



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

196073

(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
B 01 D 15/08

/22/ Přihlášeno 12 12 77
/21/ /PV 8302-77/

(40) Zveřejněno 29 06 79

(45) Vydáno 15 05 82

(75)

Autor vynálezu

PLZÁK ZBYNĚK ing. CSc., DOUSEK FRANTIŠEK ing. CSc., PRAHA
a JANSTA JIŘÍ ing. CSc., KOSTELEČ nad Labem

(54) **Náplň kolony pro vysokoúčinnou chromatografickou analýzu kapalných směsí na bázi uhlíkatých částic**

I

Vynález se týká použití uhlíkatých částic, izolovaných z produktů redukce fluor-substituovaných polyetylenů, zejména polytetrafluoretylénu, jako náplně kolony pro vysokoúčinnou chromatografickou analýzu kapalných směsí.

Při adsorpční kapalinové chromatografii je zkoumaná směs rozdělována na jednotlivé složky na základě rozdílného vzájemného působení dělených látek a adsorbentu a dělených látek a kapalně mobilní fáze - elučního činidla.

Vysokoúčinná kapalinová chromatografie je charakterizována použitím sorbentů ve formě mikročástic /o průměru menším než 40 μm/ a umožňuje dělit účinně a během několika minut či desítek minut velmi složité směsi látek. Použité sorbenty musí být dostatečně pevné, aby se neměnily hydrodynamické vlastnosti při tlakovém spádu, který dosahuje na koloně až 40 MPa.

Jako adsorbentů se používá řady látek. V tak zvané chromatografii s obrácenou fází se používají adsorbenty nepolárního charakteru, které přednostně sorbují méně polární složku směsi. Z látek s těmito vlastnostmi se v poslední době dostaly do popředí zájmu uhlíkaté materiály.

Vzhledem k tomu, že klasické uhlíkaté materiály svými mechanickými vlastnostmi nevyhovují pro použití ve vysokoúčinné kapalinové chromatografii, pracující při vysokém tlakovém spádu na koloně, hledají se nové způsoby přípravy materiálů s vyšší pevností.

Tak například byla popsána příprava částic vyrobených ze sazí, ztužených grafiti-

2

zací a nanesením uhlíkových vrstev připravených pyrolýzou vhodných uhlovodíků [J. Chromatogr. 119, 41 /1976/; 122, 223 /1976/]. Dalším uhlíkatým materiálem jsou například mikročástice kyslíčnicku křemičitého pokryté filmy uhlíku [J. Chromatogr. 126, 43 /1976/; 117, 257 /1976/].

Tyto uhlíkaté materiály se ukázaly být dobrými adsorbenty, pro vysokoúčinnou kapalinovou chromatografii však jejich vlastností nejsou zcela vyhovující a způsob přípravy je značně složitý. Byl proto hledán takový adsorbent pro provádění vysokoúčinné chromatografické analýzy kapalných směsí, jehož částice mohou být stlačeny tlaky v této metodě používanými, aniž by docházelo k jejich permanentní deformaci.

Podstatou uvedeného vynálezu je použití uhlíkatých částic, izolovaných z produktů redukce fluor-substituovaných polyetylenů, zejména polytetrafluoretylénu, amalgamy alkalických kovů při teplotě od 25 do 100 °C, jako náplně kolony pro vysokoúčinnou chromatografickou analýzu kapalných směsí.

Vynález je založen na novém a překvapivém poznatku, že takto připravený uhlíkatý materiál lze stlačit v suchém stavu tlakem až 400 MPa, aniž by docházelo k podstatné permanentní deformaci. Tyto mechanické vlastnosti materiálu umožňují plnění kolon částicemi sorbentu suspenzní metodou, používající tlaku řádově stovek atmosfér, a zaručují stabilitu hydrodynamických vlastností náplně kolony, pracující při tlakovém spádu až 40 MPa.

Tento nový typ uhlíkatého adsorbentu pro kapalinovou chromatografii se izoluje

z produktů redukce fluorsubstituovaných polyetylenů, zejména polytetrafluoretylenů, amalgamy alkalických kovů při teplotách od 25 do 100 °C /čs. autorské osvědčení č. 172 502; č. 173 786 a č. 176 698/.

Z těchto produktů se extrakcí vodou oddělí fluorid alkalického kovu, získaná suspenze uhlikatých částic se zfiltruje a vysuší ve vakuu. Takto získaný uhlikatý práškový produkt, jehož vnitřní struktura a vlastnosti jsou dány uvedeným způsobem přípravy, se může použít přímo bez dalších úprav. Z hlediska účinnosti kolony je však výhodné použít frakcionovaný produkt s velikostí částic mezi 4 μm a 12 μm .

Skutečná hustota uhlikatých částic, stanovená pyknometricky, je 2,17 g/cm³, objemová hustota suchého prášku po intenzivním třepání je 0,14 g/cm³. Vě srovnání se známými adsorbenty má uhlikatý materiál, připravený výše uvedeným způsobem, vynikající adsorpční vlastnosti: v 1 g tohoto materiálu se při 25 °C adsorbuje až 1,25 cm³ benzenu. Má rovněž velmi vysoký specifický povrch, řádově 2.10³ m²/g.

Následující příklady ilustrují přednosti řešení podle vynálezu.

P ř í k l a d 1

Chromatografická kolona z nerez oceli o délce 300 mm a vnitřním průměru 3,3 mm byla naplněna sorbentem tak, že suspenze

0,8 g uhlikatého adsorbentu, připraveného z polytetrafluoretylénu, ve 40 cm³ směsi tetrabrometanu /38 obj. %/, dioxanu /31 obj. %/ tetrachlorethanu /31 obj. %/, homogenizovaná po 5 minut v ultrazvukové lázni, byla vpravena do kolony pod tlakem 20 MPa. Byl použit frakcionovaný adsorbent s průměrnou velikostí částic 9,4 μm .

