



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

(22) Prihlášené 24 12 80
(21) (PV 9299-80)

(40) Zverejnené 26 03 82

(45) Vydané 15 05 84

217 494
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 C 39/00

(75)

Autor vynálezu

BYSTRICKÝ LUBOR ing., TRNAVA

(54) Spôsob priameho stanovenia obsahu substituovaných fenolov v herbicídne účinných technických produktoch a finálnych prípravkoch typu fenoxalkánkarboxylových kyselín

Spôsob priameho stanovenia obsahu substituovaných fenolov v herbicídne účinných technických produktoch a vo finálnych prípravkoch typu fenoxalkánkarboxylových kyselín metódou plynovej chromatografie, z presne naváženeho množstva vzorky, ktoré sa prevedie do rozpustnej, stanoviteľnej formy s konštantným objemom pridaním zmesi rozpúšťadiel, tvorenej HCl v koncentrácii $1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ a acetónom vo vzájomnom pomere objemov 2:3 a následne analyzuje na chromatografickej kolóne pri teplote v rozsahu 140 až 170 °C, pričom sa obsah jednotlivých stanovovaných substituovaných fenolov vyhodnocuje porovnaním chromatografického záznamu so záznamom zmesi štandardov jednotlivých stanovovaných substituovaných fenolov upravených a chromatografovaných rovnakým spôsobom, pričom ďalej po elúcii stanovovaných substituovaných fenolov sa stanovené fenoxalkánkarboxylové kyseliny vypudia z kolóny zvýšením teploty najmenej na 250 °C.

Vzorky sa s výhodou stanovujú na chromatografickej kolóne so zakotvenou fázou typu silikónového polyméru.

Predmetom vynálezu je spôsob priameho stanovenia obsahu substituovaných fenolov v technických produktoch a vo finálnych prípravkoch látok s herbicídnymi účinkami, typu fenoxalkánkarboxylových kyselín metódou plynovej chromatografie.

Doterajšie postupy stanovenia obsahu substituovaných fenolov v technických produktoch a finálnych prípravkoch fenoxalkánkarboxylových kyselín sú založené alebo na skupinovej reakcii fenolických látok so 4-aminoantipyrínom za vzniku charakteristického zafarbenia a následným kolorimetrickým vyhodnotením vzorky, (Gottlieb S., Marsh P. B., Ind. Eng. Chem. Anal. Ed. **18**, 16, 1946) ktorá neumožňuje stanovenie jednotlivých zlúčenín, ani presné stanovenie celkového obsahu fenolických látok, alebo na predchádzajúcej extrakcii substituovaných fenolov zo vzoriek, ich následnej derivatizácii vhodným derivatizačným činidlom a stanovením extrahovaných, derivatizovaných zlúčenín metódou plynovej chromatografie [M. P. Heenan; J. Chromatogr. Sci. **12** (2) 89—90 (1974)].

Teraz sa zistilo, že obsah substituovaných fenolov možno stanoviť priamo, spôsobom podľa vynálezu.

Podstata vynálezu spočíva v tom, že sa presne navážené množstvo vzorky prevedie do rozpustnej, stanoviteľnej formy s konštantným objemom pridaním zmesi rozpúšťadiel zloženej z HCl s koncentráciou 1 mol.l⁻¹ a acetónu so vzájomným pomerom objemov 2 : 3. Takto pripravený roztok sa analyzuje na chromatografickej kolóne pri teplote v rozsahu 140 až 160 °C, pričom obsah jednotlivých stanovovaných substituovaných fenolov sa vyhodnocuje porovnaním so zmesou štandardov jednotlivých stanovovaných substituovaných fenolov upravených a chromatografovaných za rovnakých podmienok ako vzorka. Po elúcii stanovovaných látok sa nestanovované fenoxalkánkarboxylové kyseliny z kolóny vypudia 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 substituovaných fenolov ďalšie výhody vynálezu oproti známym postupom spočívajú v tom, že umožňujú presné, rýchle a dostatočne spoľahlivé stanovenie obsahu jednotlivých substituovaných fenolov v technických produktoch a upravených prípravkoch s herbicídnym účinkom typu fenoxalkánkarboxylových kyselín vo vzorkách ľubovoľných fyzikálno-chemických vlastností.

