



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(22) Přihlášeno 29 03 79
(21) (PV 2057-79)

(40) Zveřejněno 30 04 80
(45) Vydáno 30 03 83

202475
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 03 C 15/00

(75)

Autor vynálezu

TESAŘÍK KAREL RNDr., BRNO

(54) Způsob úpravy vnitřního povrchu skleněných kapilár

1

Vynález se týká způsobu úpravy vnitřního povrchu skleněných kapilár o průměru menším než 100 μm leptáním.

Ve vysokoúčinné kapalinové chromatografii byla převzata technika použití dlouhých skleněných kapilárních kolon z plynové chromatografie, kde byly převážně užívány kapiláry s vnitřním průměrem 0,2 až 1 mm. Vzhledem k změněným pracovním podmínkám v kapalinové chromatografii je nutné pro dosažení optimálního dělení používat kapilár s vnitřním průměrem 20 až 80 μm . Pro tak malé průměry kapilár nejsou použitelné postupy k úpravě vnitřní stěny, užívané u kapilár s většími průměry, při kterých v tomto případě dochází k ucpání kapiláry.

Tuto nevýhodu odstraňuje způsob úpravy vnitřního povrchu skleněných kapilár o průměru menším než 100 μm leptáním, jehož podstatou je, že se stěny kapiláry nejprve pokryjí 3 až 7 %ním roztokem tetramethylamoniumhydroxidu v methanolu, který vytváří na vnitřní stěně kapiláry film o síle několika mikrometrů, načež nejlépe zahříváním při teplotě 150 až 200 °C po dobu 30 až 90 minut a dalším zahříváním při teplotě 350 až 450 °C po dobu 1 až 5 hodin se vlivem chemické reakce mezi roztokem a stěnou kapiláry vytvoří porézní silikagel v tenké homogenní vrstvě.

Hlavní předností popisovaného postupu je, že umožňuje poměrně jednoduchým způso-

2

bem úpravy vnitřní stěny dlouhých kapilár o vnitřním průměru pod 100 μm až do průměru 20 μm .

Vynález je dále objasněn příkladem provedení s odkazem na připojený výkres, na němž je znázorněn přístroj k provádění způsobu podle vynálezu.

Na výkresu je nádobka 1 o objemu několika mililitrů, která je částečně naplněna roztokem 3 tetramethylamoniumhydroxidu v methanolu. Do nádoby 1 je jedním koncem zavedena skleněná kapilára 2. Kovovou trubičkou 4 je přiváděn do nádoby 1 stlačený plyn.

Při provádění popisovaného způsobu se postupuje následovně. K nádobce 1 se připojí plynotěsně konec skleněné kapiláry 2 a do nádoby 1 se naleje 5%ní methanolic-
ký roztok 3 tetramethylamoniumhydroxidu tak, aby hladina roztoku 3 byla nad koncem skleněné kapiláry 2. Na druhý konec nádoby 1 se připojí přívod 4 stlačeného plynu. Po naplnění skleněné kapiláry 2 v délce 1 až 2 m roztokem 3 se konec skleněné kapiláry 2 v nádobce 1 vysune nad hladinu roztoku 3. Tlak plynu protlačuje sloupec roztoku skleněnou kapilárou 2 a na její stěně ulpívá tenká vrstva roztoku o síle 1 až 3 μm . Jakmile sloupec roztoku 3 projde celou skleněnou kapilárou 2, nádobka 1 se odtlakuje, skleněná kapilára 2 se odpojí a vloží do pece. Tam se zahřívá nejprve na teplotu 150 °C a po jedné hodině se teplota

zvýší na 350 °C. Po tříhodinovém vyhřívání je úprava stěny skončena. Projeví se bílým povlakem silikagelu na vnitřní stěně skleněné kapiláry 2.

Uvedený způsob je výhodný zejména pro dlouhé skleněné kapiláry s vnitřním průměrem pod 100 μm , používané v kapalinové chromatografii.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob úpravy vnitřního povrchu skleněných kapilár o průměru menším než 100 μm leptáním, vyznačený tím, že na stěny kapiláry se nejprve nanáší 3 až 7% roztok tetramethylamoniumhydroxid v methanolu, který vytváří na vnitřní stěně kapiláry film o síle několika mikrometrů, načež zahřívá-

ním při teplotě 150 až 200 °C po dobu 30 až 90 minut a dalším zahříváním při teplotě 350 až 450 °C po dobu 1 až 5 hodin se vlivem chemické reakce mezi roztokem a stěnou kapiláry vytvoří porézní silikagel v tenké homogenní vrstvě.

1 výkres

202475

