



Patent dodatkowy
do patentu _____

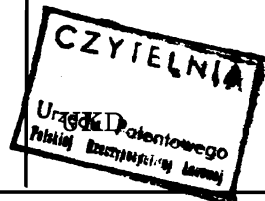
Kl. 42 I, 3/02

Zgłoszono: 21.VIII.1968 (P 128 714)

Pierwszeństwo: _____

MKP G 01 n, 31/08

Opublikowano: 20.VIII.1971



Współtwórcy wynalazku: Jacek Hetper, Jan Pielichowski

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

Sposób analizy chromatograficznej

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób analizy chromatograficznej gazowej, stosowanej do rozdziału lotnych związków chemicznych.

Dotychczas stosowano w chromatografii gazowej osadzone na nośnikach ciekłe fazy stacjonarne o różnej budowie chemicznej, przeważnie związki polimeryczne lub monomeryczne o wysokim ciężarze drobinowym, w tym organiczne związki tlenowe jak poliglikole, poliestry, polietery alifatyczne, polietery aromatyczne, wieloestry, alkohole wielowodorotlenowe itp.

Związki te wykazują różną polarność i termostabilność, która decyduje o zakresie stosowania tych związków. Z reguły związki polarne tego typu odznaczają się niską termostabilnością.

Stwierdzono, że produkty kondensacji węglowodorów aromatycznych z formaldehydem są użyteczne w chromatografii gazowej jako fazy stacjonarne do selektywnego rozdzielania związków organicznych. Fazy stacjonarne na bazie tych produktów można zaliczyć do polarnych, o polarności nieco wyższej niż dwuistry kwasów dwukarboksylowych takich jak ftalan dwubutylu, sebacynian dwuoktylu itp.

W związku z umiarkowaną polarnością produktów kondensacji węglowodorów aromatycznych z formaldehydem zastosowanie ich może być dosyć wszechstronne. Na kolumnach zawierających jako fazę stacjonarną produkty kondensacji węglowodorów uzyskuje się dobrą selektywność rozdziału

2

mieszaniny związków silnie i średnio polarnych takich jak alkohole, ketony, etery, estry itp. Szczególnie dogodne są one do rozdziału mieszanin zawierających węglowodory aromatyczne i ich pochodne.

Górna granica temperatury stosowania fazy stacjonarnej według wynalazku wynosi na przykład dla żywicy toluenowo-formaldehydowej 130°C, a dla żywicy naftalenowo-formaldehydowej 150°C, podczas gdy dla ftalanu dwubutylu nie przekracza 100°C, a ftalanu dwunonylu 120°C.

Sposobem według wynalazku analizę prowadzi się w chromatografii gazowej o konwencjonalnej budowie. Fazę stacjonarną w roztworze z lotnym rozpuszczalnikiem nanosi się na inertyny nośnik, np. diatomitowy a następnie usuwa się rozpuszczalnik przez odparowanie. Tak przygotowane wypełnienie wprowadza się do kolumny chromatograficznej zwracając uwagę na dobre jego upakowanie. Wskazane jest kilkugodzinne płukanie kolumny gazem nośnym w chromatografii albo kondycjonowanie w maksymalnej temperaturze w przypadku pracy w temperaturach wyższych przed przystąpieniem do właściwej analizy. Typowe parametry analiz podano w przykładach.

Przykład I. Mieszaninę alkoholi normalnych C₁—C₄ rozdzielano w chromatografii typ N-501 w temperaturze 130°C przy użyciu wodoru jako gazu nośnego, którego szybkość przepływu wynosiła 50 ml/minutę w kolumnie o długości 2 m i

średnicy 4 mm wypełnionej chromosorbem W o uziarnieniu 45—60 mesh, na który naniesiono 15% żywicy toluenowo-formaldehadowej.

Przykład II. Mieszaninę benzenu, etylobenzenu, styrenu, hydryndenu i indenu rozdzielono w warunkach jak w przykładzie I.

Przykład III. Mieszaninę acetonu, n-propanolu i octanu n-butyłu rozdzielono przy temperaturze kolumn 100° wypełnionych chromosorbem W z zawartością 15% żywicy naftalenowo-formal-

dehadowej. Pozostałe parametry rozdziału, jak w przykładzie I.

Zastrzeżenie patentowe

5 Sposób analizy chromatograficznej w układzie gaz — ciecz w kolumnie chromatograficznej, zawierający na nośnikach fazy stacjonarne, **znamienny tym**, że jako fazę stacjonarną stosuje się produkty kondensacji węglowodorów aromatycznych z formaldehydem.