



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

201 116

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 19 05 76
(21) PV 3315 - 76

(51) Int. Cl.³ G 01 N 31/08

(40) Zveřejněno 29 02 80
(45) Vydáno 01 03 83

(75)

Autor vynálezu FRANC JAROSLAV, ing. CSc., PARDUBICE

(54) Způsob identifikace přítomnosti C-C vazeb u látek vycházejících z plynového chromatografu

1

Předmětem vynálezu je způsob identifikace přítomnosti C-C vazeb u látek vycházejících z plynového chromatografu.

Na rozdíl od papírové chromatografie, kde identifikace jednotlivých látek na chromatogramu je možná nejenom z hodnot R_F , ale také ze zabarvení skvrn vzniklých postříkem těchto látek vhodnými specifickými činidly, zbývá u plynové chromatografie pouze možnost relativních elučních časů. Z praxe je známo, že za daných pracovních podmínek má řada různých sloučenin shodné eluční časy. Proto, jestliže je potřeba provést identifikace jednotlivých píků na chromatogramu, je k tomu zapotřebí dalších metod, jako je chromatografie za jiných podmínek, plynová chromatografie spojená s hmotovou spektrometrií, izolace látek a jejich identifikace pomocí UF, IČ nebo NMR spekter a podobně. Přitom většina těchto metod je buď přístrojově velmi náročná, anebo poskytuje jen určitou část odpovědi na položenou otázku. Jedním z problémů je zjištění přítomnosti alkylskupin nebo jiného dalšího uhlíkatého řetězce na aromatickém jádře. Pokud se jedná o čistou látku, je možno provést zjištění alkylu štěpením ve speciálním katalyzátoru. Tento způsob je předmětem čs. patentu č. 139 431. Pro identifikaci alkylskupin na chromatogramu neexistuje doposud jednoduchá metoda, nepočítá-li se hmotová, spektrometrie nebo nukleární magnetická resonan-

ce.

Nyní bylo zjištěno, že za jistých pracovních podmínek dochází na platinové síťce k odštěpení alkylu od aromatického jádra za vzniku metanu. Podobně se chová jakákoliv látka mající seskupení $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{...} -\text{CH}_2-$.

Podstata způsobu přítomnosti C-C vazeb vycházejících z plynového chromatografu spočívá podle vynálezu v tom, že se složky směsi organických látek rozdělí na plynovém chromatografu, načež se každá složka směsi vede v proudu nosného plynu, například vodíku k rozkladu na platinové síťce při teplotě 800 °C a vzniklá směs metanu, vyššího alkanu se 2 až 16 atomy uhlíku, aromatického uhlovodíku, popřípadě vody a amoniaku se podrobí absorpci na vrstvě aktivního uhlí s jemně rozptýleným paladiem a detektorem plynového chromatografu spojeným se zapisovačem se zaznamená přítomný metan.

Píky, které se na chromatogramu objeví po hydrogenačním štěpení, odpovídají metanu a charakterizují přítomnost alkyl skupin nebo uhlíkatých nasycených řetězců. Porovnání chromatogramu bez tohoto zařízení a s ním ukazuje, které z píků náleží látkám majícím alkylskupinu. Tento způsob a zařízení k jeho provádění jsou předmětem vynálezu.

Metoda je dalším doplňkem metod pro identifikaci píků na chromatogramu, zjištění poměrů uhlík/vodík, uhlík/dusík a uhlík/síra. Metody jsou chráněny čs. patentem č. 128 374, čs. autorským osvědčením č. 184 969 a čs. autorským osvědčením č. 195 853.

Na připojeném výkrese je na obr. 1 znázorněno zařízení podle vynálezu, využívající plynového chromatografu. K tlakové láhvi 1 je připojen čistič plynu 2, na který navazuje dále manostat 3 a manometr 4. Na manometr 4 je napojena přes srovnávací komůrku detektoru 2 chromatografická kolona 6, opatřena dávkovacím zařízením 5 a dále hydrogenační píčka 7. Mezi hydrogenační píčkou 7 a detektorem 2 je umístěn absorber 8 s aktivním uhlím. Detektor 2 je spojen se zapisovačem 11 a průtokoměrem 10.

Funkce zařízení je následující: do proudu nosného plynu, v tomto případě vodíku, který se vede z tlakové láhve 1 přes čistič plynu 2, manostat 3 a manometr 4 do srovnávací komůrky detektoru 2 se nadávkuje dávkovacím zařízením 5 s výhodou injekční stříkačkou směs látek, které se na chromatografické koloně 6 rozdělí. Po rozdělení projdou rozdělené složky hydrogenační píčkou 7, která je naplněna platinovou sítkou zahřátou na 800 °C. Na této síťce dochází k odštěpení alkylů z aromatického jádra, případně k rozštěpení uhlíkatého řetězce na metan. Kyslík z molekuly přechází na vodu, dusík na amoniak. Mezi hydrogenační píčkou 7 a detektorem 2 je zapojen absorber 8 naplněný katalyzátorem 9025, který propouští pouze metan. Metan se zaznamenává pomocí detektoru 2 na zapisovači 11. Kromě popsaného způsobu se provede normální dělení analyzované směsi na plynovém chromatografu za stejných pracovních podmínek.

Píky, kterým na chromatogramu odpovídá zaznamenaný metan, náležejí látkám majícím alkyl nebo uhlíkatý nasycený řetězec.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob identifikace přítomnosti C-C vazeb u látek vycházejících z plynového chromatografu, vyznačený tím, že se směs organických látek rozdělí na plynovém chromatografu, načež se každá oddělená složka směsi vede v proudu nosného plynu, například vodíku, k rozkladu na platinové síťce, kde se při teplotě 800 °C látky obsahující C-C vazby štěpí a vzniklá směs metanu, vyššího alkanu se 2 až 16 atomy uhlíku, popřípadě aromatického uhlovodíku, vody a amoniaku se podrobí absorpci na vrstvě aktivního uhlí s jemně rozptýleným paladiem a detektorem plynového chromatografu, spojeným se zapisovačem, se zaznamenává přítomný metan.

1 výkres

