



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

210886

(11)

(B1)

(22) Prihlásené 26 12 79
(21) (PV 7279-79)

(40) Zverejnené 30 06 81

(45) Vydané 15 09 83

(51) Int. Cl.³
B 01 D 15/08

(75)
Autor vynálezu

NĚMEC JIŘÍ ing., FLOROVIČ STANISLAV ing., ODEHNAL KAROL ing., TRNAVA

(54) Zakotvená fáza na úpravu nosičův alebo kapilárných kolón používaných v plynovej chromatografii

Vynález sa týka použitia živíc ako zakotvenej fázy na úpravu nosičův alebo kapilárných kolón používaných v plynovej chromatografii.

Úspešná aplikácia plynovej chromatografie k analýze rôznych systémov, je podmienená vhodnou voľbou pracovných podmienok. Jedným z rozhodujúcich faktorov pri chromatografickom delení zmesi látok je výber zakotvenej fázy. Správna voľba zakotvenej fázy umožňuje rozdelenie aj takých látok, ktoré sa líšia navzájom, čo do svojich fyzikálnych a chemických vlastností len veľmi málo.

Delenie látok s podobnými vlastnosťami je značne obtiažné a z týchto príčin bolo doteraz použité na delenie veľké množstvo zakotvených fáz /E. Leibnitz, H. G. Struppe, Handbuch der Gass - Chromatographie, Leipzig 1970/.

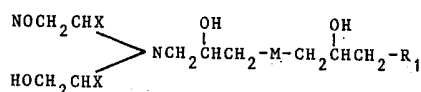
K odstráneniu polárnych vlastností chromatografických nosičův boli doporučené oxyetylované masťné amíny, ktoré zároveň plnia aj funkciu zakotvenej fázy /čs. pat. č. 116 274/. Veľmi obľúbené sú pre svoju dobrú tepelnú stabilitu rôzne organokremičité polyméry /ZSSR aut. osv. č. 304 493, 397 8427, ktoré sú doporučované pri delení látok za vyšších teplôt.

Komplikované viacložkové zmesi spravidla sa nepodarí rozdeliť na jednej zakotvenej fáze a z týchto príčin sa často používa kombinácia rôznych zakotvených fáz. Tento spôsob prevádza sa spojením kolón, z ktorých každá má inú zakotvenú fázu, zmiešaním dvoch náplní alebo impregnáciou nosiča obidvoma fázami naraz.

Aj keď existujú rôzne pomocné kritéria pre výber látok vhodných ako zakotvená fáza, ostáva stále ešte najpodstatnejšie empirické odskúšanie ich vhodnosti pre tieto účely.

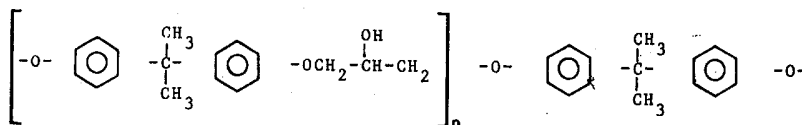
Podľa vynálezu bolo zistené, že podobného efektu je možné docieľiť aj použitím zakotvenej fázy, ktorá má vo svojej štruktúre rôzne funkčné skupiny.

Podstata vynálezu spočíva v použití živíc obecného vzorca:



kde:

M zbytok z štruktúry



X atóm vodíka alebo metyl,

R₁ -O-C(=O)-R₂ alebo -NR₃R₄

R₂, R₃ alkylový zbytok s 4 až 18 atómami uhlíka alebo oleyl

R₄ atóm vodíka alebo R₃

n⁴ 0 - 3

ako zakotvenej fázy na úpravu nosičov alebo kapilárnych kolón používaných v plynovej chromatografii.

Výhoda použitia zakotvených fáz podľa vynálezu spočíva aj v tom, že je možné použiť aj polárne rozpúšťadlá napr. metanol, ktoré sa na silikónových olejoch dobre nedelia, čo sa prejavuje tzv. chvostovaním.

Živice podľa vynálezu sú známe. /NSR pat. č. 1 371 901, 1 694 718, franc. pat. č. 1 371 900, 1 371 901, 1 436 219/. Boli pripravované za účelom ich použitia ako textilné prípravky na úpravu sklenených vlákien.

V prípade impregnácie nosičov napr. syntetických polymérov a prírodných zeolitov, silikagélu, postupujeme tak, že k nosiču pridáme roztok živice v prchavom rozpúšťadle a za miešania rozpúšťadlo odparíme. Pri použití kapilárnych kolón sa tieto tiež impregnujú roztokom živice v prchavom rozpúšťadle.

Vynález je ďalej objasnený formou príkladu.

