



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

244869

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴

G 01 N 30/00

/22/ Přihlášeno 27 07 84

/21/ PV 5781-84

(40) Zveřejněno 13 11 85

(45) Vydáno 14 08 87

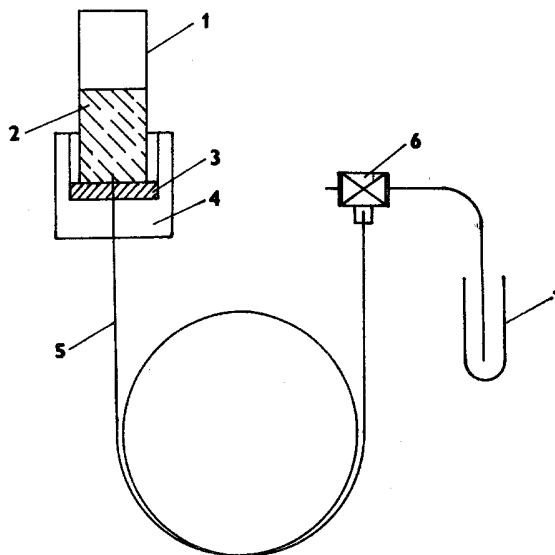
(75)

Autor vynálezu

JANÁK KAREL ing. CSc.; TESAŘÍK KAREL RNDr., BRNO; HORKÁ MARIE ing.,
ZNOJMO; VEJROSTA JIŘÍ ing. CSc., BRNO

(54) Způsob statického smáčení kapilár roztokem stacionární fáze

Podstatou způsobu je, že kapilára se naplňuje roztokem stacionární fáze v nízko-vroutím rozpouštědle a celá se udržuje při teplotě vyšší než je teplota varu rozpouštědla.



Vynález se týká způsobu statického smáčení kapilár roztokem stacionární fáze bez použití vakua.

Jedním z rozhodujících kroků při přípravě vysoce účinných kapilárních kolon pro plynovou nebo kapalinovou chromatografii je nanesení tenkého homogenního filmu stacionární fáze na vnitřní povrch kapiláry, tj. smočení kapiláry roztokem stacionární fáze.

Jsou známy tři způsoby smáčení. Dynamický, tlakový statický podle Ilkové a Mistrjukova a klasický statický podle Bouche a Verzele. Všechny se používají, nejreprodukovatelnější výsledky skýtá klasické statické smáčení.

Při tomto způsobu se kapilára naplní roztokem stacionární fáze v těkavém rozpouštědle a jeden konec kapiláry se uzavře plynotěsně tak, že uvnitř kapiláry nezůstane ani nejmenší bublinka plynu.

Na otevřený konec se připojí vakuum a odsáváním par rozpouštědla se na stěně kapiláry vytváří film stacionární fáze. Výhodou tohoto způsobu je vysoká reprodukovatelnost a znalost množství stacionární fáze, které je nanášeno na stěně kolony.

Mezi nevýhody patří již uvedená nutnost plynotěsného uzavěru bez nejmenší bublinky plynu. Dále je tento způsob časově náročný. Smočení 1 m kapiláry při použití dichlormethanu jako rozpouštědla trvá cca 1 hodinu.

K tomu ještě je nutné kapiláru s roztokem termostatovat a po celou dobu smáčení udržovat přibližně stálou hodnotu vakua. Uvedené nevýhody odstraňuje způsob statického smáčení kapilár roztokem stacionární fáze, jehož podstatou je, že se kapilára naplňuje roztokem stacionární fáze v nízkovroucím rozpouštědle a celá se udržuje při teplotě vyšší než je teplota varu rozpouštědla.

Způsob podle vynálezu umožňuje urychlení celého procesu smáčení kapilár a zjednodušení potřebného zařízení.

Vynález objasňuje příklad provedení podle připojeného výkresu, na němž je znázorněno zařízení potřebné k plnění a smáčení kapilár pomocí zkapalněného propan-butanu.

Na výkresu je naznačen zásobník 1 s roztokem 2 stacionární fáze, do kterého je uchycen konec kapiláry 5. Plynotěsné upevnění umožňuje těsnicí kotouček 3 a převlečná matka 4. Na druhém konci kapiláry 5 je upevněn jehlový ventil 6 a přetékající roztok je jímán v nádobě 7.

Při provádění popisovaného způsobu se postupuje následovně. Do zásobníku 1 se odváží potřebné množství stacionární fáze a zásobník 1 se uzavře těsnicím kotoučkem 3 a převlečnou matkou 4. Do zásobníku 1 se propíchnutím těsnicího kotoučku 3 vpustí potřebné množství propan-butanu a protřepe se vzniklý roztok.

Nato se zasune do roztoku 2 volný konec kapiláry 5. Otevře se napojený jehlový ventil 6 na druhém konci kapiláry 5 a roztok 2 teče do kapiláry 5. Přebytek roztoku vytéká jehlovým ventilem 6 do nádoby 7.

Jakmile je kapilára 5 promyta roztokem, ventil 6 se uzavře a druhý konec kapiláry se vytáhne ze zásobníku 1. Kapilára 5 se položí pod kádinku a ponechá se ležet až do odpaření celé délky roztoku. Pak se odpojí jehlový ventil 6 a kapilární kolona je hotova.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob statického smáčení kapilár roztokem stacionární fáze, vyznačený tím, že se kapilára naplňuje roztokem stacionární fáze v nízkovroucím rozpouštědle a celá se udržuje při teplotě vyšší než je bod varu rozpouštědla.

1 výkres

244869