Predmet vynálezu ilustrujú, ale neobmedzujú nasledujúce príklady.

Príklad 1

Stanovenie obsahu 2-metylfenolu, 6-chlór-2-metylfenolu, 4-chlór-2-metylfenolu a 2,4-dichlór-6-metylfenolu v technickom produkte 4-chlór-2-metylfenoxyoctovej kyseliny (MCPA).

Do 100 cm³ odmernej banky sa naváži 10 g zhomogenizovanej vzorky a rozpustí sa v zmesi rozpúšťadiel. Roztok sa dávkuje na chromatografickú kolónu. Obsah jednotlivých zložiek sa stanoví porovnaním plôch príslušných pík s plochami pík chromatografovaného kalibračného roztoku, obsahujúceho v 100 cm³ 10 mg št. 2-metylfenolu, 10 mg št. 6-chlór-2-metylfenolu, 50 mg št. 4-chlór-2-metyl-fenolu a 10 mg št. 2,4-dichlór-6-metylfenolu.

Príklad 2

Stanovenie obsahu 2-metylfenolu, 6-chlór-2-metylfenolu, 4-chlór-2-metylfenolu a 2,4-dichlór-6-metylfenolu v technickom produkte 4-chlór-2-metylfenoxypriónovej kyseliny (MCPP).

Do 100 cm³ odmernej banky so zábrusom sa naváži 10 g zhomogenizovanej vzorky a upraví zmesou rozpúšťadiel ako v príklade 1. Chromatografický záznam sa vyhodnocuje na kalibračný roztok pripravený ako v príklade 1.

Príklad 3

Stanovenie 2-metylfenolu, 6-chlór-2-metylfenolu, 4-chlór-2-metylfenolu a 2,4-dichlór-6-metylfenolu v prípravku obsahujúcom sodnú soľ MCPA.

Do 100 cm³ odmernej banky so zábrusom sa naváži 30 g vzorky. Objem sa doplní zmesou rozpúšťadiel. Chromatografický záznam sa vyhodnocuje na kalibračný roztok pripravený ako v príklade 1.

Príklad 4

Stanovenie 2-metylfenolu, 6-chlór-2-metylfenolu, 4-chlór-2-metylfenolu a 2,4-dichlór-fenolu v prípravku obsahujúcom dime-tylamínovú soľ MCPP.

Do 100 cm³ odmernej banky so zábrusom sa naváži 25 g vzorky. Objem sa doplní zmesou rozpúšťadiel. Chromatografický záznam sa vyhodnocuje na kalibračný roztok pripravený ako v príklade 1.

PREDMET VYNÁLEZU

1. Spôsob priameho stanovenia obsahu substituovaných fenolov v herbicídne účinných technických produktoch a vo finálnych prípravkoch typu fenoxalkánkarboxylových kyselín metódou plynovej chromatografie, vyznačený tým, že sa presne navážené množstvo vzorky prevedie do rozpustnej, stanoviteľnej formy s konštantným objemom pridaním zmesi rozpúšťadiel, tvorenej HCl v koncentrácii $1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ a acetónom vo vzájomnom pomere objemov 2 : 3 a následne analyzuje na chromatografickej kolóne pri teplote v rozsahu 140 až 170 °C, pričom sa obsah jednotlivých stanovovaných substituovaných fenolov vyhodnocuje porovnaním chromatografického záznamu so záznamom zmesi štandardov jednotlivých stanovovaných substituovaných fenolov upravených a chromatografovaných rovnakým spôsobom, pričom ďalej po elúcii stanovovaných substituovaných fenolov, sa stanovované fenoxalkánkarboxylové kyseliny vypudia z kolóny zvýšením teploty najmenej na 250 °C.
2. Spôsob priameho stanovenia obsahu substituovaných fenolov podľa bodu 1, vyznačený tým, že sa vzorky s výhodou stanovujú na chromatografickej kolóne so zakotvenou fázou typu silikónového polyméru.