



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

229 726

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavná priorita
(22) Prihlášené 22 01 82
(21) PV 444-82

(51) Int. Cl.³

G 01 N 27/26

(40) Zverejnené 28 10 83
(45) Vydané 01 05 86

(75)
Autor vynálezu

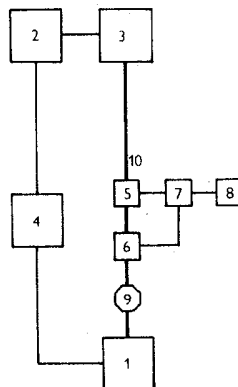
KOVAŘ MARIAN RNDr., ŽILINA,
KANIANSKÝ DUŠAN RNDr., BRATISLAVA,
MÁTEL LUBOMÍR RNDr., MALACKY,
MACÁŠEK FEDOR doc. RNDr. CSc., BRATISLAVA

(54) Spôsob kvalitatívnej a kvantitatívnej analýzy
zmesi halogenovaných metalokarbonátov

Vynález spadá do odboru špeciálnych metód analytických. Rieši spôsob kvalitatívnej a kvantitatívnej analýzy zmesi halogenovaných metalokarbonátov všeobecného vzorca $(C_2B_9H_{11-n}X_n)Co$ Y kde X je bróm, chlór, jód a n je 1 až 4 a Co je H^+ , CS^+ , K^+ , Na^+

+ R_1
N R_2 , kde R je alkyl s počtom uhlikov
 R_4 R_3 do 11, sa jednocenne

kationy separujú kapilárnou izotachoforézou. Po detekcii vodivosti, a/alebo fotometrickej a/alebo termometrickej sa výsledky spracujú matematicky regresnou analýzou.



Vynález sa týka spôsobu kvalitatívnej a kvantitatívnej analýzy zmesi halogenovaných metalokarbonátov.

Spôsob kvalitatívnej a kvantitatívnej analýzy zmesi halogén-metalokarbonátov doposiaľ nie je spoľahlivo vyriešený. Používané chromatografické a spektrálne metódy majú mnoho nevýhod. Veľmi príbuzný chemický a fyzikálny charakter tejto skupiny látok nedovoľuje dosiahnuť ich rozdielnej retencie na chromatografických nosičoch, prípadne rozdiely nepostačujú na rozdelenie viaczložkovej zmesi. Gélová chromatografia dovoľuje rozdelenie niektorých zmesí, čas delenia je však niekoľko hodín a analytické hodnotenie sa častokrát musí robiť regresnou analýzou zo spektier zmesi látok. Rýchla a spoľahlivá chemická analýza týmto spôsobom nie je možná. Spektrálne metódy ako je ^{11}B a ^1H nukleárna magnetická rezonancia, prípadne analýza spektier získaných v ultrafialovej alebo infračervenej oblasti sú limitované čistotou látok alebo veľkým množstvom látok potrebných na analýzu a roztoky látok v rádioaktívne ožiarenom polárnom rozpúšťadle nie sú často použiteľné na spektrálnu analýzu.

Uvedené nedostatky sú odstránené u spôsobu kvalitatívnej a kvantitatívnej analýzy zmesi halogenovaných metalokarbonátov s výsledným matematickým spracovaním regresnou analýzou po detekcii vedivosti a/alebo fotometrickej a/alebo termometrickej, ktorého podstatou je, že zo zmesi halogenovaných metalokarbonátov všeobecného vzorca $[(\text{C}_2 \text{ B}_9 \text{ H}_{11-n} \text{ X}_n) \text{ Co}] \text{ Y}$, kde X je bróm, chlór, jód a n je 1 až 4 a Co je H^+ , Cs^+ , K^+ , Na^+ , N^+ kde N^+ je $\begin{matrix} \text{R}_1 \\ \text{R}_2 \\ \text{R}_3 \\ \text{R}_4 \end{matrix}$

R je alkyl s počtom uhlíkov do 11, sa jednocenné kationy sepa-

rujú kapilárneou izotachoforézou.

229 726

Spôsobom podľa vynálezu sa prípadné zmesné zóny, t.j. zóny obsahujúce viac než jednu látku, analyticky vyhodnotia po matematickom spracovaní spektier získaných fotometrickým detektorom. Podmienkou matematického spracovania spektier regresnou analýzou je, aby počet zosnímaných vlnových dĺžok bol väčší ako počet zložiek.

Výhodou spôsobu kvalitatívnej a kvantitatívnej analýzy podľa vynálezu je, že kapilárneou izotachoforézou sa u delenej zmesi dosiahne dokonalá reprodukovateľnosť separácie mikromnožstiev vzorky. Záznam získaný napríklad univerzálného vodivostného detektora je podkladom pre jednoduché kvalitatívne a kvantitatívne vyhodnotenie analyzovanej zmesi. Delenie sa uskutočňuje najčastejšie v kapilárach z fluoroplastov, čo de-voľuje použiť vhodné rozpúšťadlo napr. zmes etylalkoholu a vo- dy umožňuje snímať spektrum cez steny kapiláry a konštruovať vodivostné detekčné čidlo ako priamu súčasť kapiláry.

