



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

225 083

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 02 03 81
(21) PV 1460 - 81

(51) Int. Cl.¹ G 01 N 21/25,
(G 01 N 21/25,
31/00)

(40) Zveřejněno 24 06 83

(45) Vydáno 01 12 84

(75)

Autor vynálezu

PŘÍKRYL FRANTIŠEK doc. ing. CSc., BRNO,
SOUČEK JAN RNDr. CSc.,
KELLNER JOSEF ing. CSc.,
HALÁMEK EMIL doc. ing. CSc.,
VEVERKA VÁCLAV, VYŠKOV

(54)

Způsob analýzy substituovaných fenoxycetových kyselin
trifenylmethanovými barvivy

Vynález se týká způsobu analýzy herbicidů typu fenoxyoctových kyselin, u nichž se po extrakci z vodného roztoku do lipofilního rozpouštědla stanoví koncentrace složky metodou extrakční fotometrie, resp. spektrofotometrie.

Fenoxyoctové kyseliny jsou důležitou součástí průmyslově vyráběných herbicidů a jejich směsí. Jejich stanovení ve vzorcích se nejčastěji provádí fyzikálně chemickými metodami analýzy. Byly rovněž popsány způsoby separační analýzy chromatografické a využito iontoměničů (Žemčužin, S.G. - Akimova, N.N., Avt. svi-dětel. SSSR, 298 885). Metoda extrakční fotometrie byla vypracována také pro povrchově aktivní látky (Pat. USA, 3992 149; Scott, G.V., Analyt. Chem., 1968, s. 768, Wahbi, A.M. - Abine, H. - Korany, M.A. - Abdel - Hay, M.H., Analy st, 103, 1978, s. 876). Dosud však nebyl tento postup využit pro analýzu fenoxyoctových kyselin ve směsích herbicidů.

Mezi dříve uváděné způsoby analýzy patří reakce s činidly na bázi kyseliny sírové. Bylo zjištěno, že pro detekci kyseliny 2,4-dichlorfenoxyoctové se osvědčila kyselina chromotropová (Bricker, C.E. - Johnson, G.R., Ind. Engng. Chem. Analyt. Edit. 17, 1945, s. 400; Freed, W.H., Science 107, 1948, s. 98, Mangnardt, R.P. - Luce, E.N., Analyt. Chem., 23, 1951, s. 1484).

Aromatický charakter fenoxyoctových kyselin umožňuje reakci s 2,6-dichlorchinon-4-chlorimidem, kdy vzniká modré zbarvení (Feigl, F. - Jungreis, E., Analyt. Chem. 31, 1959, s. 2099).

Činidly na bázi kyseliny sírové však nelze stanovit fenoxyoctové kyseliny v přítomnosti jiných látek aromatického charakteru a silné dehydratační účinky a oxidační schopnost koncentrované kyseliny sírové způsobují mineralizaci organických sloučenin.

Výše uvedené nedostatky jsou odstraněny stanovením podle vynálezu, jehož podstatou je způsob analýzy substituovaných fenoxycetových kyselin trifenylmethanovými barvivy, kdy se na vzorek substituované fenoxycetové kyseliny, například monohalogenfenoxycetové, dihalogenfenoxycetové a trihalogenfenoxycetové, působí vodným roztokem trifenylmethanového barviva o pH 6 až 9 a extrahuje se směsí uhlovodíkových lipofilních rozpouštědel, například chloridu uhličitého, chloroformu a 1,1,2,2'-tetrachlorethanu v objemovém poměru 1 : 2 : 1 a obsah substituované fenoxycetové kyseliny se stanoví fotometricky.

Příklad 1

Byl připraven zásobní methanolvý roztok kyseliny 2,4,5-trichlorfenoxycetové o koncentraci $5,7 \cdot 10^{-3} \text{ mol.l}^{-1}$. Pipetováním do extrakčních zkumavek a následným odpařením methanolu byla vytvořena řada vzorků o stoupající hmotnosti odparku od 0,1 do 1,46 mg kyseliny 2,4,5-trichlorfenoxycetové. K odparkům ve zkumavkách bylo postupně přidáno po 2 ml zásobního vodného roztoku $5 \cdot 10^{-4} \text{ mol.l}^{-1}$ bis(p-aminofenyl)-4-amino-m-tolylmethanolu o pH 7,1. Vodný roztok byl vytřepán se směsí chloroformu a 1,1,2,2'-tetrachlorethanu v objemovém poměru 1 : 1. Extrakt byl doplněn v odměrné baňce na 25 ml a měřena absorbance při 556 nm. Mez stanovitelnosti kyseliny 2,4,5-trichlorfenoxycetové činila $1,4 \cdot 10^{-5} \text{ mol.l}^{-1}$.

