

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWAURZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

57539

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 15. III. 1967 (P 119 479)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 25. VI. 1969

Kl. 421, 3/02

MKP G 01 n 31/08

UKD

Współtwórcy wynalazku: dr inż. Jan Pielichowski, mgr inż. Jerzy Polaczek, mgr inż. Jacek Hetper, Ginter Kaleta

Właściciel patentu: Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej, Blachownia Śląska (Polska)

Sposób chromatograficznego rozdzielania związków chemicznych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób rozdzielania związków chemicznych, zwłaszcza związków organicznych o dużej polarności w kolumnach chromatograficznych w układzie gaz-ciało stałe.

Dotychczas mieszaniny związków polarnych rozdzielano przy użyciu konwencjonalnych wypełnień rozdzielczych w układzie gaz-ciecz, co narażało na kłopoty z powodu niepożądanych właściwości adsorpcyjnych stosowanych nośników i stosunkowo niskiej termostabilności ciekłych faz stacjonarnych. Znane są również metody chromatografii gazowej, w których jako wypełnienie kolumn stosuje się kopolimery styrenu z dwuwinylobenzenem. Pozwalają one na pracę kolumn do temperatury około 200°C. Wypełnienia te jednak są trudno dostępne i drogie.

Nieoczekiwanie stwierdzono, że dzięki selektywnej sorpcji polimerów i kopolimerów 9-winylokarbazolu możliwe jest przeprowadzenie rozdzielania chromatograficznego w celach analitycznych lub preparatywnych różnych związków chemicznych. Sposób ten szczególnie ma zastosowanie do analizy mieszanin o charakterze polarnym.

W sposobie według wynalazku jako wypełnienie do kolumn chromatograficznych stosuje się polimery 9-winylokarbazolu o ciężarze drobinowym w zakresie od 50 000 do 200 000, lub kopolimery 9-winylokarbazolu z niższymi olefinami, odpowiednio rozdrobnione na jednolite ziarna. Zastosowanie takiego wypełnienia kolumn chromatograficznych

2

umożliwia dokonanie rozdzielania szeregu złożonych mieszanin o charakterze polarnym, w tym roztworów wodnych. Temperatura pracy kolumn w przypadku polimerów 9-winylokarbazolu może sięgać 300°C.

Przykład I. W chromatografii gazowej z detektorem termokonduktometrycznym wypełniono kolumnę o długości 1 m i średnicy 4 mm polimerem 9-winylokarbazolu o średnim ciężarze drobinowym 104 000. Polimer był rozdrabniany do ziaren 0,2—0,4 mm. Do kolumny, której temperaturę utrzymywano na poziomie 100°C wprowadzono przy użyciu mikrostrzykawki następujące mieszaniny: wodny roztwór aldehydu propionowego (Fig. 1), acetonu (Fig. 2), mieszaninę metanolu z etanolem (Fig. 3). Do kolumny o wysokości 2 m, pozostałe parametry jak poprzednio, wprowadzono wodny roztwór etanolu (Fig. 4) i metanolu (Fig. 5). Wielkość próbek wynosiła we wszystkich przypadkach 5 mikrolitrów. Rysunki przedstawiają uzyskane chromatogramy.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób chromatograficznego rozdzielania związków chemicznych w układzie gaz-ciało stałe, **znamienny tym**, że jako fazę nieruchomą stosuje się polimery lub kopolimery 9-winylokarbazolu.

