



DOM TECHNIKY ZSVTS  
SKULTÉTYHO UL.1, 832 27 BRATISLAVA

X. jubilejná konferencia s medzinárodnou  
účasťou

# CHROMATOGRAFICKÉ METÓDY A ICH VÝZNAM PRE ZDRAVIE ČLOVEKA

4. - 6. novembra 1992

Mihir Kumar SAHOO,<sup>1</sup> Jozef Kuruc,<sup>1</sup> Pavel KURÁŇ,<sup>2</sup> Robert KUBINEC<sup>2</sup>  
<sup>1</sup>Dept. of Nuclear Chemistry and <sup>2</sup>Institute of Chemistry,  
Faculty of Natural Sciences, Comenius University, Bratislava

**GC-FTIR-MS ANALYSIS OF VOLATILE RADIOLYTICAL PRODUCTS IN THE  
GAMMA-RADIOLYSIS OF NITROPHENOL SOLUTIONS  
IN CARBON TETRACHLORIDE**

**Abstract**

Various volatile products formed in the radiolysis of nitrophenol solutions in carbon tetrachloride were analysed. With *ortho*-nitrophenol solution a number of products are seen to be formed, whereas with solutions of meta- and *para*-isomers formation of those products are inhibited except the main products like tetrachloroethylene and hexachloroethane.

**Introduction**

Nitrophenols are involved in the synthesis of many chemicals, particularly in the field of pesticides, herbicides and fungicides etc. and their increased use in the modern agriculture contributed essentially to the pollution of the ground water and hence of the drinking water. Furthermore, if water is contaminated with chlorine, it will react with the humin compounds present in it leading to the formation<sup>1</sup> of various halogenated hydrocarbon. Therefore, it is of interest to identify the various hazardous radiolytical products in the radiolysis of nitrophenol solutions in CCl<sub>4</sub>, which are taking part in the extraction of some radioelements.<sup>2</sup>

**Experimental, Results and Discussion**

Saturated solutions of *ortho*-, *meta*- and *para*-nitrophenols with carbon tetrachloride were prepared and their concentrations determined by UV-VIS spectroscopy were respectively  $5.99 \times 10^{-2}$ ,  $7.90 \times 10^{-4}$  and  $3.47 \times 10^{-4}$  mol.dm<sup>-3</sup>.

The solutions were deaerated by nitrogen and subjected to  $\gamma$ -irradiation to a total dose of 167 kGy at a dose rate of 1 kGy·hr<sup>-1</sup>.

The radiolytical products of the irradiated solutions were analysed with the aid of a HP 5890, series II gas chromatograph with a HP 5965A infrared detector (IRD) and HP 5971A mass selective detector (MSD). The column used was a 25m x 0.32mm i.d. Ultra-1 capillary column having a 0.52  $\mu$ m film thickness stationary phase (crossed linked methyl silicone gum). The chromatograph was operated at an inlet pressure of 90 kPa and an injector split ratio of 10:1. The temperature program was 40 °C for 4 min. followed by a two level temperature increase with the rate of 25 °C/min. to 80 °C and 12 °C/min. to 260 °C with a final 5 min. hold. In all the cases the injection volume was 1  $\mu$ l. The mass and IR spectrum from the chromatographic peak maximum was used to identify the various radiolytical products by spectral searching using the instrument's computer data station as well as by conventional method of analysis or spectral data. There are some peaks, where the isomeric differentiation of the products were not achieved with the aid of both IRD and MSD. In those cases, the retention times of the compounds were compared with those of the same compounds detected in our previous study.<sup>3,4</sup>

By following the above mentioned method, the main products identified in the irradiated *ortho*-nitrophenol solution are: tetrachloroethylene, hexachloroethane, isomeric di- and trichlorophenols, chloronitrophenols and dichloroisocyanatobenzenes.

#### References

1. J. J. Rook, Water Treatment Exam., **23**, 234 (1964).
2. J. Rais, P. Selucký, M. Kyrš, J. Inorg. Chem., **38**, 1376 (1976).
1. J. Kuruc, M. K. Sahoo, Chromatographia, 1992(communicated)
2. J. Kuruc, M. K. Sahoo, J. Chromatogr., 1992 (communicated)

