



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

265 658

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴
G 01 N 30/00

(21) FV 704-86.M
(22) Přihlášeno 31 01 86

(40) Zveřejněno 14 03 89
(45) Vydáno 21.5.1990

(75)
Autor vynálezu

PARYŽKOVÁ JANA ing. CSc., LÁZNĚ BOHDANEČ,
KOLB IVAN ing. CSc., CHRUDIM

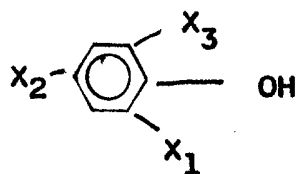
(54)

Způsob kvantitativního stanovení vedlejších
produktů v tetrabromdianu

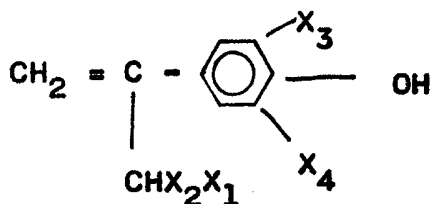
(57) Byla vypracována metoda pro kvantitativní stanovení vedlejších produktů v tetrabromdianu po převedení na trimethylsilylethery. Analýza se provádí například na náplňové chromatografické koloně délky 2,40 m a vnitřním průměru 2 mm při teplotě 250 °C a průtoku nosného plynu 22 ml/min. Kolona je smočena silikonem na bílém nosiči. Za podmínek analýzy je možno stanovit chlor- a bromderiváty fenolu, p-isopropenylfenolu a dianu.

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

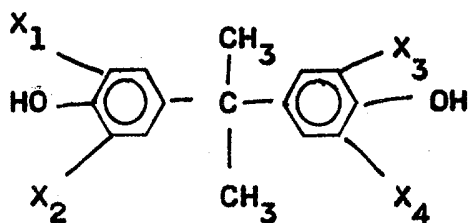
Tetrabromdian, t.j. 2,2-bis-(4-hydroxy-3,5-dibrom)-propan, který je významným retardérem hoření, se vyrábí bromací dianu, t.j. 2,2-bis-(4-hydroxyfenyl)-propanu bromem za přítomnosti chloru. Vedle žádaného produktu vzniká řada vedlejších produktů typu substituovaných fenolů, izopropenylfenolů a dianů, např.



- $X_1 = X_2 = \text{Cl}, X_3 = \text{Br}$ (I)
 $X_1 = X_2 = \text{Br}, X_3 = \text{Cl}$ (II)
 $X_1 = X_2 = X_3 = \text{Br}$ (III)



- $X_1 = X_3 = \text{Cl}, X_2 = \text{H}, X_4 = \text{Br}$ (IV)
 $X_1 = X_3 = \text{Br}, X_2 = \text{H}, X_4 = \text{Cl}$ (V)
 $X_1 = X_3 = X_4 = \text{Br}, X_2 = \text{H}$ (VI)
 $X_1 = X_2 = X_3 = X_4 = \text{Br}$ (VII)



- $X_1 = X_2 = X_3 = X_4 = \text{H}$ (VIII)
 $X_1 = X_2 = X_3 = \text{H}, X_4 = \text{Br}$ (IX)
 $X_1 = \text{H}, X_2 = X_4 = \text{Br}$ (X)
 $X_1 = X_2 = X_3 = \text{Br}, X_4 = \text{H}$ (XI)
 $X_1 = X_2 = X_3 = \text{Cl}, X_4 = \text{Br}$ (XII)
 $X_1 = X_3 = \text{Cl}, X_2 = X_4 = \text{Br}$ (XIII)
 $X_1 = X_2 = X_3 = \text{Br}, X_4 = \text{Cl}$ (XIV)
 $X_1 = X_2 = X_3 = X_4 = \text{Br}$ (XV)

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

Metody určené k analýze směsí 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 spektrometrií.

Nyní byl nalezen způsob kvantitativního stanovení vedlejších produktů v tetrabromdianu, který je předmětem tohoto vynálezu a jehož podstata spočívá v tom, že se tetrabromdian silyluje silylačním činidlem, s výhodou N,O-bis-(trimethylsilyl)-trifluoroacetamidem a utvořené trimethylsilyletery tetrabromdianu a vedlejších produktů se podrobí plynové chromatografii na náplňové koloně smočené chlorfenylsilikonovým olejem.

Vzorek se silyluje vhodným silylačním činidlem, nejlépe N,O-bis-(trimethylsilyl)-trifluoroacetamidem, za zvýšené teploty a nepřístupnosti vzdušné vlhkosti. Silylovaný produkt se injektuje do odpařovacího prostoru plynového chromatografu a po separaci na náplňové koloně smočené chlorfenylovým silikonem se detekují složky plamenoionizačním detektorem. Odezvy detektoru se převedou na obsah složek v původním vzorku.

Způsob stanovení podle vynálezu umožňuje jednoduchým způsobem sledovat průběh reakce, tvorbu vedlejších produktů a hodnotit kvalitu tetrabromdianu.

Příklad 1

10 mg tetrabromdianu se silyluje v mikrozkuhavce uzavřené propichovací gumovou zátkou 0,25 ml N,O-bis-(trimethylsilyl)-trifluoroacetamidu v kovovém bloku zahříváném na 80 °C po dobu 30 minut. Na konci silylace se k roztoku přidají 4 kapky chloroformu. Z tohoto roztoku se dávkuje injekční stříkačkou typu Hamilton s kapacitou 10 l , 0,6 l do injektoru plynového chromatografu vyhřátého na 280 °C při průtoku nosného plynu dusíku 22 ml/min. Separuje se ^{na} skleněné koloně délky 2,40 m a s vnitřním průměrem 2 mm, plněné bílým nosičem zrnění 80 až 100 mesh, smočeným 5 % chlorfenylsilikonového oleje při teplotě 250 °C.

Detekuje se plamenionizačním detektorem, který je vyhřátý na 300 °C. Zastoupení složek ve vzorku se vyhodnotí z odezev detektoru zpracovaných vyhodnocovacím zařízením přístroje nebo integrátorem.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob kvantitativního stanovení vedlejších produktů v tetrabromdianu, vyznačený tím, že se tetrabromdian silyluje silylačním činidlem, například N,O-bis-(trimethylsilyl)-tri-fluoroacetamidem a utvořené trimethylsilylethery tetrabromdianu a vedlejších produktů se podrobí plynové chromatografii na náplňové koloně smočené chlorfenylsilikonovým olejem.