



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

241127

(11) (B2)

(51) Int. Cl.⁴

G 01 N 30/02

/22/ Přihlášeno 29 10 82
/21/ PV 7699-82
/32/ /31//33/ Právo přednosti od 30 10 81
P 31 43 075.9 Německá spolková republika

(40) Zveřejněno 16 07 85

(45) Vydáno 15 12 87

(72) Autor vynálezu

"SÄTTLER GUNTHER; GUNKEL WERNER; WITZGALL MANFRED; LOOK REINHARD,
DARMSTADT /NSR/

(73) Majitel patentu

MERCK PATENT GESELLSCHAFT MIT BESCHRÄNKTER HAFTUNG, DARMSTADT /NSR/

(54) Zařízení pro upnutí sloupců pro kapalinovou chromatografii

Zařízení pro upnutí a rychlou výměnu sloupců pro kapalinovou chromatografii s přípojkami, které obsahují přívod a odvod pro rozpouštědlo a u něhož je kompaktní spojení sloupce a přípojky provedeno prostřednictvím těsnicích sloupců a přípojek je vyřešeno tak, že horní upínací a těsnicí prvek /5/ a spodní upínací a těsnicí prvek /3/ je opatřen těsnicími prvky odpovídajícími konstrukci sloupce /2/, přičemž alespoň jeden z těchto upínacích a těsnicích prvků /3 nebo 5/ je pomocí tlakového prvku /6/ v ose sloupce /2/ pohyblivý.

V uvolněném stavu se může sloupec /2/ v osovém směru pohybovat a vyměnit.

Vynález se týká zařízení k upnutí a rychlému vyměnění sloupců pro kapalnou chromatografii s přípojkami, které obsahují přívody a odvody pro rozpouštědlo, přičemž kompaktní spojení sloupce a přípojky se provádí spolupůsobením těsnících prvků sloupce a přípojek.

Rozhodující pro kvalitativně dobré chromatografické dělení je kompaktní spojení mezi - vyměnitelným - dělicím sloupcem a stacionárním přívodem a odvodem pro rozpouštědlo. Toto spojení mělo by být jednak snadno rozpojitelné, aby se mohla provést jednoduše a rychle výměna sloupce, mělo by být však na druhé straně zaručeno, aby také po několikanásobném rozpojení a spojení zůstala zachována těsnost a kompaktnost.

Dříve se tento úkol řešil tak, že se kapiláry pro přívod a odvod rozpouštědla našroubovaly za použití svorek z kovu nebo plastické hmoty tlakovými šrouby na vlastní sloupce. K redukci průřezu sloupce na průřez kapilárního vedení jsou zpravidla sloupce uzavřeny na obou stranách redukčním šroubením, které se na sloupce našroubuje nebo nalepí.

Jedna varianta tohoto řešení spočívá v tom, že se sloupec vyvede jako kartuše na obou stranách uzavřená filtračním prostředím. Tato se upne do trubice s oboustranným redukčním šroubením a přípojovým šroubením pro kapiláry.

Výhodou je, že se při potřebném vyměnění sloupce musí vyměnit pouze kartuše obsahující sorbens, přičemž se komplikované a drahé redukční šroubení může vždy opět použít. Při výměně kartuše se musí alespoň na jedné straně nejprve odstranit před odšroubováním redukčního šroubení kapilární vedení.

Všechna tato řešení mají nevýhodu, že se přípojky podstatně pro dobrý dělicí efekt sloupce připraví manuálním šroubováním. Přitom vždy vzniká nebezpečí, že se buď volným utažením nedocílí úplné utěsnění nebo se příliš pevným utažením poškodí těsnící prvky. Rychlé, bezpečné vyměnění sloupce nezaučenou osobou není tak možné. Sotva je také přitom možná automatizovaná výměna sloupce.

Úkolem je proto nalézt upínací zařízení, které dovoluje rychlou, případně také automatizovatelnou výměnu sloupce a přesto zaručuje zlepšenou spolehlivost těsnění.

Tento úkol byl vyřešen předloženým vynálezem.

