



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

224 757

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita

(22) Přihlášeno

(21) PV 8450-81)

17 11 81

(51) Int. Cl.³ G 01 N 27/34

(40) Zveřejněno

27 05 83

(45) Vydáno

01 09 84

(75)

Autor vynálezu

NOVOTNÝ LADISLAV ing.,

PRAHA

(54)

Způsob zhotovení sedla kapiláry

Vynález se týká způsobu zhotovení sedla kapiláry, například pro statickou kapkovou elektrodu, lépe řečeno popisuje postup úpravy horní části kapiláry do tvaru sedla.

Z literatury je známo /R.Kalvoda, J.Kůta: Chem.Listy, 74/1980/674/, že citlivost a reprodukovatelnost řady polarografických a jiných elektroanalytických metod /E.Kirova-Eisner a kol.: Anal.Chem., 53/1981/581/ jsou mimo jiné závislé na vlastnostech použité kapiláry. Dosud se v této souvislosti věnovala pozornost převážně úpravám dolní části kapiláry /I.Smoler: J.Electroanal.Chem., 51/1974/452/, která zasahuje

do měřeného roztoku. V poslední době však roste též význam konstrukčních úprav horní části kapiláry, spojené se zásobníkem protékající tekutiny, nejčastěji rtuti. Děje se tak zejména v souvislosti s vývojem zařízení na stacionární kapku /W.Kemula, J.Zawadowska: Fresenius Z.Anal.Chem., 300/1980/39/ a tzv. statické rtuťové kapkové elektrody /W.M.Peterson: International Laboratory, January/February, /1980/51/. V případě prvního druhu zařízení /F.Vydra a kol.: Electrochemical Stripping Analysis, Interscience, New York, 1976/ byla horní část kapiláry upravována do tvaru příruby lisováním za horka. U statické rtuťové kapkové elektrody byla horní část kapiláry upravována broušením a celé kapiláry bylo pak vyleštěno. Po použití těchto operací byla na vnitřní i vnější povrch kapiláry nanesena mikrovrstva elektricky vodivého materiálu, např. SnO_2 , aby se zabezpečil přívod elektrického kontaktu ke kapce. V případě konstrukce /Čs. A.O. 202 316/, umožňující vytváření jak stacionární, tak statické rtuťové kapky, měla horní část kapiláry formu ventilového sedla, které bylo vytvořeno například broušením. Sedlo bylo možno vytvořit též zúžením silnostěnné kapiláry o velkém vnitřním průměru, např. 2 mm.

Použití uvedených způsobů, ať lisování, broušení, leštění nebo tažení, pro úpravu horního konce kapiláry do tvaru sedla vedlo, jak experimenty ukázaly, ve větší či menší míře k omezené životnosti kapilár, někdy i jen na desítky hodin, zejména byly-li kapiláry používány jako součást zařízení na stacionární nebo statickou kapku. Tyto postupy způsobují v materiálu kapiláry, jako je sklo, poruchy a vyvolávají mate-

riálová pnutí, vznik krystalických struktur, apod. V důsledku toho jsou funkční parametry kapilár časově proměnlivé a s časem se zhoršují. Při měřeních se tyto změny projevují například změnami průtokové rychlosti tekutiny kapilárou, zhoršováním reprodukovatelnosti a snižováním citlivosti měření apod. Končí mechanickým poškozením a zničením kapiláry.

Proto se ukázalo jako účelné navrhnout takový způsob zhotovení sedla kapiláry, který by vedl k podstatnému omezení nebo odstranění zmíněných poruch a k prodloužení životnosti kapiláry alespoň na dobu řádově stovek až tisícovek hodin.

Uvedeného cíle je dosaženo řešením podle tohoto vynálezu, jehož předmětem je způsob zhotovení sedla kapiláry, například pro statickou kapkovou elektrodu. Podstatou vynálezu je postup, při němž se kapilára na zvoleném úseku zahřeje na teplotu vyšší než je bod transformace a nižší než bod tání materiálu kapiláry, načež se do vnitřního průběžného otvoru kapiláry přivede stlačený plyn a působením přetlaku mezi 5 kPa a 1,5 MPa se vnitřní průběžný otvor za rotace kapiláry podle její podélné osy rozšíří do tvaru široké dutiny a panující přetlak plynu se zruší. Poté se kapilára na úseku široké dutiny zahřeje na teplotu mezi bodem transformace a bodem tání materiálu kapiláry, načež se vytáhne a po ochlazení pod bod transformace se ve zvoleném místě přeřízne. Pak se může kapilára v místě přechodu široké dutiny ve vnitřní průběžný otvor opět zahřívat na teplotu mezi bodem tání a bodem transformace materiálu kapiláry tak dlouho, až se vnitřní průběžný otvor působením teploty zmenší na požadovanou hodnotu.

