

[19] 中华人民共和国专利局

[51] Int.Cl.⁴

G01N 30/60



[12] 实用新型专利申请说明书

[11] CN 86 2 08342 U

CN 86 2 08342 U

[43] 公告日 1988年2月10日

[21] 申请号 86 2 08342

[22] 申请日 86.10.29

[71] 申请人 中国科学院长春应用化学研究所

地址 吉林省长春市斯大林大街 109 号

[72] 设计人 高毅飞

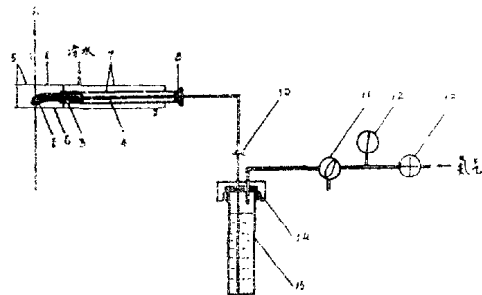
[74] 专利代理机构 中科院长春专利事务所

代理人 曹桂珍 廖玉珍

[54] 实用新型名称 柔性玻璃毛细管外涂聚酰亚胺装置

[57] 摘要

一种用于柔性玻璃毛细管外壁涂复聚酰亚胺的装置，聚酰亚胺在密闭容器中，加压下经毛细管路流在碳纤维毛刷上，涂于移动的玻璃毛细管外壁。为避免玻璃软化炉及固化炉烘烤固化毛刷上的聚酰亚胺，在毛刷上、下有遮热冷却挡板。该装置保证聚酰亚胺料液不吸水，毛刷上的聚酰亚胺不固化，操作方便，涂复平稳，节省聚酰亚胺。



882U01654 / 35-26

(BJ)第1452号

权 利 要 求 书

1、一种向玻璃毛细管外壁涂复聚酰亚胺的装置，其特征在于该装置毛刷系统包括碳纤维毛刷及毛细导管，冷却挡板系统由两个活动的半圆形金属挡板组成，挡板中心各有一个半圆形小孔，挡板通过一个连接轴开启，压力系统加压容器的压力由稳压阀调节，压力容器和毛刷由毛细导管连接。

2、如权利要求1所述装置，其特征是冷却挡板系统^有金属冷却套管，固定橡皮塞。

3、如权利要求1所述装置，其特征是压力系统还包括聚酰亚胺料液加压容器，密封垫圈、三通阀、压力表、稳压阀及与毛刷系统连接磨口。

柔性玻璃毛细管外涂聚酰亚胺装置

本发明是一种向玻璃毛细管外壁涂复聚酰亚胺的装置，特别适合拉制柔性玻璃毛细管柱 (FLEXIBLE GLASS CAPILLARY COLUMN) 时使用。

刚拉制出炉的玻璃毛细管是具有柔性的，接触水份或潮汽后，由于“应力腐蚀” (Stress corrosion) 而失去柔性 (参见 T · A · Michalske and S · W · Freeman Nature, 295, 511 (1982)) 。如果拉延后立即涂复上一层聚酰亚胺隔绝潮汽，就可以获得柔性玻璃毛细管。

欧洲专利公报 0 1 0 1 9 8 2 号描述了柔性 (软) 玻璃毛细管色谱柱，其外涂聚酰亚胺的装置如图 3 所示。涂复杯 (3 1) 中间有一孔 (3 5) ，拉延后的玻璃毛细管 (1) 由孔通过。杯由两半 (3 3) 、 (3 7) 组成，用轴 (3 2) 连接以便拉制操作。杯 (3 1) 内盛聚酰亚胺料液。为防止料液通过孔 (3 5) 漏出，配合面 (3 6) 、 (3 4) 装配有四氟乙稀条。该装置有以下缺点：(1) 杯中的聚酰亚胺料液暴露在空气中易吸收水份，降低玻璃毛细管的柔性 (FLEXIBLE) 。(2) 杯中的料液置于下方聚酰亚胺固化炉 (3 5 0 ° C) 的烘烤下，溶剂逐渐挥发致使料液变性。(3) 杯中加料后两部份 (3 7) 、 (3 3) 再不能开启使拉制操作的变更不便。(4) 由于孔 (3 5) 尺寸固定，不适合不同外径毛细管拉制操作。(5) 由于孔 (3 5) 位于聚酰亚胺固化炉 (3 5 0 ° C) 直接烘烤下，聚酰亚胺容易在此固化使操作不平稳。