Předmětem vynálezu je proto zařízení k upnutí a rychlé výměně sloupců pro kapalinovou chromatografii s přípojkami, které obsahují přívod a odvod pro rozpouštědlo, přičemž kompaktní spojení sloupce a přípojky je provedeno spolupůsobením těsnících prvků sloupce a přípojek, jehož podstata spočívá v tom, že horní a spodní upínací a těsnící prvek je opatřen těsnícími prvky, odpovídajícími konstrukcí sloupce, přičemž alespoň jeden z těchto upínacích a těsnících prvků je pomocí tlakového prvku v ose sloupce pohyblivý.

Princip podle vynálezu se může uskutečnit různým způsobem v závislosti na speciálních požadavcích. Na výkresech jsou znázorněny některé výhodné možnosti.

Na obr. 1 je schematicky znázorněno zařízení podle vynálezu.

Obr. 2 ukazuje pohled ze strany stejného zařízení.

Obr. 3 ukazuje řez upínacího a těsnícího prvku ve spojení s kartuší.

Obr. 4 ukazuje řez upínacího a těsnícího prvku ve spojení se sloupcem s redukčním šroubením.

Obr. 5 ukazuje řez upínacího a těsnícího prvku ve spojení se sloupcem se stlačitelnou náplní.

Obr. 6 ukazuje řez upínacího a těsnícího prvku ve spojení se sloupcem se stlačitelnou náplní a membránovým těsněním.

Obr. 7 ukazuje příklad automatizovatelného použití upínacího zařízení podle vynálezu ve spojení s vyměňovacím zařízením sloupce.

Na obr. 1 a 2 je schematicky znázorněno zařízení podle vynálezu. Sloupec 2 libovolného tvaru a velikosti je uložen v nepohyblivém spodním upínacím a těsnicím prvku 3 a je fixován horním upínacím a těsnicím prvkem 5, který je v ose sloupce pohyblivý.

Zařízení spočívá na nosné desce 1 a je opatřeno centrovacím prvkem 8, ložiskem 4, pístem 6 a kapilárami pro přívod a odvod rozpouštědla 9 a 10.

V novém upínacím zařízení podle vynálezu se mohou použít různé používané formy sloupců, jak je znázorněno na obrázcích 3 až 6.

Na obr. 3 je znázorněno zařízení, ve kterém se použije jako sloupec 2 obvyklá sloupcová kartuše, tj. hotový sloupec s výplní 12, která se dodává bez redukčního šroubení a kapiláry a obvykle sešroubovaná v držáku, jak je popsáno v CS AO 223 732.

Podle vynálezu je tato kartuše, která je uzavřena těsnicím kroužkem 13, například z polytetrafluorethylenu a víčkem 15 z plastické hmoty nebo kovu, upnutá mezi spodní upínací a těsnicí prvek 3 a horní upínací a těsnicí prvek 5 přizpůsobený tvaru kartuše, s výhodou z kovu, do kterého je vložen těsnicí kužel 11, například z polytetrafluorethylenu, který má otvor pro kapiláru 9.

Na obr. 4 je znázorněna forma provedení, při kterém se použije obvyklý sloupec 2 s výplní 12 s redukčním šroubením 18. Do redukčního šroubení 18 je vlisována fritta 16 a těsnicí kroužek 17. Sloupec je fixován upínacím a těsnicím prvkem 19, jehož těsnicí kužel 20 je z polytetrafluorethylenu, a je opatřený kapilárou 9.

Na obr. 5 a 6 jsou znázorněny formy provedení za použití obvyklých tvarů sloupců 2 a s výplní 12. Na obr. 5 je sloupec opatřen fritou 21 a kuličkovým násypem 22. Sloupec je fixován upínacím a těsnicím prvkem 24, který je opatřen těsnicím kroužkem 23, například z polytetrafluorethylenu nebo podobné umělé hmoty a kapilárou 9.

Na obr. 6 je sloupec opatřen pružnou membránou 25, mezivrstvou 26 a tlakovým kroužkem 27 k upevnění mezivrstvy 26. Sloupec je fixován upínacím a těsnicím prvkem 29 s pístem 28, pružinovým prvkem 30 a kapilárou 9.

