



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

257478

(11)

(B1)

(22) Prihlášené 11 06 86
(21) PV 4313-86.R

(51) Int. Cl.⁴
G 01 N 30/04

(40) Zverejnené 15 10 87
(45) Vydané 15 02 89

(75)
Autor vynálezu

BYSTRICKÝ LUBOR ing., BRATISLAVA

(54) Spôsob prípravy imobilizovanej stacionárnej fázy silikónového typu,
modifikovanej dusíkatými bázami pre plynovú chromatografiu

Doterajší postup prípravy kapilár s imobilizovanými silikónovými stacionárnymi fázami modifikovanými dusíkatou bázou má nevýhodu v tom, že si vyžaduje zložitú prípravu dusíkatého kopolyméru typu derivátov kyseliny barbiturovej, ako aj špeciálnu dezaktiváciu kapilár. Podstata riešenia spočíva v tom, že silikónový prepolymer a trialkylamín, alkylpyridín alebo vinylpyridín, vo vzájomnom hmotnostnom pomere 100:2,5 až 30, za katalitického účinku 2,5 až 10 dielov hmot. bis/alfa, alfa-dimetylbenzyl/-peroxidu prípadne dibenzoylperoxidu, vzťahnuté na silikónový prepolymer, sa po odstránení rozpúšťadla nechá polymerizovať za neprístupu vzduchu pri teplote 130 až 170 °C počas 30 až 120 minút.

Vynález sa týka spôsobu prípravy imobilizovanej stacionárnej fázy silikónového typu, modifikovanej dusíkatými látkami, pre plynovú chromatografiu.

Doterajší postup prípravy kapilár s imobilizovanými silikónovými stacionárnymi fázami modifikovanými dusíkatou bázou spočíva v spoločnej polymerizácii silikónového prepolyméru a vinyl- resp. alylbarbiturátu pri zvýšenej teplote a za katalytického účinku organického peroxidu (W. M.-L. Chow and B. Caddy: J. Chromatogr., 318, 225-268, (1985)).

Nevýhodou doterajšieho postupu je, že si vyžaduje zložitú prípravu dusíkatého kopolyméru typu derivátov kyseliny barbiturovej, ako aj špeciálnu dezaktiváciu kapilár.

Uvedené nedostatky je možné odstrániť prípravou imobilizovanej stacionárnej fázy silikónového typu, modifikovanej dusíkatými bázami, pre plynovú chromatografiu, polymerizáciou prepolyméru pri zvýšenej teplote, za katalytického účinku organického peroxidu spôsobom podľa vynálezu.

Podstata vynálezu spočíva v tom, že silikónový prepolymér a trialkylamín, kde alkyl má 1 až 5 atómov uhlíka a alkyly sú rovnaké alebo rôzne, alkylpyridín s 1 až 3 atómami uhlíka v alkyle pyridínu a s 1 až 3 alkylmi na jadre, pričom alkyly sú rovnaké alebo rôzne, alebo vinylpyridín, vo vzájomnom hmotnostnom pomere 100:2,5 až 30, za katalytického účinku 2,5 až 10 dielov hmot. bis/alfa, alfa-dimetylbenzyl/-peroxidu prípadne dibenzoylperoxidu, vztiahnuté na silikónový prepolymér, sa po odstránení rozpúšťadla nechá polymerizovať za neprístupu vzduchu pri teplote 130 až 170 °C počas 30 až 120 minút. Na vnútornej stene sklennej kapiláry sa tak vytvorí neextrahovateľný film stacionárnej fázy s chromatografickými vlastnosťami odlišnými od pôvodného silikónového polyméru.

Výhodou spôsobu prípravy imobilizovanej stacionárnej fázy silikónového typu podľa vynálezu spočívajú v tom, že sa zjednodušuje príprava fázy v porovnaní s doterajšou prípravou, je možné využiť bežnú dezaktiváciu kapilár a rozširuje sa spektrum silikónových prepolymérov.

Uvedené príklady ilustrujú, ale neobmedzujú predmet vynálezu.

P r í k l a d 1

Sklenená kapilárna kolóna zo sodnovápenatého skla typu Unihost sa naplní roztokom obsahujúcim 100 dielov hmot. silikónového prepolyméru (metylfenylvinylsilikón) 9,5 dielov hmot. trietylaminu a 2,5 dielu hmot. bis/alfa, alfa-dimetylbenzyl/-peroxidu v dichlórmetáne. Jeden koniec kapiláry sa po naplnení roztokom hermeticky uzavrie a cez druhý sa pomocou vysokého vákuu odparí rozpúšťadlo. Kolóna sa po odparení rozpúšťadla a po prečísaní dusíkom na oboch koncoch zataví a vloží do pece, kde sa vyhreje na 150 °C rýchlosťou 5 °C/min. Pri teplote 150 °C sa kolóna ponechá 60 minút.

P r í k l a d 2

Sklenená kapilárna kolóna z boritokremičitého skla typu Simax sa naplní roztokom obsahujúcim 100 dielov hmot. metylsilikónového prepolyméru 10 dielov hmot. 4-vinylpyridínu a 3 diely hmot. bis/alfa, alfa-dimetylbenzyl/-peroxidu v dichlórmetáne. Po naplnení kapiláry roztokom sa pokračuje ako v príklade 1, s tým rozdielom, že polymerizácia prebieha pri teplote 30 °C 30 minút.

P r í k l a d 3

Sklenená kapilárna kolóna zo sodnovápenatého skla tyu Unihost sa naplní roztokom obsahujúcim 100 dielov hmot. metylfenylsilikónového prepolyméru, 2,5 dielu hmot. 2,6-dimetylpyridínu, a 2,5 dielu hmot. bis/alfa, alfa-dimetylbenzyl/-peroxidu v dichlórmetáne. Po naplnení kapiláry roztokom sa pokračuje ako v príklade 1.

P r í k l a d 4

Sklenná kapilárna kolóna z boritokremičitého skla typu Simax sa naplní roztokom obsahujúcim 100 dielov hmot. metylvinylsilikónového prepolyméru 5 dielov hmot. N-metyl-N,N-di-n-propylamínu a 10 dielov hmot. dibenzoylperoxidu v dichlórmetáne. Po naplnení kapiláry roztokom sa pokračuje ako v príklade 1, s tým rozdielom, že polymerizácia prebieha pri teplote 170 °C 90 minút.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob prípravy imobilizovanej stacionárnej fázy silikónového typu, modifikovanej dusíkatými bázami, pre plynovú ochromatografiu, polymerizáciou silikónového prepolyméru metylfenylvinylsilikónu pri zvýšenej teplote, za katalytickej účinnosti organického peroxidu, vyznačujúci sa tým, že silikónový prepolymér a trialkylámín, kde alkyl má 1 až 5 atómov uhlíka a alkyly sú rovnaké alebo rôzne, alkylpyridín s 1 až 3 atómami uhlíka v alkyle pyridínu a s 1 až 3 alkylmi na jadre, pričom alkyly sú rovnaké alebo rôzne, alebo vinylpyridín, vo vzájomnom hmotnostnom pomere 100:2,5 až 30, za katalytického účinku 2,5 až 10 dielov hmot. bis/alfa,alfa-dimetylbenzyl/-peroxidu prípadne dibenzoylperoxidu, vztiahnuté na silikónový prepolymér, sa po odstránení rozpúšťadla nechá polymerizovať za neprístupu vzduchu pri teplote 130 až 170 °C počas 30 až 120 minút.