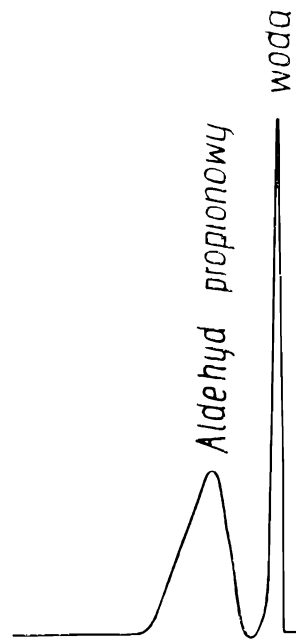


Fig. 1

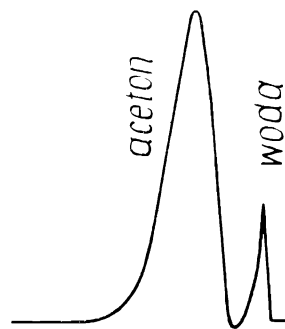


Fig. 2

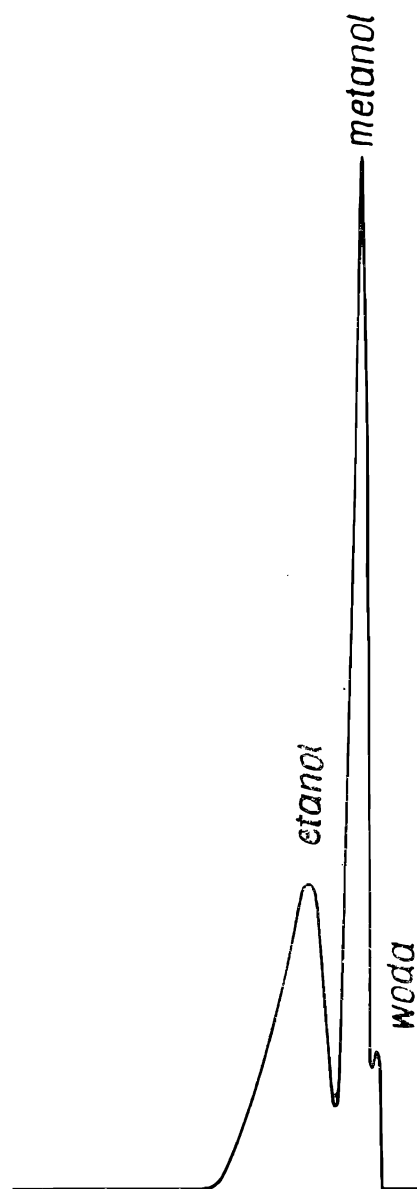


Fig.3.

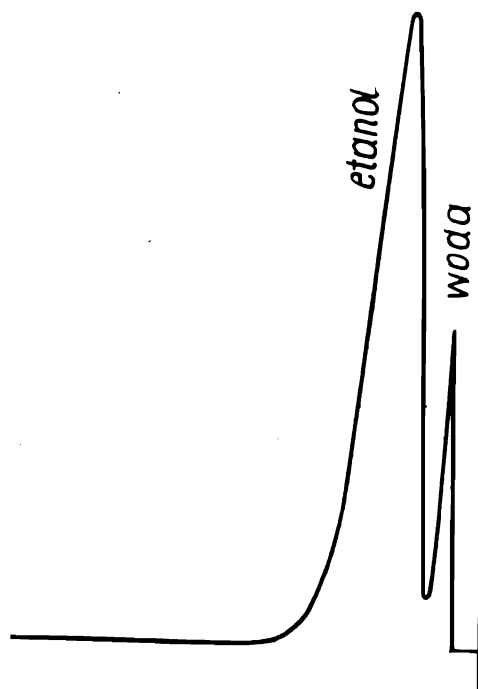


Fig. 1.

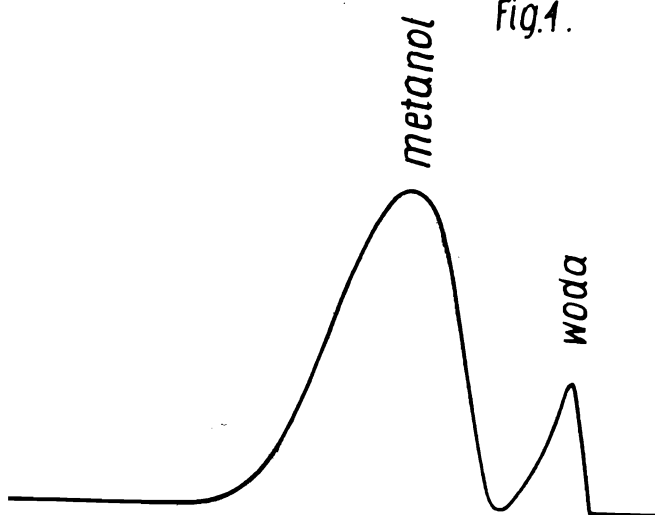


Fig. 5.