



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

251281

(11) (B1)

(22) Přihlášeno 20 08 84
(21) PV 6286-84

(51) Int. Cl.⁴
G 01 N 30/50

(40) Zveřejněno 13 11 86

(45) Vydáno 15 04 88

(75)
Autor vynálezu

HORKÁ MARIE ing., KAHLE VLADISLAV RNDr., JANÁK KAREL ing. CSc.,
TESAŘIK KAREL RNDr., BRNO

(54) Způsob přípravy kapilárních kolon s polární stacionární fází

Podstatou způsobu je, že se kapilární kolona s předem upraveným vnitřním povrchem silylací (například γ -glycidoxypropyltrimetoxysilanem) smočí roztokem obsahujícím polyglykol, diizokyanát a katalyzátor (například diazabicyklo [2,2,2] oktan) v dichlormetanu a zahřeje se na teplotu 80 až 200 °C, potřebnou k proběhnutí reakce. Způsob je určen pro kapilární kolony v plynové chromatografii.

Vynález se týká způsobu přípravy kapilárních kolon s polární stacionární fází polyglykolového typu tvorbou polyuretanových vazeb.

Kapilární kolony pokryté kapalným filmem stacionární fáze mají některé nedostatky, vyplývající z podstaty fyzikálních vazeb mezi vnitřním povrchem kapilár a filmem stacionární fáze. Je to zejména omezená životnost, nízká tepelná stálost, nemožnost regenerace, nemožnost nástřiku kapalných vzorků přímo do kolony a tím i nevhodnost pro použití v kapalino-
vé chromatografii. Výhodnější je použití chemicky vázané, případně zesíťované stacionární fáze, vytvořené ve formě tenkého filmu přímo na stěně kapiláry.

Zatím nejlépe se osvědčily nepolární a slabě polární chemicky vázané zesíťované stacionární fáze na bázi polysiloxanů. Jejich příprava spočívá v nanesení tenkého homogenního filmu předpolykondenzátu nebo přímo silikonové fáze s vhodnými funkčními skupinami na vnitřní stěnu kapiláry, předem upravené.

Konečná reakce zesíťování probíhá přímo na vnitřní stěně kapiláry, a to za předem zvolených pracovních podmínek. Je znám postup přípravy kapilárních kolon s polyetylenoglykolovými chemicky vázanými zesíťovanými stacionárními fázemi¹⁻³. Na předem upravený povrch kapiláry se nanese roztok polyglykolu s metylvinylcyclopentasiloxanem a dikumylperoxidem, nebo roztok polyglykolu s dikumylperoxidem, γ -glycidoxypropyltrimetoxysilanem a dibutyl-cín-dilaurátem. Volbou vhodných reakčních podmínek proběhne přímo na stěně zesíťování. V obou popsanech způsobech je však stupeň zesíťování poměrně nízký.

Tyto dosavadní nevýhody odstraňuje způsob přípravy kapilárních kolon s polární stacionární fází polyglykolového typu tvorbou polyuretanových vazeb, jehož podstatou je, že se kapilární kolona s předem upraveným vnitřním povrchem silylací - například γ -glycidoxypropyltrimetoxysilanem smočí roztokem obsahujícím polyglykol, diizokyanát a katalyzátor vzniku polyuretanové vazby - například diazabicyklo [2,2,2]oktan v nízkovroucím rozpouštědle - například dichlormetanu, a zahřeje se na teplotu 80 až 200 °C potřebnou k proběhnutí reakce.

Hlavní výhodou je, že způsob umožňuje dosáhnout vysoké stupně zesíťování, přičemž účinnost a kapacita připravených kolon se blíží účinnosti a kapacitě kolon s nezesíťovanou stacionární fází. Kvalita kolony se nemění ani po promytí rozpouštědlem ani po přímém nástřiku vodného vzorku na kolonu.

Vynález blíže objasní níže uvedený příklad. Skleněná kapilára s povrchem upraveným působením γ -glycidoxypropyltrimetoxysilanu se dynamicky smočí roztokem $3 \cdot 10^{-3}$ M Carbowaxu 20M a $3 \cdot 10^{-3}$ M 1,6-diizokyanatohexanu za přídavku diazabicyklo [2,2,2]oktanu v dichlormetanu. Poté se smočená kapilára profukuje cca 1 hodinu dusíkem za teploty místnosti načež se postupně vyhřívá na teplotu 100 °C po dobu cca 30 min, pak se teplota zvyšuje o 5 °C/min až do hodnoty 200 °C, na které se udržuje cca 1 hodinu, a to za stálého průtoku dusíku kapilárou. Kapilární kolona se po tomto postupu otestuje, promyje benzenem a znovu otestuje.

Účinnost ani kapacita kolony, vyjádřená v počtu teoretických pater a kapacitním poměrem se při obou testovacích zkouškách již obvykle nezmění.

Způsob je určen pro kapilární kolony v plynové chromatografii.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob přípravy kapilárních kolon s polární stacionární fází polyglykolového typu tvorbou polyuretanových vazeb, vyznačený tím, že se kapilární kolona s předem upraveným vnitřním povrchem silylací - například γ -glycidoxypropyltrimetoxysilanem smočí roztokem obsahujícím polyglykol, diizokyanát a katalyzátor vzniku polyuretanové vazby, například diazabicyklo [2,2,2]oktan v dichlormetanu a zahřeje se na teplotu 80 až 200 °C potřebnou k proběhnutí reakce.