

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

257573

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴

G 01 N 30/02

(22) Přihlášeno 12 02 86

(21) PV 943-86.E

(40) Zveřejněno 15 10 87

(45) Vydáno 15 03 89

(75)

Autor vynálezu

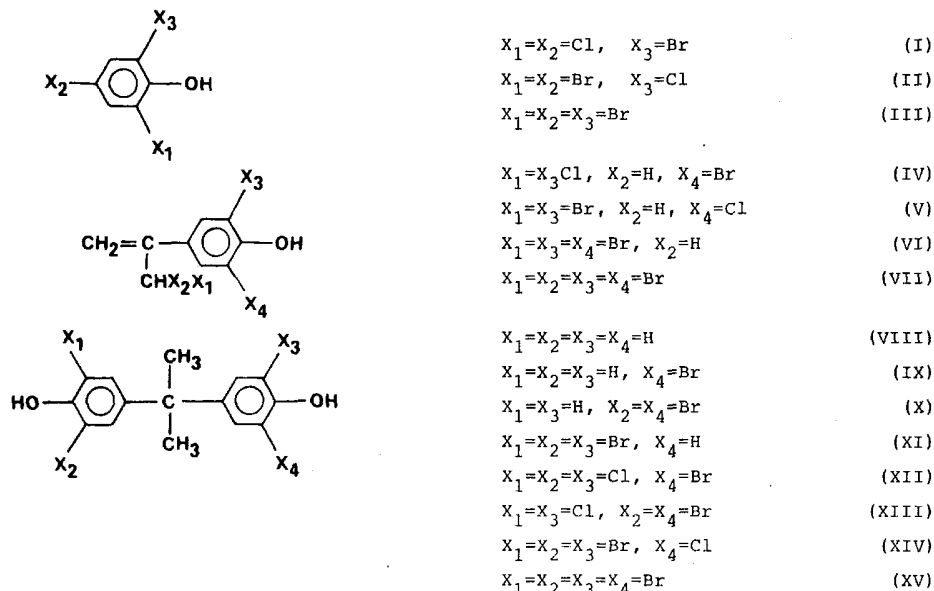
PARÝZKOVÁ JANA ing. CSc., BOHDANEČ, NOVÁKOVÁ MILUŠE, PARDUBICE

(54) **Způsob kvantitativního stanovení vedlejších produktů v tetrabromdianu**

Byla vypracována metoda pro kvantitativní stanovení vedlejších produktů v tetrabromdianu kapilární plynovou chromatografií s dávkováním přímo na kolonu. Stanovují se chlorderiváty a bromderiváty fenolu, *p*-isopropenylfenolu a dianu s vysokou separační účinností během 18 minut. K analýze je možno použít kapiláru z velmi čistého oxidu křemičitého, smočenou fenylmethylsilikonovým olejem.

Vynález se týká kvantitativního stanovení vedlejších produktů v tetrabromdianu metodou kapilární plynové chromatografie.

2,2-bis(4-hydroxy-3,5-dibrom)-propan zvaný tetrabromdian se používá jako retardér hoření. Průmyslově se vyrábí bromací 2,2-bis(4-hydroxyfenol)-propanu, tj. dianu bromem za přítomnosti chloru. Vedle žádaného produktu vzniká řada vedlejších produktů typu substituovaných fenolů, isopropenylfenolů a dianů, např.:



Obsah vedlejších produktů zhoršuje vlastnosti tetrabromdianu, takže je žádoucí jejich kvalitu i kvantitu analyticky zjistit.

Metody určené k analýze směsi po bromaci dianu nejsou známy. Publikovány byly pouze metody pro stanovení tetrabromdianu ve vzduchu, vodě a sedimentech metodami tenkovrstvé chromatografie, plynové chromatografie, kapalinové chromatografie, spektrofotometrie a plynové chromatografie ve spojení s hmotnostní spektrofotometrií.

Nyní byl nalezen způsob kvantitativního stanovení vedlejších produktů v tetrabromdianu, který je předmětem tohoto vynálezu a jehož podstata spočívá v tom, že se roztok tetraabromdianu v organickém rozpouštědle analyzuje plynovou chromatografií metodou přímého dávkování na kolonu, přičemž dávkování roztoku tetrabromdianu v organickém rozpouštědle se provádí při teplotě 40 °C až bod varu rozpouštědla na začátek skleněné nebo křemenné kapilární kolony smočené stacionární fází typu silikonu, polyglykolu nebo polyesteru.

Roztok tetrabromdianu se bez předchozí derivatizace vnáší injekční stříkačkou na začátek kapilární kolony a chromatografuje se při programované teplotě kolony, detekuje plamenionizačním detektorem a z poměru odezev detektoru zpracovaných vyhodnocovacím zařízením plynového chromatografu se stanoví obsah složek. Použitá kapilární kolona může být smočená stacionární fází typu polyglykolu nebo polyesteru, které jsou vázány na vnitřní povrch kolony fyzikálně nebo chemicky, případně jsou zesíťovány chemickou vazbou.

Způsob kvantitativního stanovení vedlejších produktů v tetrabromdianu podle vynálezu je časově nenáročnou metodou umožňující jednoduchým způsobem a s vysokou separační účinností, bez předchozího zpracování derivatizací sledovat průběh reakce, tvorbu vedlejších produktů v celém rozsahu molekulárních hmotností a hodnotit kvalitu tetrabromdianu.

Roztok tetrabromdianu se dávkuje injekční stříkačkou s délkou jehly 135 mm na začátek křemenné kapilární kolony udržované při teplotě 40 až 61 °C. Použije se kapilární kolona

z velmi čistého oxidu křemičitého o délce 25 m a vnitřním průměru 0,32 mm, pokrytá stacionární fází, např. fenylmethylsilikonovým olejem. Kolona je umístěna v termostatu plynového chromatografu, vybaveného dávkovacím zařízením na kolonu, plamenoionizačním detektorem a vyhodnocovacím zařízením. Termostat chromatografu se rychlostí 30 °C/min ohřeje na provozní teplotu 280 °Celsia, která se udržuje 12 minut. Nosným plynem je helium, které protéká rychlostí 3 ml/min. Plamenoionizační detektor je ohříván na teplotu 300 °C. Odezvy složek v detektoru jsou zpracovány vyhodnocovacím zařízením chromatografu a složení vzorku se vypočte metodou vnitřní normalizace.

P R Ě D M Ě T V Y N Ā L E Z U

Způsob kvantitativního stanovení vedlejších produktů v tetrabromdianu vyznačený tím, že se roztok tetrabromdianu v organickém rozpouštědle analyzuje plynovou chromatografií metodou přímého dávkování na kolonu, přičemž dávkování roztoku tetrabromdianu v organickém rozpouštědle se provádí při teplotě 40 °C až bod varu rozpouštědla na začátek skleněné nebo křemenné kapilární kolony smočené stacionární fází typu silikonu, polyglykolu nebo polyesteru.