Také na obr. 7 se použijí komerční běžné sloupce, přičemž se mohou použít jak kartuše podle obr. 3 nebo sloupce se šroubením podle obr. 4 tak i jiné sloupce, přičemž je nutné podle zvoleného tvaru sloupce pouze zvolit upínací a těsnicí prvky.

Jak je již zřejmé z příkladů znázorněných na výkresech, může se zařízení podle vynálezu použít ve spojení se všemi možnými konstrukcemi sloupců. K úpravě na různé konstrukce sloupců se však musí těsnicí díl upínacího a těsnicího prvku přizpůsobit sloupci.

Princip podle vynálezu, podle kterého se zejména upne sloupec bez šroubení mezi dva upínací a těsnicí prvky, zůstane však nedotčený. Proto se mohou použít jak dnes ještě převážně používané sloupce s redukčním šroubením podle obr. 4, tak také kartušové sloupce podle obr. 3, nebo také speciální sloupce pro obzvláštní preparativní použití se stlačenou výplní podle obr. 5 a 6.

Upnutí sloupce se provádí vždy pomocí konstantní síly předem dané upínacím zařízením a proto nezávisle na uživateli. K tomu slouží tlakový prvek 6, který tlačí pomocí pístu 7 upínací a těsnicí prvek 5 na sloupec 2, přičemž spodní ložisko 4 a spodní upínací a těsnicí prvek 3 vyrobí potřebný protitlak.

Píst 7 může být samozřejmě také integrální součástí upínacího a těsnicího prvku 5. Jeho tlakový prvek 6 může například sloužit pružinový prvek, který se upíná pomocí pákového tlaku například způsobem kolenového pákového upínače. Také se může docílit žádané upínací síly tlakovým šroubem působícím na pružinový prvek.

Výhodně se však použije jako tlakový prvek 6 pneumatický válec, který se může zásobovat pomocí potrubí na stlačený vzduch nebo vnější tlakovou lahev.

Pracovní zdvih, tj. cesta, která uvede nazpět horní upínací a těsnicí prvek 5 při upnutí nebo uvolnění sloupce, by měl činit alespoň 10 až 20 mm, takže v uvolněném stavu je sloupec volně přístupný a může se vyměnit bez překážky.

K přizpůsobení volného prostoru mezi horním 5 a spodním upínacím a těsnicím prvkem 3 na různé délky sloupce by mělo být spodní ložisko 4 přizpůsobitelné ve výšce. Přitom se může zajistit buď nepřetržité přizpůsobování výšce nebo také různé zajišťovací stupně pro sloupce s rozdílnými standardními délkami.

Nový sloupec se sestaví tak, že se - případně po přizpůsobení výšky spodního ložiska 4 délce sloupce - vloží sloupec do spodního upínacího a těsnicího prvku 3 a po vyrovnaní sloupce 2 pomocí centrovacího prvku 8, například ve formě upnutí tvořícího V se uvede v činnost tlakový prvek 6, čímž se stlačí horní upínací a těsnicí prvek 5 na sloupec 2.

Výměna sloupce potřebuje proto jen několik sekund a může se provést bez problému nezauceným personálem. Přitom je konstantním přítlačným tlakem, předem daným pneumatickým válcem nebo pružinovou silou, zajištěno, že se sloupec spolehlivě utěsní aniž by nastalo přílišné namáhání těsnicích prvků.

Výměna sloupce se může zařízením podle vynálezu také zcela automatizovat. Příklad takového zařízení je ukázán na obr. 7, přičemž se namontuje na otáčecí kotouč 31 více sloupců 2. Upínací zařízení podle vynálezu má přitom dva tlakové prvky ve formě pneumatických válců 33, které uvádějí v pohyb upínací a těsnicí prvky 32.