Spôsob kvalitatívnej a kvantitatívnej analýzy podľa vy- nálezu je bližšie objasnený na priložených výkresoch, kde na obr. 1 je uvedená bloková schéma zariadenia a na obr.2 je u- vedený záznam delenia zmesi chlórderivátov kobaltokarboránu získaný vodivostným detektorom. Zariadenie pozostáva z bloku 1 vodiaceho elektrolytu, pred ktorý je pripevnené frakcionačné zariadenie 2, a z bloku 2 zakončujúceho elektrolytu, ktoré sú vzájomne prepojené dávkovačom 3 a kapilárou 10. Vývod kapilá- ry 10 ústi do detektora 5 vodivosti a detektora 6 pre foto- metrické vyhodnocovanie, ktoré napojené na vyhodnocovaciu elek- troniku 7 a registračné zariadenie 8. Celé zariadenie je na- pojené na zdroj prúdu 4.

Izotachoforeogram uvedený na obr. 2 predstavuje analýzu zmesi chlórderivátov kobaltokarboránu. Použitá vodivostná de- tekčná cela popísaná v autorskom osvedčení č. 190933 a vodi- vosť bola meraná konduktometrom popísaným v Journal of Chroma- tography zv. 119/1976/ strany 129-155 a registrovaná líniovým zapisovačom. Na izotachoforeograme uvedenom na obr.2 je na vo-

derovnej osi x vyneseny čas od začiatku analýzy v minútach. Na zvislej osi y je zaznamenaný signál z konduktometra. Ako vodiaci elektrolyt bol použitý roztok zmesi N-etylmerfolínium trichlóroctanu taktiež o 10^{-3} M koncentrácii. Rozpúšťadlom bola zmes etylalkohol-voda v pomere 87 : 13 objemových dielov. Zakončujúcim elektrolytom bol 10^{-3} M roztok kyseliny benzoovej v rozpúšťadle zloženia 95 objemových dielov etylalkoholu a 5 objemových dielov vody. Kapilárou tiekol prúd 10 uA z prúdovo-stabilizovaného zdroja vysokého napätia. Na izotachforeograme /obr.2/ základná línia 11 prislúcha vodiacim aniónom /trichlóroctany/. Ďalšie zóny zaznamenané ako schodovité vlny nasledujú v poradí : 12 - kobaltokarborán, 13 - monochlórkobaltokarborán, 14 - dichlórkobaltokarborán, 15 - trichlórkobaltokarborán, 16 - neidentifikovaná nečistota, 17 - benzoan. Separácia trvala 13 minút a na zázname /obr.2/ je zaregistrovaných len posledných 70 sekúnd. Od počiatku analýzy po 12 minútu bola registrovaná len základná línia. Tento úsek pre vyhodnotenie analýzy nie je dôležitý.