Vynález vychází z poznatku, že při formování tvaru sedla navrženým postupem působí pouze síly, jejichž podstatu

tvoří mezifázové napětí, gravitační a tlakové síly, tedy nikoliv síly vyvolané účinkem pracovních nástrojů jako tomu bylo dosud. V důsledku toho nedochází z mikrohlediska k hrubému poškození povrchové vrstvy materiálu kapiláry.

I při vytváření sedla rozfukováním však vznikají na vnitřním povrchu kapiláry mikrotrhlíčky, jejichž počet a velikost rostou s použitou hodnotou přetlaku netečného plynu. Je-li však upravená kapilára po rozfouknutí opět zahřáta alespoň na teplotu měknutí materiálu kapiláry, dochází nejen k odstranění pnutí a zkrystalovaných oblastí, nýbrž i k homogenizaci původně porušeného vnitřního povrchu. Největšího účinku se dosahuje tehdy, když je protavení tak intenzivní, že se vnitřní průměr kapiláry v místě přechodu sedla ve vnitřní průběžný otvor samovolně zmenší. Toto místo bývá u kapilár nejvíce mechanicky namáháno a proto i nepatrné poruchy v něm vedou dříve nebo později k trvalému poškození. Je-li navíc vnitřní průběžný otvor kapiláry rozšířen též v okolí dolní části sedla, lze protavení provádět bez nebezpečí zatavení vnitřního průběžného otvoru.

Při používání kapiláry, zhotovené způsobem popsáním v tomto vynálezu, jsou podstatně omezeny nebo odstraněny výše zmíněné experimentální poruchy. Vynález vede zejména k dlouhodobému zlepšení reprodukovatelnosti měření a k podstatnému, obvykle pateronásobnému až desateronásobnému, prodloužení životnosti kapiláry.