Uvedením pneumatického válce do pohybu se proto sloupec 2 na obou koncích uvolní a otáčením stojanu 31 se dostane jiný sloupec na jeho místo. Samozřejmě se mohou také zde použít po příslušném přizpůsobení upínacích a těsnicích prvků 32 všechny druhy sloupců. Rovněž se mohou použít místo otáčecího stojanu jiná zařízení na výměnu sloupců.

Pod výrazem sloupec se rozumí nejen vlastní dělicí sloupce, nýbrž také například předsloupce, obohacovací sloupce nebo například také zkušební trubičky, které obsahují vzorek, který se má oddělit.

Automatizovatelnost umožněná upínacím zařízením podle vynálezu dovoluje například dělení různých vzorků látek, které adsorbovány ve zkušebních trubičkách nebo na obohacovacích sloupcích se nacházejí v zařízení na výměnu sloupce 2 podle obr. 7, na jednom sloupci 2 nebo při použití výměnného zařízení také pro dělicí sloupec na rozdílných sloupcích 2 automaticky předprogramovatelné, například se může nechat běžet přes noc.

Podle vynálezu je k dispozici zařízení, kterým se může dále rozvíjet rozsah použití kapalino-chromatografických dělení.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Zařízení pro upnutí sloupců pro kapalinovou chromatografii s přípojkami, které obsahují přívod a odvod pro rozpouštědlo, přičemž kompaktní spojení sloupce a přípojky je provedeno prostřednictvím těsnicích prvků sloupce a přípojek, vyznačené tím, že horní upínací a těsnicí prvek /5/ a spodní upínací a těsnicí prvek /3/ je opatřen těsnicími prvky odpovídajícími konstrukci sloupce /2/, přičemž alespoň jeden z těchto upínacích a těsnicích prvků /3 nebo 5/ je pomocí tlakového prvku /6/ v ose sloupce /2/ pohyblivý.

2. Zařízení podle bodu 1, vyznačené tím, že sloupec /2/ ve tvaru kartuše je upnutý mezi spodní upínací a těsnicí prvek /3/ a horní upínací a těsnicí prvek /5/, do kterého je vložen těsnicí kužel /11/.

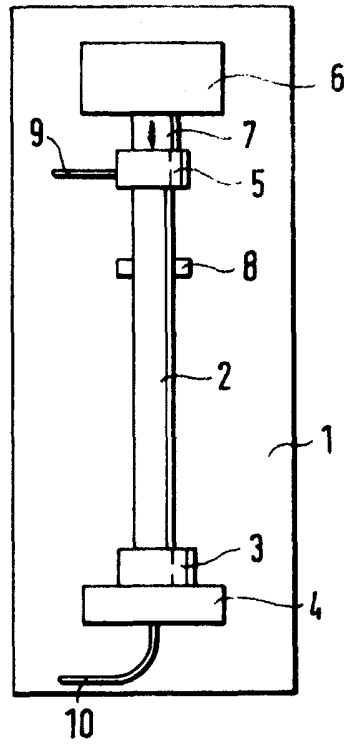
3. Zařízení podle bodu 1, vyznačené tím, že sloupec /2/ s výplní /12/ s redukčním šroubením /18/ je upnutý mezi spodní upínací a těsnicí prvek /3/ a horní upínací a těsnicí prvek /19/, který je opatřený těsnicím kuželem /20/.

4. Zařízení podle bodu 1, vyznačené tím, že sloupec /2/ s výplní /12/ je upnutý mezi spodní upínací a těsnicí prvek /3/ a horní upínací a těsnicí prvek /24/, který je opatřený těsnicím kroužkem /23/.

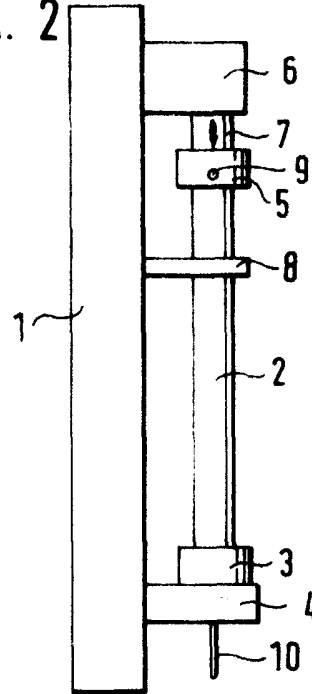
5. Zařízení podle bodu 1, vyznačené tím, že sloupec /2/ s výplní /12/ je upnutý mezi spodní upínací a těsnicí prvek /29/, který je opatřený pístem /28/ a pružinovým prvkem /30/.