Na čelo takto připravené kolony byl dávkovacím zařízením vnesen vzorek směsi etanolu, n-butanolu, n-amylnalcoholu a n-nonylnalcoholu o objemu 5 μl . Kolona byla promývána acetonitrilem průtokovou rychlostí 0,77 cm³/min při tlakovém spádu 3,2 MPa.

Výsledný chromatogram je znázorněn na obr. 1, kde píky 1, 2, 3, 4 a 5 odpovídají postupně etanolu, n-butanolu, n-amylnalcoholu, n-hexylalcoholu a n-nonylnalcoholu.

P ř í k l a d 2

Do chromatografické kolony, připravené stejným způsobem jako v příkladu 1, bylo vneseno 30 μl roztoku obsahujícího p-karboran /1,12-C₂B₁₀H₁₂/ a m-karboran /1,7-C₂B₁₀H₁₂/ v heptanu. Eluční činidlo - heptan - bylo do kolony čerpáno průtokovou rychlostí 1,23 cm³/min pod tlakem 3 MPa.

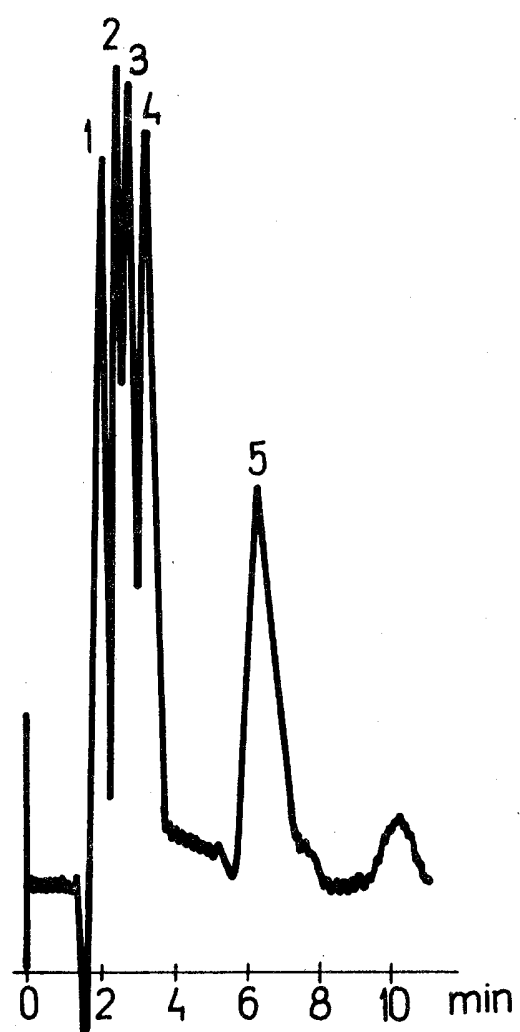
Získaný chromatogram je zobrazen na obr. 2, kde pík 1 odpovídá nečistotám rozpouštědla, pík 2 p-karboranu a pík 3 m-karboranu.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

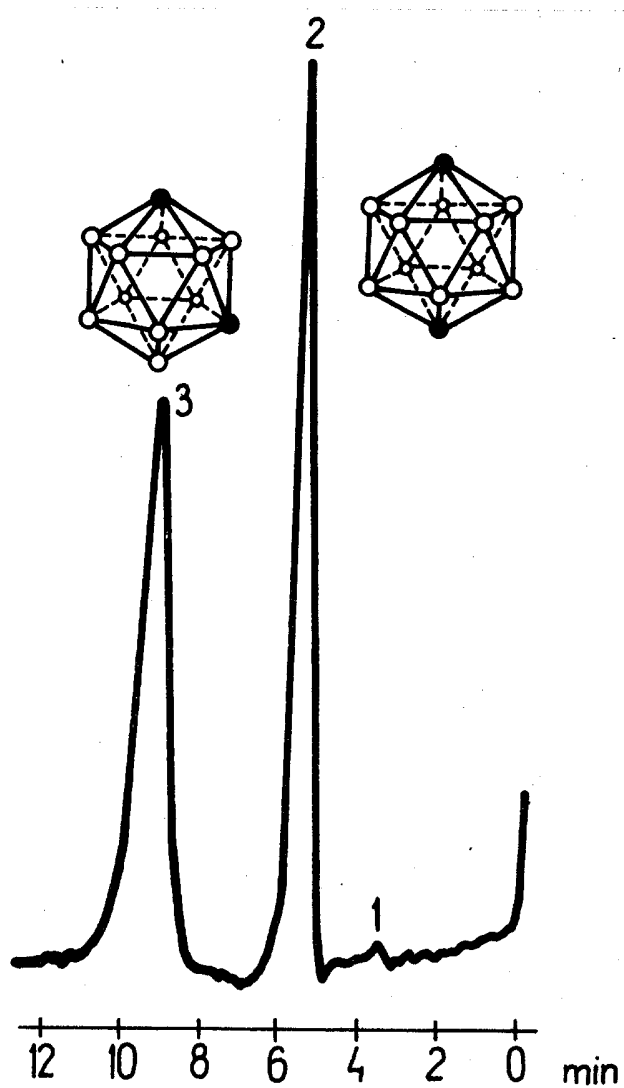
Použití uhlikatých částic, izolovaných z produktů redukce fluorsubstituovaných polyetylenů, zejména polytetrafluoretylénu, amalgamy alkalických kovů při teplotě od

25 do 100 °C, jako náplně kolony pro vysokoučinnou chromatografickou analýzu kapalných směsí.

2 listy výkresů



Obr. 1



Obr. 2