



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

209756

(11)

(B1)

/22/ Přihlášeno 16 05 80  
/21/ /PV 3415-80/

(51) Int. Cl.<sup>3</sup>  
G 01 N 31/08

(40) Zveřejněno 31 03 81

(45) Vydáno 15 02 83

(75)

Autor vynálezu

FRANC JAROSLAV ing. CSc., PARDUBICE

(54) Způsob zjištění přítomnosti oligomerů a polymerů v akrylamidu a N-butoxymetylakrylamidu

Vynález se týká způsobu zjištění přítomnosti oligomerů a polymerů v akrylamidu a N-butoxymetylakrylamidu tak, že se tyto rozdělí chromatografií na tenké vrstvě v systému chloroform-aceton a detekují roztokem manganistanu draselného.

Vynález se týká způsobu zjišťování přítomnosti oligomerů a polymerů v akrylamidu a N-butoxymetylakrylamidu. Akrylamid a deriváty tvoří dnes velmi důležitou skupinou látek, které nacházejí použití v nejrozličnějších průmyslových odvětvích. Obecnou vlastností těchto látek je jejich sklon k polymeraci. Tato polymerace je však v určitých výrobních stupních nežádoucí a je třeba sledovat, zda již neproběhla a do jaké míry.

Ke zjištění přítomnosti polymerních látek je možno použít gelové permeační chromatografie. Tato metoda je však nákladná jednak co se týče přístrojového vybavení a jednak jedna analýza trvá několik hodin. Obě tyto okolnosti hovoří proti použití v běžné provozní praxi.

Tyto nedostatky odstraňuje metoda, která je předmětem tohoto vynálezu.

Způsob stanovení oligomerů a polymerů v akrylamidu a N-butoxymetylakrylamidu spočívá podle vynálezu v tom, že se tyto rozdělí chromatografií na tenké vrstvě v systému chloroform-aceton, zviditelní na chromatogramu detekcí roztokem manganistanu draselného a vizuálně se hodnotí. Níže uvedené příklady ilustrují provedení podle vynálezu.

#### Příklad 1

Na start chromatogramu se nanáší 20  $\mu$ l akrylamidu 20% rozpouštěného v destilované vodě. Současně se vedle vzorku nanese srovnávací vzorek buď se známým obsahem polymerů, nebo připravený polyakrylamid v koncentracích odpovídajících 0,1 až 0,5% (je-li zapotřebí, tak i větší množství).

Chromatogram se vyvíjí v systému chloroform-aceton (1 : 1). Vyvíjení trvá asi 10 min. Po uschnutí chromatogramu se tento stříká alkalickým roztokem manganistanu draselného. Alkalita se upravuje roztokem uhličitanu sodného. Oba roztoky se smíchají v poměru 1 : 1 ten den, kdy se mají použít.

Akrylamid i skvrny polymerů jsou žlutavé až do světlehnědé skvrny na fialovém pozadí.

Chromatogram se pozoruje bezprostředně po postříkání a srovnává se velikost skvrn a intenzita zabarvení se standardy. Chromatogram asi po 30 minutách zbledne.

Pro standardní stupnici je možno si připravit polyakrylamid tak, že akrylamid 2% se vaří s několika kapkami hydroxidu sodného 50% a peroxidu po dobu 2 hodin.

Při přípravě standardu vzniká několik skvrn, u akrylamidu, až na velmi staré vzorky, se objevuje pouze skvrna, která je bezprostředně před skvrnou akrylamidu směrem k čelu chromatogramu.

#### P ř í k l a d 2

Nejprve se připraví vzorky, a to roztok N-butoxymetylakrylamidu 20% v etanolu. Z těchto vzorků se na start chromatogramu nanese injekční stříkačkou 2,5  $\mu$ l.

Chromatogram se vyvíjí ve směsi chloroform-aceton (1 : 2). Vyvíjení trvá asi 5 až 7 minut, než čelo chromatogramu dosáhne téměř okraje chromatografické desky. Po usušení chromatogramu na vzduchu se stříká alkalickým roztokem manganistanu draselného připraveného obdobně jako v příkladu 1. Skvrny jsou bílé až nažloutlé na fialovém pozadí. Pozoruje se asi 5 až 10 minut, protože právě oligomerní a polymerní látky se objevují až později vzhledem k jejich nižší koncentraci.

Vzorek nesmí obsahovat polymerní látky nacházející se na startu nebo v jeho blízkosti.

Kvantitativně možno postupovat tak, že se za základ zvolí vyhovující vzorek a ostatní

vzorky se hodnotí, zda jsou horší nebo lepší podle velikosti a intenzity zabarvení skvrn.

Metody zjištění přítomnosti oligomerů a polymerů v akrylamidu a N-butoxymetylakrylamidu lze použít nejen v laboratoři, ale i v provozní praxi.

#### PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob zjištění přítomnosti oligomerů a polymerů v akrylamidu a N-butoxymetylakrylamidu vyznačený tím, že se tyto rozdělí chromatografií na tenké vrstvě v systému chloroform-aceton a detekují roztokem manganistanu draselného.