Příklad 2

Byl připraven zásobní methanolvý roztok kyseliny 4-methyl-2-chlorfenoxycetové o koncentraci $7,1 \cdot 10^{-3} \text{ mol.l}^{-1}$. Pipetováním do extrakčních zkumavek s následným odpařením methanolu byla vytvořena řada vzorků o stoupající hmotnosti odparku od 0,1 do 1,44 mg. Postupně bylo přidáno po 3 ml vodného roztoku bis(p-aminofenyl)-4-amino-m-tolylmethanolu pH 7,8 a koncentraci $3 \cdot 10^{-4} \text{ mol.l}^{-1}$. Potom byla vodná fáze vytřepána s 1,1,2,2'-tetrachlorethanem, extrakt doplněn v odměrné baňce na 25 ml. Obsah fenoxycetové kyseliny byl stanoven spektrofotometricky při 565 nm. Mez stanovitelnosti činila $1,43 \cdot 10^{-5} \text{ mol.l}^{-1}$ 4-methyl-2-chlorfenoxycetové kyseliny.

Příklad 3

225 083

Byl připraven zásobní methanolvý roztok kyseliny 2,4-dichlorfenoxyoctové o koncentraci $6,5 \cdot 10^{-3} \text{ mol.l}^{-1}$. Pipetováním do extrakčních zkumavek a následným odpařením rozpouštědla byla vytvořena řada vzorků o stoupající hmotnosti odparku od 0,1 do 1,4 mg. Postupně byl přidán 1 ml vodného roztoku dimethylamino-4'-methylethylamonium-dimethylfuchsonium chloridu a bromidu o koncentraci $4 \cdot 10^{-4} \text{ mol.l}^{-1}$ a pH 8,2. Potom byla vodná fáze extrahována směsí chloridu uhličitého, chloroformu a 1,1,2,2'-tetrachlorethanu v objemovém poměru 1 : 2 : 1 a extrakt v odměrné baňce doplněn na 25 ml. Obsah kyseliny 2,4-dichlorfenoxyoctové ve vzorku byl stanoven spektrofotometricky při 625 nm. Bylo zjištěno, že nejmenší stanovitelné množství je 5 μg fenoxycetové kyseliny, což odpovídá koncentraci $2,2 \cdot 10^{-5} \text{ mol.l}^{-1}$.

Příklad 4

Byl připraven methanolvý roztok kyseliny 2,4,5-trichlorfenoxyoctové o koncentraci $5,6 \cdot 10^{-4} \text{ mol.l}^{-1}$. Pipetováním a následným odpařením rozpouštědla byla vytvořena řada vzorků o stoupající hmotnosti od 0,1 do 1,5 mg. Postupně bylo přidáno po 1 ml vodného roztoku 2,4,6,2',4',2'',4''-pentamethoxytrifenylkarbinolu o koncentraci $3 \cdot 10^{-4} \text{ mol.l}^{-1}$ a pH 7,3. Potom byla vodná fáze extrahována chloroformem a extrakt doplněn na 25 ml. Obsah 2,4,5-trichlorfenoxyoctové kyseliny byl stanoven fotometricky při 613 nm. Mez stanovitelnosti činila $1,1 \cdot 10^{-5} \text{ mol.l}^{-1}$ uvedené sloučeniny.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

225 083

Způsob analýzy substituovaných fenoxycetových kyselin trifenylmethanovými barvivy vyznačený tím, že se na vzorek substituované fenoxycetové kyseliny, například monohalogen-fenoxycetové, dihalogenfenoxycetové a trihalogenfenoxycetové působí vodným roztokem trifenylmethanového barviva o pH 6 až 9 a extrahuje se směsí uhlovodíkových lipofilních rozpouštědel, například chloridu uhličitého, chloroformu a 1,1,2,2'-tetrachlorethanu v objemovém poměru 1 : 2 : 1 a obsah substituované fenoxycetové kyseliny se stanoví fotometricky.