chim. Prom-st., Ser. Metody Anal. Kontroly a Kač. Prod. Chim. Prom-sti **10**, 14—17, 1980. Tiež sa využívajú reakcie fenolických látok so selektívnymi činidlami a absorpcia žiarenia vzniknutými produktami vid' Jerzy Urbanski, Chemia Analit. **15**, 3, 615—627, 1970.

Nevýhodou doteraz známych spôsobov stanovenia je skutočnosť, že neumožňujú stanovenie presného zloženia fenolu a substituovaných fenolov ani presné stanovenie obsahu vzhľadom na rozdielne mólové absorpčné koeficienty fenolu a substituovaných fenolov a navyše sú značne neselektívne.

Teraz sa zistilo, že obsah fenolu a substituovaných fenolov v medziproduktoch a finálnych prípravkoch prísad do polymérov na báze esterov kyseliny fosforečnej možno stanoviť priamo, spôsobom podľa vynálezu.

Podstata vynálezu spočíva v tom, že sa presne navážené množstvo vzorky prevedie do rozpustnej formy so konštantným objemom pridaním organického rozpúšťadla zo skupiny zahrňujúcej alkoholy, ketóny, étery a acetonitril. Takto pripravená vzorka sa následne priamo analyzuje na chromatografickej kolóne pri teplote v rozsahu 140 až 170 °C, pričom obsah jednotlivých stanovovaných substituovaných fenolov a fenolu vyhodnocuje porovnaním chromatografického

záznamu so záznamom zmesi štandardov substituovaných fenolov a fenolu upravených a chromatografických rovnakým spôsobom ako vzorka.

Pe elúcii stanovovaných látok sa estery kyseliny fosforečnej vypudia z kolóny zvýšením teploty minimálne na 250 °C.

Stanovenie podľa vynálezu je výhodné uskutočniť na chromatografickej kolóne so zakotvenou fázou typu silikónového polyméru.

Okrem umožnenia priameho stanovenia obsahu fenolu a substituovaných fenolov, ďalšie výhody vynálezu oproti známym postupom spočívajú v tom, že umožňuje rýchle a dostatočne spoľahlivé stanovenie obsahu jednotlivých substituovaných fenolov a fenolu v medziproduktoch, technických produktoch a finálnych prípravkoch prísad do polymérov na báze esterov kyseliny fosforečnej vo vzorkách ľubovoľných fyzikálno-chemických vlastností.

Predmet vynálezu ilustruje, ale neobmedzuje nasledujúci príklad.

#### Príklad prevedenia

Stanovenie obsahu fenolu, o-izopropylfenolu, p-izopropylfenolu, 2,4-diizopropylfenolu, 2,6-diizopropylfenolu, 2,4,5-triizopropylfenolu a 2,4,6-triizopropylfenolu v retardére horenia na báze izopropylfenyl, fenylester kyseliny fosforečnej.

Do 25 cm<sup>3</sup> odmernej banky sa naváži 2,5 g vzorky a rozpustí sa v acetóne. Roztok sa dávkuje na chromatografickú kolónu. Obsah jednotlivých zložiek sa stanoví porovnaním plôch príslušných pík s plochami pík chromatografovaného kalibračného roztoku obsahujúceho v 25 cm<sup>3</sup> po 10 mg štandardu fenolu, štandardu o-izopropylfenolu, štandardu p-izopropylfenolu, štandardu 2,4-diizopropylfenolu, štandardu 2,6-diizopropylfenolu, štandardu 2,4,5-triizopropylfenolu a štandardu 2,4,6-triizopropylfenolu.

#### PREDMET VYNÁLEZU

1. Spôsob stanovenia obsahu fenolu a substituovaných fenolov v medziproduktoch, technických produktoch a finálnych prípravkoch prísad do polymérov na báze esterov kyseliny fosforečnej metódou plynovej chromatografie, vyznačujúci sa tým, že sa presne navážené množstvo vzorky prevedie do rozpustnej formy s konštantným objemom pridaním organického rozpúšťadla zo skupiny zahrňujúcej alkoholy, ketóny, étery a acetonitril a následne sa priamo analyzuje na chromatografickej kolóne pri teplote v rozsahu 140 až 170 °C, pričom obsah jednotlivých stanovovaných substituovaných

fenolov a fenolu vyhodnocuje porovnaním chromatografického záznamu so záznamom zmesi štandardov jednotlivých stanovovaných substituovaných fenolov a fenolu upravených a chromatografovaných rovnakým spôsobom, pričom ďalej po elúcii stanovovaných substituovaných fenolov a fenolu sa estery kyseliny fosforečnej vypudia z kolóny zvýšením teploty aspoň na 250 °C.

2. Spôsob podľa bodu 1, vyznačujúci sa tým, že vzorky sa stanovujú na chromatografickej kolóne so zakotvenou fázou typu silikónového polyméru.