



Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 29.06.1972 (P. 156348)

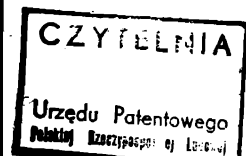
Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 30.05.1973

Opis patentowy opublikowano: 20. 12. 1975

Kl. 421,3/02

MKP G01n 31/08



Twórcy wynalazku: Stanisław Witek, Andrzej Nosal

Uprawniony z patentu tymczasowego: Politechnika Wrocławska Wrocław
(Polska)

Sposób analizy metodą chromatografii cieczowo-gazowej czwartorzędowych soli amoniowych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób analizy metodą chromatografii cieczowo-gazowej czwartorzędowych soli amoniowych o wzorze 1, gdzie R i R₁ stanowi rodnik alkilowy lub R i R₁ stanowią razem z atomem azotu heterocykliczny pierścień jak np. morfolinowy, a R₂ i R₃ stanowią rodniki alkilowe podstawione ewentualnie atomem chloru, zaś X⁻ oznacza atom chlorowca.

Dotychczas znane są trzy sposoby analizy metodą chromatografii cieczowo-gazowej czwartorzędowych soli amoniowych.

Sposób pierwszy polega na wstępnym działaniu wodoru na 10% roztwór czwartorzędowej soli amoniowej w mikroreaktorze z 10% palladem Darco, ekstrakcji amin i następnie analizie w chromatografii gazowym.

Sposób drugi polega na wstępnym rozkładzie czwartorzędowych soli amoniowych przez ogrzewanie 1 godzinę w zamkniętej rurze szklanej zawierającej 4 normalny roztwór wodorotlenku potasu w 110°C lub bez jego zawartości w 250°C i następnym wprowadzeniu produktów rozkładu do chromatografu gazowego.

Sposób trzeci polega na bezpośredniej analizie czwartorzędowych soli amoniowych w kolumnie chromatograficznej, której wypełnienie zawiera 0,5—10% dodatek wodorotlenku potasu, w temperaturze 220—280°C.

Niedogodnością techniczną pierwszego i drugiego sposobu analizy czwartorzędowej soli amoniowej

2

metodą chromatografii cieczowo-gazowej jest konieczność stosowania długotrwałych zabiegów wstępnych i przeprowadzania analizy dwustopniowo. Natomiast niedogodność trzeciego sposobu analizy polega na tym, że stosowanie wysokiej temperatury w kolumnie chromatograficznej odbija się niekorzystnie na rozdziale powstałych produktów, a temperatura 280°C jest za niska dla natychmiastowego rozkładu czwartorzędowych soli amoniowych i rozkład ten zachodzi powoli w czasie.

Celem wynalazku jest wyeliminowanie niedogodności technicznych występujących w znanych sposobach analizy metodą chromatografii cieczowo-gazowej, zaś zagadnieniem technicznym jest opracowanie sposobu umożliwiającego osiągnięcie tego celu.

Zagadnienie to zostało rozwiązane w ten sposób, że rozkład prowadzi się przez dawkowanie wodnego roztworu soli amoniowej bezpośrednio do podgrzanego do temperatury 500°C wypełnienia wstępnej kolumny chromatograficznej połączonej z zasadniczą kolumną chromatografu gazowego, zaś analizę prowadzi się w zasadniczej kolumnie chromatograficznej podgrzanej do temperatury 120—140°C, przy czym wypełnienie wstępnej kolumny chromatograficznej składa się z wodorotlenku potasu w ilości do 25 części wagowych osadzonego na 75—100 częściach wagowych nośnika mineralnego.

Zasadniczą korzyścią techniczną wynikającą ze stosowania sposobu według wynalazku jest możli-

wość jednostopniowej analizy soli amoniowych przy równoczesnym zapewnieniu natychmiastowego ich rozkładu.

Schemat blokowy chromatografu wraz z kolumną wstępną do analizy metodą chromatografii cieczowo-gazowej czwartorzędowej soli amoniowej przedstawiono na rysunku fig. 1.

Chromatograf gazowy typu GCHF. 18.3, składający się z kolumny 1 chromatograficznej umieszczonej w termostacie 2, płomieniowo-jonizacyjnego detektora 3, elektronicznego wzmacniacza 4 i rejestratora 5, wyposażony jest we wstępną kolumnę 6 chromatograficzną zaopatrzoną w elektryczny grzejnik 7, doprowadzenie gazu w postaci kapilary 8 i teflonową uszczelkę 9.

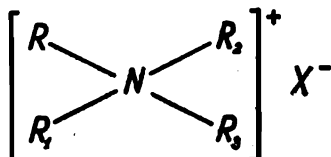
Wstępną kolumnę 6 chromatograficzną podłącza się do zasadniczej kolumny 1 chromatograficznej. Wstępną kolumnę 6 napełnia się wypełnieniem składającym się z wodorotlenku potasu w ilości do 25 części wagowych osadzonego na 75—100 częściach wagowych nośnika mineralnego typu Chromosorb, zaś zasadniczą kolumnę 1 napełnia się wypełnieniem składającym się z 15 części wagowych glikolu polietylenowego, 3 części wagowych wodorotlenku potasu i 82 części wagowych nośnika mineralnego typu Chromosorb. Następnie wstępną kolumnę 6 podgrzewa się do temperatury 500°C po czym za pomocą mikrostrzykawki z długą igłą wprowadza się przez teflonową uszczelkę 9 bezpośrednio do wypełnienia wstępnej kolumny 6

próbkę rzędu 0,5 μ l 30%-owego roztworu chlorku 2-chloroetylotrójmetyloamoniowego w wodzie destylowanej.

Doprowadzany do wstępnej kolumny 6 kapilarą 8 azot przy przepływie 60 ml/nim wprowadza produkty rozkładu do zasadniczej kolumny 1, umieszczonej w termostacie 2 utrzymującym temperaturę 120—140°C. Otrzymuje się wyraźny obraz analizy, na którym identyfikuje się jako główny produkt 2-dwumetyloaminoetanol, który służy do ilościowego określania czystości tej soli, oraz produkty uboczne jak chlorek metylu, trójmetyloaminę, tlenek etylenu, aldehyd octowy, dioksan oraz 2-dwumetyloaminochlorek.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób analizy metodą chromatografii cieczowo-gazowej czwartorzędowych soli amoniowych, znamienny tym, że rozkład prowadzi się przez dawkowanie wodnego roztworu soli amoniowej bezpośrednio do podgrzanego do temperatury 500°C wypełnienia wstępnej kolumny chromatograficznej połączonej z zasadniczą kolumną chromatografu gazowego, zaś analizę prowadzi się w zasadniczej kolumnie chromatograficznej podgrzanej do temperatury 120—140°C, przy czym wypełnienie wstępnej kolumny składa się z wodorotlenku potasu w ilości do 25 części wagowych osadzonego na 75—100 częściach wagowych nośnika mineralnego.



Wzór 1

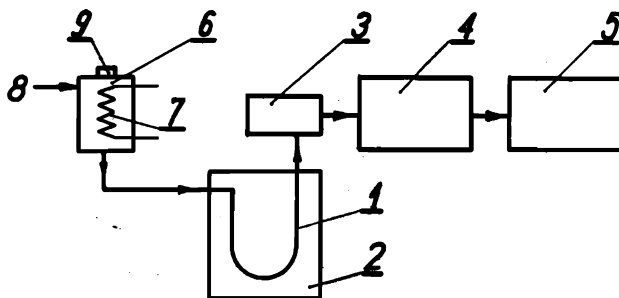


Fig. 1