## O B S A H

M. ŠARŠŮNOVÁ: Porovnanie metód GC, TLC a HPLC .....	3
J. VOLMŮT, M. MELNÍK: Analýza antiepileptik systémom ASTED .....	4
V. OSTROVSKÁ, A. PECHOVÁ, Ľ. MARTINEC: Validácia chro- matografických metód vo výskume a kontrole liečiv .....	6
M. SVOBODA, X. SVOBODOVÁ: Výhody použitia krátkych ko- lón v HPLC .....	7
R. KAŠTEĚ, D. MAGIC, V. VAJDA: Rýchla metóda plynovej chromatografie pre kvaifikáciu voľných mastných kyse- lín v plazme .....	8
J. BOHÁČEK, J. KAUTSKÁ, D. ROTKOVSKÁ: Vliv kadmia na ak- tivotu adenosindeaminázy v thymocytech myší .....	9
P. KURÁŇ, R. KUBINEC, I. OSTROVSKÝ, L. SOJÁK: Analýza organických kontaminantov kombinovanými technikami GC-MSD-IRD-AED .....	10
I. OSTROVSKÝ, L. SOJÁK, M.L.LEE: Superkritická fluidná extrakcia a chromatografia v analýze organických polutantov .....	12
J. ILAVSKÝ: Porovnanie niektorých metód izolácie orga- nochlórových pesticídov a polychlórovaných bifenylov z vo- dy s využitím kapilárnej plynovej chromatografie .....	15
J. ILAVSKÝ: Analýza chlórovaných uhľovodíkov vo vodách kapilárnou plynovou chromatografiou .....	15
J. LEHOTAY, Š. HATRIK: Stopová analýza fenolu vo vode metódou HPLC .....	16
X. SVOBODOVÁ, M. SVOBODA: Štandardy pre analýzu život- ného prostredia .....	18
R. NÁDASKAY: Použitie HPLC pre stanovenie polycyklic- kých aromatických uhľovodíkov .....	19
M. BAUER: Využitie chromatografických metód vo forez- nej toxikológii .....	22

J. ČOPÍKOVÁ, M. PLUHAR: Chromatografická analýza rěpného pektinu .....	23
J. TEKEĽ, K. SCHULTZOVÁ, J. KOVAČOVIČOVÁ: Separácia rezidií vybraných fenylmočovinných herbicídov a ich anilínov vo vode metódou kapilárnej GC/NPD .....	24
J. LEHOTAY: Stanovenie etyléntiomčoviny v potravinách metódou HPLC .....	28
D. BEREK: Vzťah medzi fyzikálnymi a chromatografickými vlastnosťami náplní kolón pre kvapalinovú chromatografiu .....	30
M.K. SAHOO, J. KURUC, P. KURÁŇ, R. KUBINEC: GC-FTIR-MS analysis of volatile radiolytical products in the gamma-radiolysis of nitrophenol solutions in carbon tetrachloride .....	32
M. LHOTA: Kremenné kapilárne kolóny CACO .....	34
M. MELICH: Možnosti využitia spektrometra DS-90 .....	35
J. MAREK: Plynové a kapalinové chromatografy firmy UNICAM ANALYTICAL SYSTEMS a jejich aplikace ve farmaceutickém průmyslu a životním prostředí .....	37

#### P O S T E R Y

P-1 P. BOHOV, V. KOPRDA: Stanovenie atropínu a tropínu metódou GC/MS .....	38
P-2 P. BOŽEK; Určenie typu proteinúrie elektroforézou PhastSystemu Pharmacia .....	40
P-3 B. CICH, E. DUŠKOVÁ: Stanovenie reziduí benzolinnu v rastlinnom materiáli .....	41
P-4 S. DUDÁŠOVÁ, E. GRANČIČOVÁ, K. VOLKOVOVÁ: Obsah sírnych aminokyselín a ich vplyv na metabolizmus ..	42
P-5 F. GREGÁŇ, F. DEVÍNSKY, I. LACKO, I. CSIBA: Využitie TLC pri štúdiu amfifilných zlúčenín .....	44
P-6 G. GREIF, M. DEDÁK, A. RAJNIAKOVÁ, V. BUCHTOVÁ: Stanovenie biogénnych aminov v potravinách .....	47

D O M   T E C H N I K Y   Z S V T S   B R A T I S L A V A  
- - - - -

Cena je stanovená v zmysle zákona o cenách č. 526/91 Zb.

Autori zodpovedajú za obsahovú, odbornú, jazykovú  
a reprodukčnú úroveň príspevkov !

Autori	Kolektív
Názov	X. jubilejná konferencia s medzinárodnou účasťou CHROMATOGRAFICKÉ METÓDY A ICH VÝZNAM PRE ZDRAVIE ČLOVEKA
Vydanie	Prvé, november 1992
Vydavateľ	Dom techniky ZSVTS Bratislava
Lektor	Ing. Ján Remeň
Rozsah	68 strán
Číslo akcie	413207
Číslo výroby	DT-50/92
Tlač	Vlastná

ISBN 80-233-0254-X