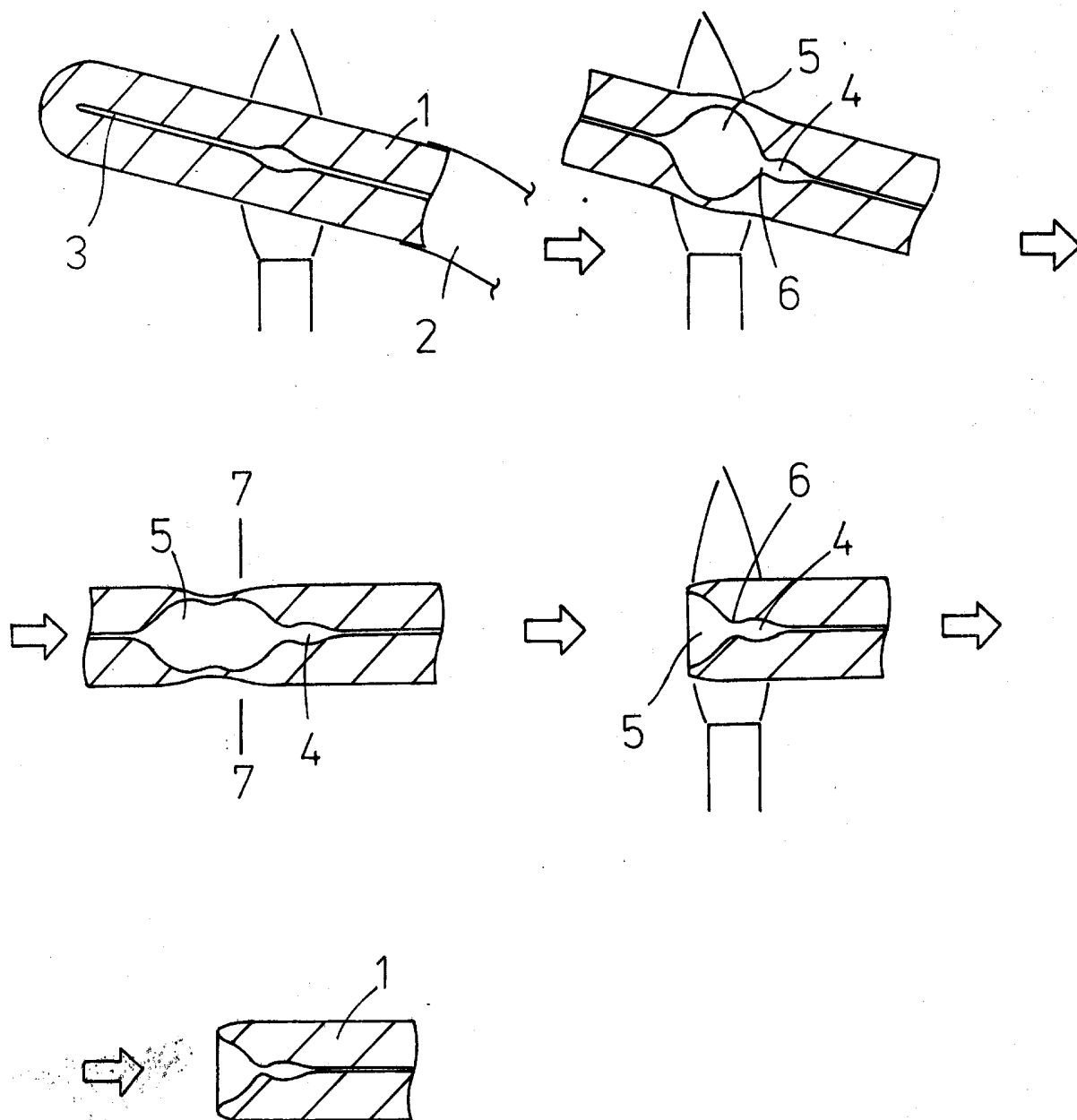
Předmět vynálezu je využitelný například v polarografii, v bioelektrochemii a v elektroanalytické chemii.

Příklady:

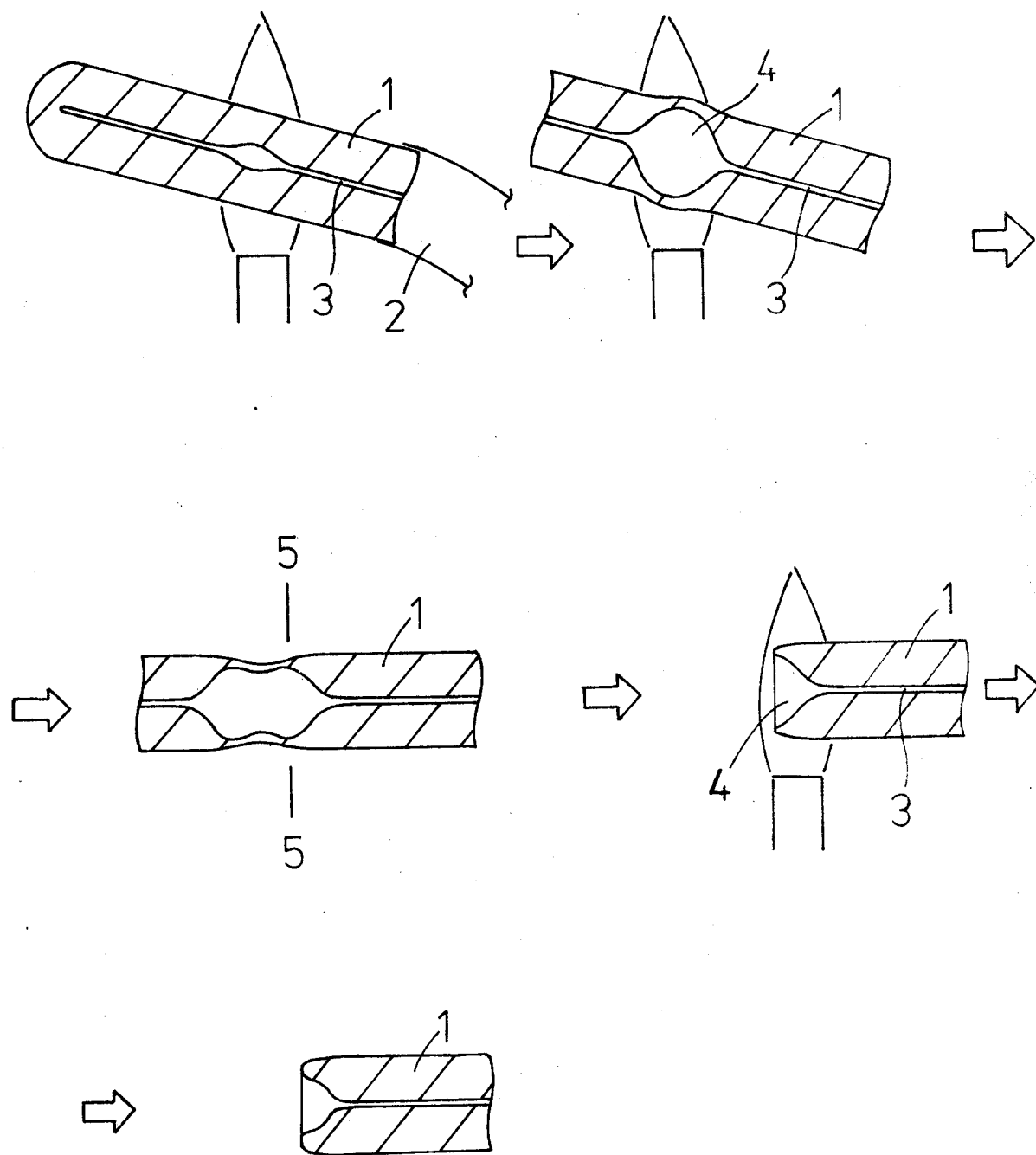
Na přiložených obrázcích jsou znázorněny dva příklady způsobu zhotovení sedla kapiláry. Na obr.1 je uveden způsob zhotovení sedla kapiláry při rozšíření vnitřního průběžného otvoru do tvaru dvou dutin; na obr.2 je uveden způsob zhotovení sedla kapiláry při rozšíření vnitřního průběžného otvoru do tvaru jedné dutiny.