本发明的目的是提出一套玻璃毛细管外涂聚酰亚胺装置，它克服了

欧洲专利0101982所述装置的缺点。聚酰亚胺在密闭容器中加压下经毛细管路流在碳纤维毛刷上，涂复于移动的玻璃毛细管外壁。为避免玻璃软化炉（600℃—800℃）及聚酰亚胺固化炉（350℃）烘烤，使毛刷上的聚酰亚胺固化，在毛刷上下有冷却挡板。该装置保证聚酰亚胺料液不吸水，毛刷上的聚酰亚胺不固化，操作方便，涂复平稳，节省聚酰亚胺料液。

图1说明本发明的详细内容。该装置包括三部份：A、毛刷系统包括碳纤维毛刷〔2〕 金属套管〔3〕和毛细导管〔4〕，B、冷却挡板系统包括活动金属挡板〔5〕、〔6〕，它们可以绕连接轴〔9〕开启，并通过金属冷却套管〔7〕降温，固定橡皮塞〔8〕可以固定毛细导管〔4〕，C、压力系统包括聚酰亚胺料液加压容器〔15〕，密封垫圈〔14〕，三通阀〔11〕 压力表〔12〕，稳压阀〔13〕及与毛刷系统连接磨口〔10〕 下面的图是冷却挡板的A向视图。

调节聚酰亚胺压力容器〔15〕内的压力，聚酰亚胺料液以恒定流速流在碳纤维毛刷〔2〕上，立即涂复在移动的玻璃毛细管〔1〕的外壁上，然后进入聚酰亚胺固化炉中固化。

同样的装置可以串连2—3套使用，使聚酰亚胺涂复2—3次。该装置可以涂复聚酰亚胺料液，也可以涂复其他可以配成溶液的高分子材料。

该项发明比已有技术的优点在于：（1）聚酰亚胺料液处于密封的压力容器〔15〕中，从毛细导管〔4〕流出后立即涂在玻璃毛细管〔1〕外壁上，减少了吸收水份的可能，使玻璃毛细管的“应力腐蚀”降低到最低程度。（2）冷却挡板系统保证毛刷处于较低温度，聚酰亚胺不会

在上面固化，保证操作平稳。(3)毛刷系统，冷却挡板系统使拉制操作的建立、变更、停止十分方便。

附图说明：

图1：(1)玻璃毛细管 (2)碳纤维毛刷 (3)金属套管 (4)毛细导管 (5)、(6)挡板 (7)冷却金属套管 (8)固定橡皮塞 (9)连接轴 (10)连接磨口 (11)三通阀 (12)压力表 (13)稳压阀 (14)密封垫圈 (15)压力容器。

图2：(21)玻璃原料管 (22)进料辊 (23)玻璃软化炉 (1)玻璃毛细管 (24)第一聚酰亚胺涂复装置 (25)第一聚酰亚胺固化开启式电炉 (26)第二聚酰亚胺涂复装置 (27)第二聚酰亚胺固化开启式电炉 (28)玻璃毛细管拉延轴 (29)弹性玻璃毛细管绕圈鼓。

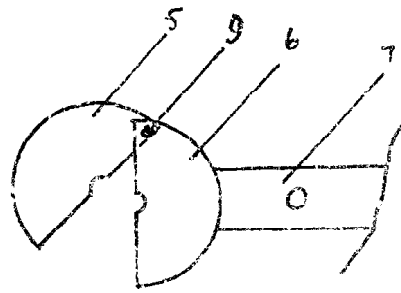
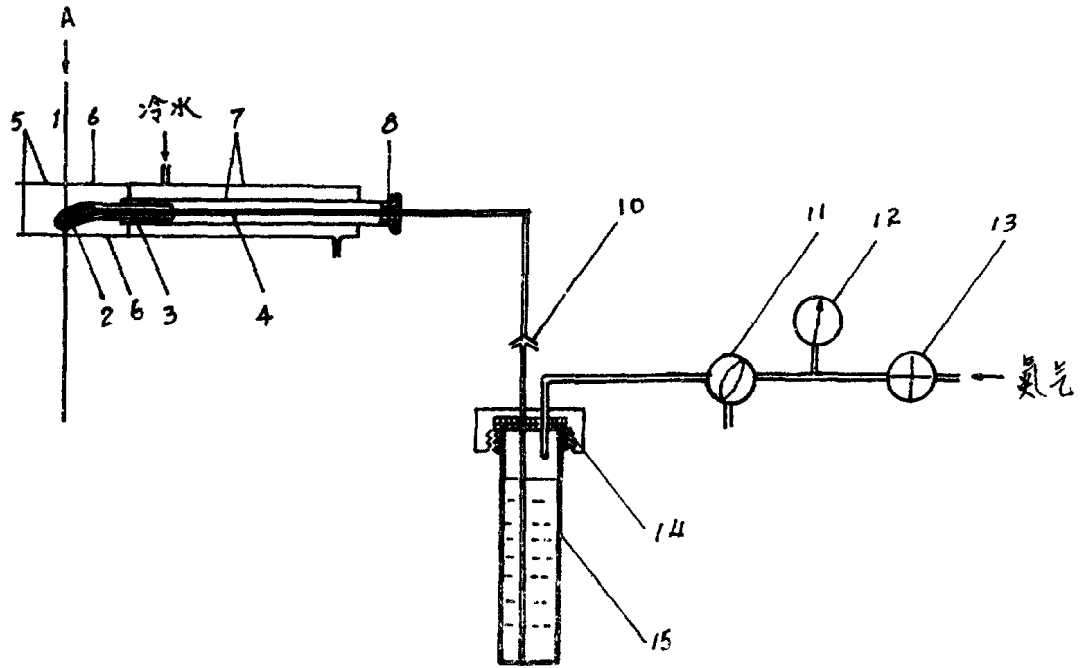
图3：(1)玻璃毛细管 (31)聚酰亚胺涂复杯 (32)连接轴 (33)、(37)涂复杯的两半 (34)、(36)配合面 (35)孔。