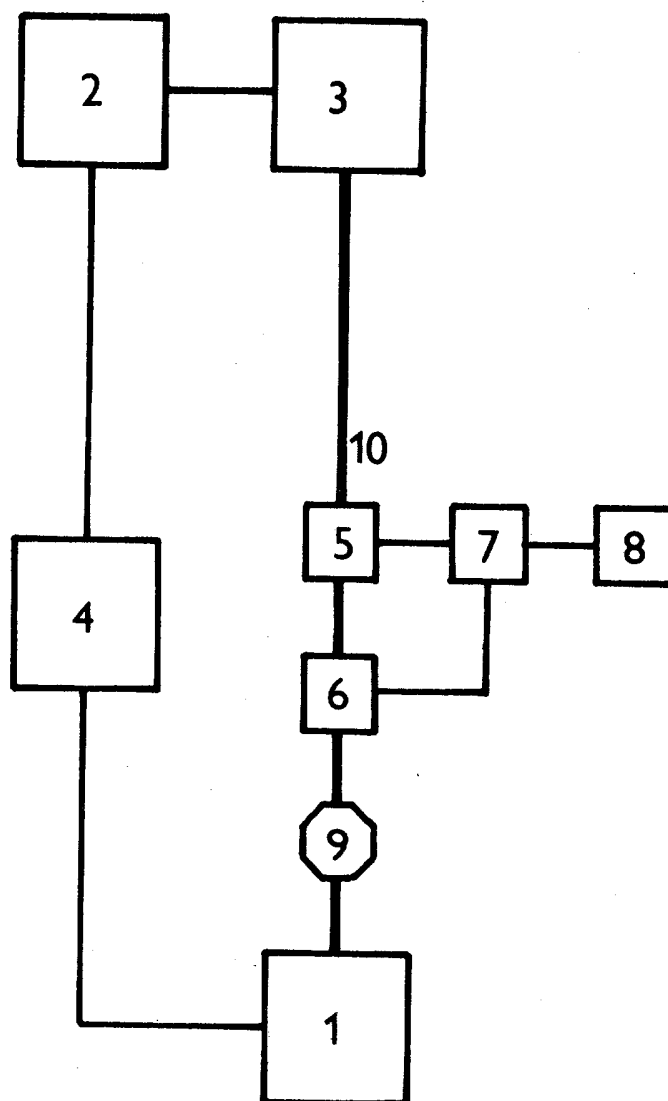
P R E D M E T V Y N Á L E Z U

229 726

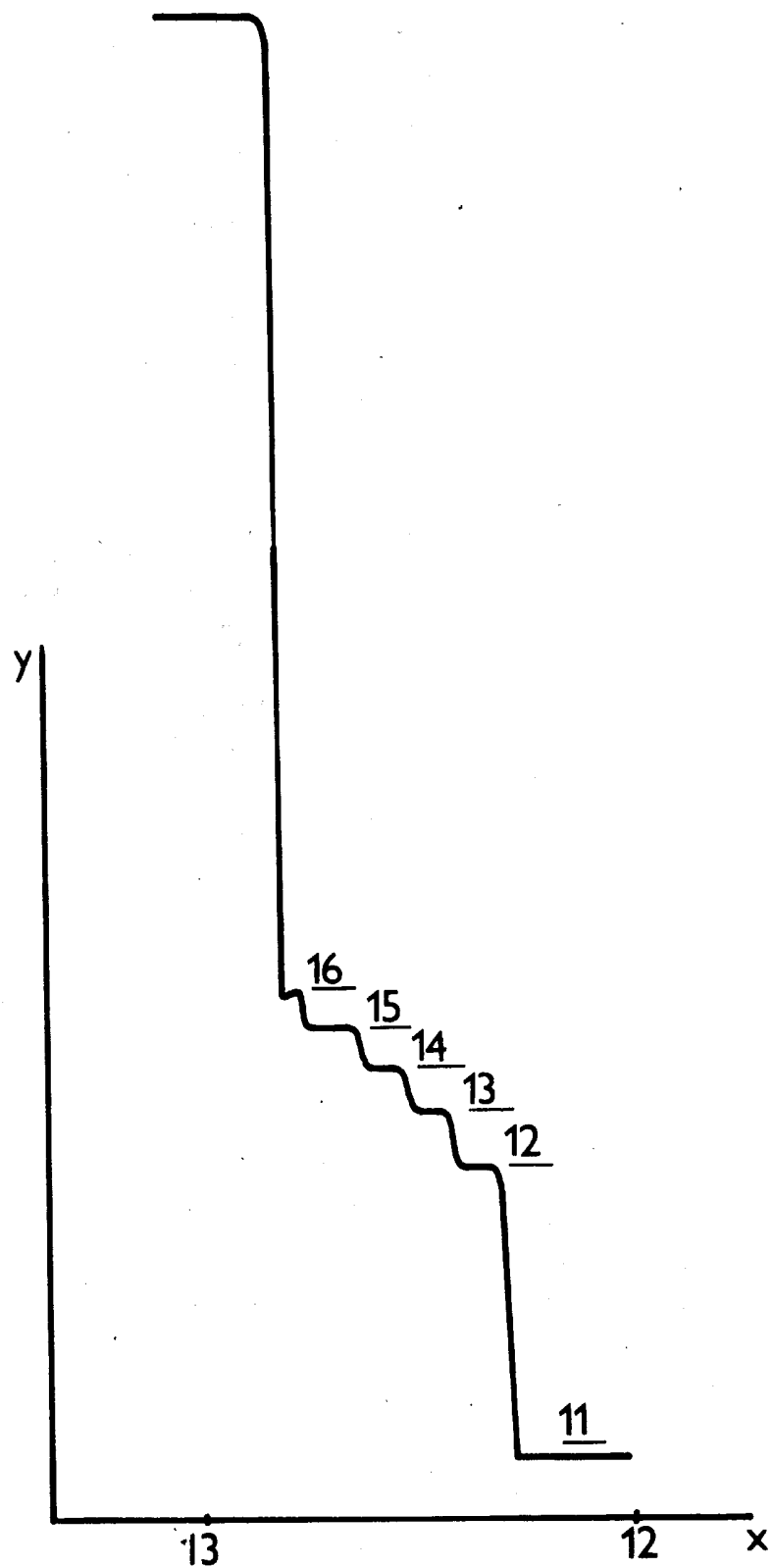
Spôsob kvalitatívnej a kvantitatívnej analýzy zmesi halogenovaných metalokarbonátov s výsledným matematickým spracovaním regresnou analýzou po detekcii vodivostnej a/alebo fotometrickej a/alebo termometrickej vyznačujúci sa tým, že zo zmesi halogenovaných metalokarbonátov všeobecného vzorca

$[(C_2B_9H_{11-n}X_n)Co]Y$, kde X je bróm, chlór, jód a n je 1 až 4 a Co je H^+ , Cs^+ , K^+ , Na^+ , N^+ $\begin{matrix} R_1 \\ R_2 \\ R_3 \\ R_4 \end{matrix}$, kde R je alkyl s počtom uhlíkov do 11, sa jednoducho separujú kapilárnou izotachoforézou.

2 výkresy



obr. 1



obr. 2