P r í k l a d

Nosič na bázi silikátov upravený dimetylchlorsilanom sa upravil zakotvenou fázou uvedeného obecného vzorca o priemernej molekulovej hmotnosti 750, kde X je metyl, R₁ je -NR₃R₄, R₃ je alkyl s 18 atómami uhlíka a R₄ atóm vodíka, v množstve 10 % hmot. počítané na nosič. Takto upravený nosič sa použil k separácii esterov.

Pracovné podmienky:

Detektor	- plameňo-ionizačný
Dĺžka kolóny	- 120 cm
Priemer kolóny	- 3 mm
Zrenie nosiča	- 0,200 až 0,250 mm
Prietok dusíka	- 230 ml/min
Prietok vodíka	- 50 ml/min
Prietok vzduchu	- 500 ml/min
Teplota kolóny	- 181 °C
Posuv papiera	- 1 cm/min

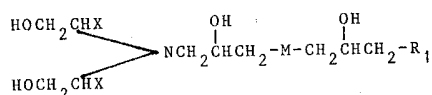
Na obr. 1 je znázornený chromatogram delenia zmesi etylbenzoát /1/, dimetylftalát /2/, dietylftalát /3/, dibutylftalát /4/.

Na obr. 2 je znázornený chromatogram delenia zmesi etylesteru kys. acetoctovej /1/, etylester kyseliny benzoovej /2/ a metylesteru kyseliny salicylovej /3/.

Pracovné podmienky rovnaké, ako v predošlom prípade, okrem prietoku vodíka 40 ml/min, prietok dusíka 60 ml/min a teploty kolóny 135 °C.

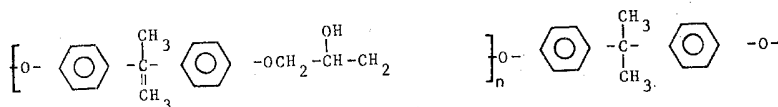
P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Použitie živíc obecného vzorca



kde

M = zbytok o štruktúre



X = atóm vodíka alebo metyl

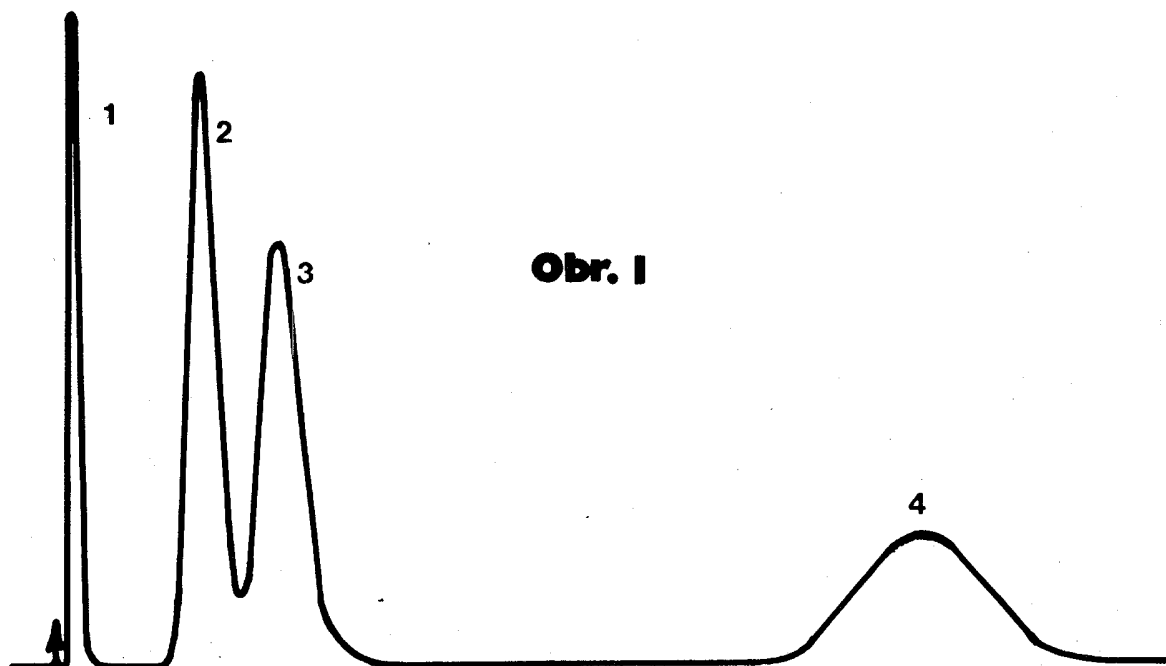
R₁ = $-\text{O}-\overset{\text{O}}{\parallel}\text{C}-\text{R}_2$ alebo $-\text{NR}_3\text{R}_4$

R₂, R₃ = alkylový zbytok a 4 až 18 atómami uhlíka alebo oleyl

R₄ = atóm vodíka alebo R₃

n = 0 - 3

ako zakotvene fázy na úpravu nosičov alebo kapilárnych kolón používaných v plynovej chromatografii.

**Obr. II**