本发明实施例如下，图2是由普通立式刚性玻璃毛细管(Rigid glass Capillary)拉制机改制成的柔性玻璃毛细管拉制机示意图。玻璃原料管(21)经进料辊(22)送入玻璃软化炉(23)，软化后开启聚酰亚胺涂复装置(24)、(26)中的挡板(5)(图1)，开启固化炉(25)、(27)建立初始拉制状态，由拉延辊(28)拉制成外径小于0.35毫米的玻璃毛细管。将图1中的碳纤维毛刷(2)推向包住玻璃毛细管。氮气经稳压阀(13)，三通阀(11)加压于聚

酰亚胺压力容器〔15〕，浓度为12%左右的聚酰亚胺料液恒速经过连接磨口〔10〕，毛细导管〔4〕流在碳纤维毛刷〔2〕上，立即涂复在移动的玻璃毛细管〔1〕的外壁上。然后进入聚酰亚胺固化开启式电炉〔25〕、〔27〕350℃固化。拉制成的柔性玻璃毛细管自动绕在绕圈鼓〔29〕上。

对于不同外径的毛细管可以调节聚酰亚胺压力容器〔15〕（图1）中的压力，控制不同的聚酰亚胺料液流速进行涂复。当拉制停止时，去除聚酰亚胺压力容器〔15〕中的压力，并把碳纤维毛刷〔2〕抽入冷却金属套管〔7〕中。

说明书附图



A 向示图

图 1

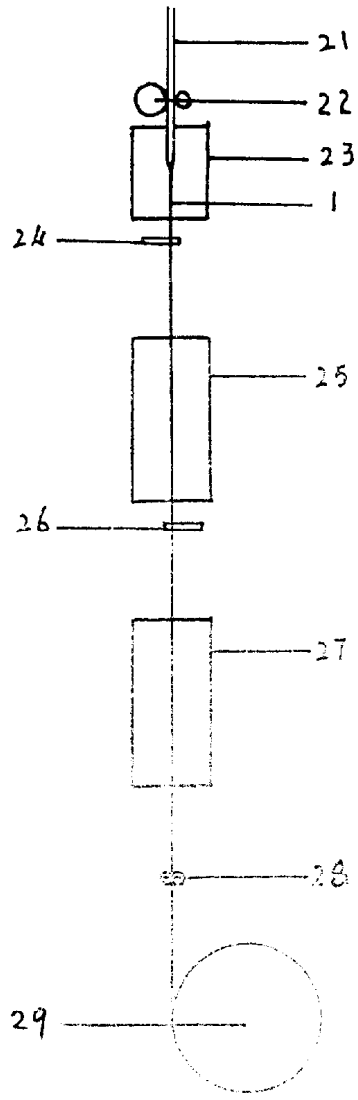


图 2

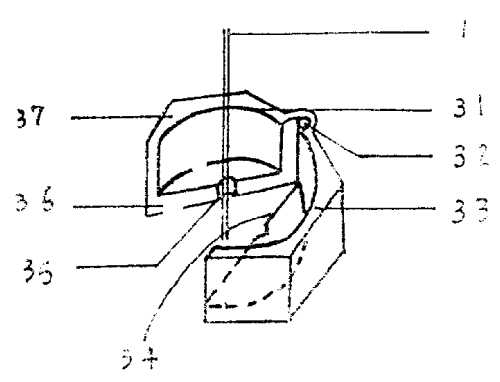


图 3