2 výkresy

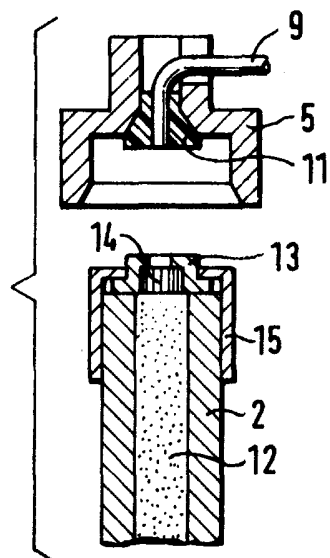
OBR. 1



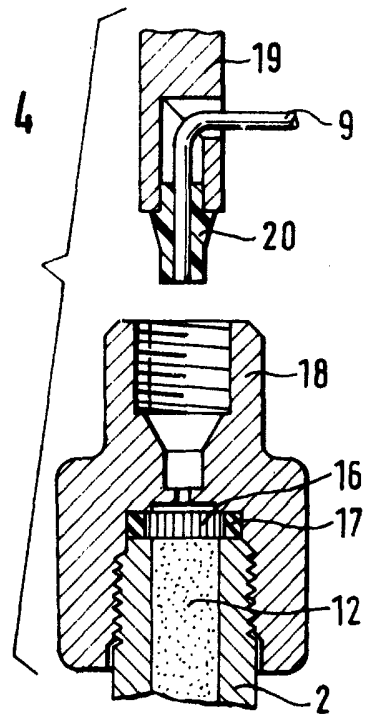
OBR. 2



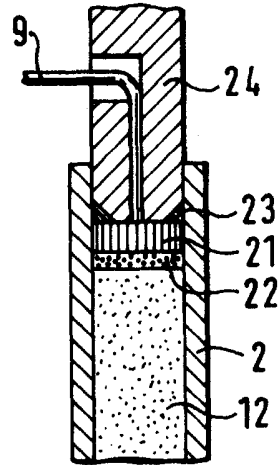
OBR. 3



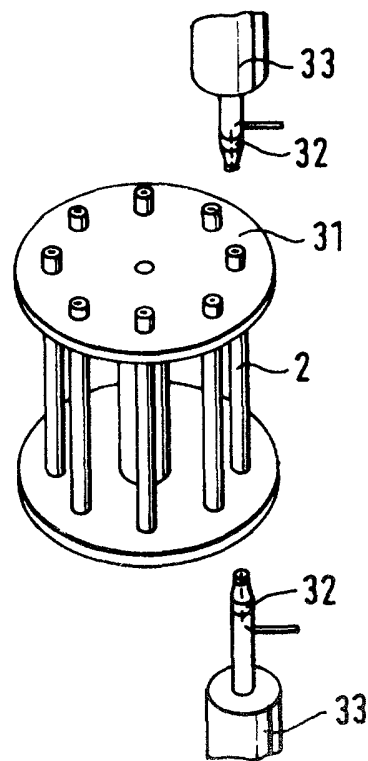
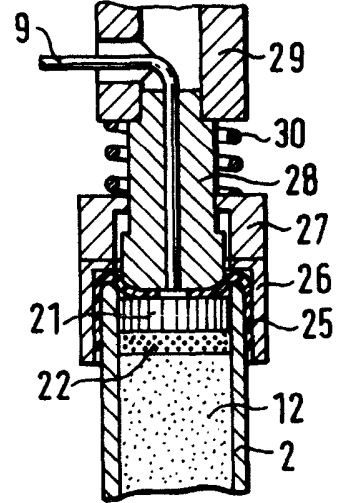
OBR. 4



OBR. 5



OBR. 6



OBR. 7