Na obr.1 je znázorněn postup, při němž se kapilára 1 ze skla SIAL vnitřního průměru 0,07 mm na jednom konci zataví, připojí se k zásobníku 2 stlačeného vzduchu o přetlaku 0,06 MPa a po té se za střídavé rotace ve zvolené vzdálenosti od zataveného konce a při zahřívání na teplotu 840 až 860 K rozšíří vnitřní průběžný otvor 3 do tvaru dvou na sebe navazujících dutin, úzké dutiny 4 a široké dutiny 5 a to do té míry, že průměr vnitřního průběžného otvoru 3 v místě přechodu 6 úzké dutiny 4 v širokou dutinu 5 je 0,5mm. Po zrušení přetlaku vzduchu a po opětovném zahřátí na teplotu 890 až 910 K se široká dutina 5 povytáhne, ve zvoleném místě 7-7 v úseku široké dutiny 5 se kapilára přeřízne a v místě přechodu 6 široké dutiny 5 v úzkou dutinu 4 se opět zahřívá na teplotu 860 až 900 K tak dlouho, až se vnitřní průběžný otvor v místě přechodu 6 působením teploty zmenší na 0,35 mm. Po té se kapilára 1 nechá volně vychládnout.

Na obr. 2 je znázorněn postup, při němž se kapilára 1 ze skla SIMAX vnitřního průměru 0,1 mm na jednom konci zataví, připojí se k zásobníku stlačeného dusíku 2 o přetlaku 0,07 MPa a poté se za střídavé rotace ve zvolené vzdálenosti od zataveného konce při zahřívání na teplotu 900 až 930 K rozšíří vnitřní průběžný otvor 3 do tvaru široké dutiny 4. Po zrušení přetlaku dusíku se široká dutina 4 při teplotě mezi 900 až 930 K povytáhne a po ochlazení na 310 K se kapilára 1 ve zvoleném místě 5-5 široké dutiny přeřízne. Poté se kapilára 1 v místě přechodu široké dutiny 4 ve vnitřní průběžný otvor 3 opět za rotace zahřívá na teplotu 920 K po dobu 150 s a pak se nechá volně vychladnout.



Obr. 1



Obr. 2