



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU ŌSVĚDČENÍ

215 985

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita

(22) Přihlášeno

(21) (PV 6519-79)

27 09 79

(51) Int. Cl.³ G 01 N 31/08

(40) Zveřejněno

31 12 81

(45) Vydáno

01 09 84

(75)

Autor vynálezu

STRÁNĚL OLDŘICH RNDr.,

BŘEZOLUPY ,

ŽÍŽEK ANTONÍN,

MLÁDEK MILAN prof.ing.CSc.,

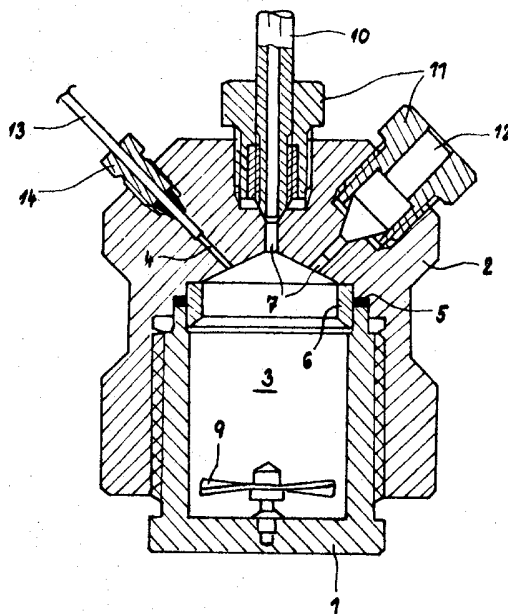
GOTTWALDOV

(54)

Zařízení k plnění kolon pro kapalinovou chromatografii

Plnicí zařízení podle vynálezu je tvořeno dutým válcovým spodním dílem s míchadlem, na něž je napojen horní kuželový díl s otvorem pro přívod mobilní fáze a plnicím otvorem kolon, přičemž mezi oba díly je vložen vymezovací kroužek s těsněním. Pro zvětšení prostoru pro homogenizaci plnicí suspenze je mezi horní a spodní díl nádoby vřazena distanční vložka s otvory pro plnění chromatografických kolon.

Zařízení pro plnění chromatografických kolon podle vynálezu lze použít pro plnění všech typů kolon, za předpokladu použití vhodných redukčních spojek a šroubů.



Vynález se týká zařízení k plnění kolon pro kapalinovou chromatografii provedené jako dutá tlaková nádoba z koroziivzdorného a nemagnetického materiálu opatřená magnetickým míchadlem.

Dosud známé a používané zařízení pro plnění kolon pro kapalinovou chromatografii, jak např. uvádí čs. autorské osvědčení č.192 788, se skládá z tlakové nádoby, do které se přivádí mobilní fáze kapilárou umístěnou v tlakové nádobě spirálovitě směrem ke dnu. Tryskající mobilní fáze provádí vlastní míchání suspenze a takto promíchaná suspenze se vede otvorem v horní části tlakové nádoby do chromatografické kolony. Takové zařízení nemůže zaručit dobrou homogenitu suspenze při malých průtocích mobilní fáze. Rovněž dosud používané plnicí zařízení s míchadly různých typů nezaručují při procesu homogenizace a plnění zachování prostorových tvarů málo mechanicky odolných částic některých chromatografických náplní.

Uvedené nevýhody odstraňuje zařízení podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že je tvořeno dutým válcovým spodním dílem šroubově spojeným s horním dílem, jenž má po obvodě své kuželové části uspořádaný otvor pro přívod mobilní fáze a otvor pro plnění chromatografických kolon, přičemž mezi horní a spodní díl je vložen vymezovací kroužek a těsnění. V případě jiného provedení má spodní díl po obvodě uspořádaný otvor pro přívod mobilní fáze a otvor pro plnění chromatografických kolon. Mezi spodní díl tlakové nádoby a horní díl je vřazena distanční vložka, vymezující prostor pro homogenizaci plnicí suspenze a mající po svém obvodě uspořádané otvory pro plnění chromatografických kolon.

Technický účinek zařízení podle vynálezu spočívá v tom, že tímto zařízením lze velmi jednoduše a rychle plnit chromatografické kolony různých typů všemi známými druhy chromatografických náplní při prakticky libovolně volitelných režimech plnění, průtoku a druhu mobilní fáze, době plnění a tlaku až do 60 MPa. Chromatografické kolony lze připojit buď přímo, nebo pomocí jednoduchých spojek a plnit je buď vzestupně, nebo sestupně. Použití jednoduché distanční vložky umožňuje významné zvýšení objemu tlakové nádoby, což spolu s dostatečně účinným míchadlem umožňuje plnění chromatografických kolon analytických i preparativních, případně několika kolon současně. K tomu slouží otvory pro plnění chromatografických kolon uspořádané po obvodě tlakové nádoby. Pokud zůstávají nevyužity pro plnění, jsou uzavřeny ucpávkou. Pro vnášení suspenze chromatografické náplně do plničky, aniž by byla nutná její demontáž, slouží otvor v horním dílu plničky, uzavřený redukčním šroubem. Dostatečná účinnost míchadla, zvláště míchadla podle čs. autorského osvědčení č.208 882, poskytuje možnost použití všech typů mobilních fází užívaných v kapalinové chromatografii, což je velmi důležité zvláště v ionexové a gelové permeační chromatografii, kdy je velmi často nutné plnit kolony v médiu, jež se užívá jako mobilní fáze při vlastní chromatografii. Použité pevně uchycené magnetické míchadlo podle čs. autorského osvědčení č.208 882 zabraňuje rovněž mechanickému drcení částic chromatografické náplně, a tím zachování její dobré účinnosti.

Příklad provedení zařízení podle vynálezu je schematicky znázorněno na přiložených výkresech. Na obr. 1 je znázorněn podélný řez plničky podle vynálezu s připojenou chromatografickou kolonou ve své vrchní části a plněním zdola, na obr. 2 je znázorněno plnicí zařízení s připojenou chromatografickou kolonou v boční části pomocí spojky a plnění shora, na obr. 3 je znázorněn podélný řez plničky s přívodem mobilní fáze zdola a na obr. 4 je znázorněn podélný řez plničky s distanční vložkou.

Plnicí zařízení tvaru válcové tlakové nádoby z koroziivzdorného nemagnetického materiálu se skládá ze spodního dutého válcového dílu 1 opatřeného ve své spodní části magnetickým míchadlem 2 připevněným ke dnu nádoby 1. Válcový díl 1 je šroubově spojen s horní částí tlakové nádoby 2, čímž tvoří prostor pro míchání suspenze náplně. Hermetické uzavření tlakové nádoby je tvořeno vymezovacím kroužkem 3 a prstencem 6, jež tvoří se spodním dílem 1 a horní částí 2 prostor pro těsnicí kroužek 5. Horní díl tlakové nádoby 2 má po obvodu své kuželové části otvor 4 pro přívod mobilní fáze kapilárou 13 upevněnou dutým šroubem 14 a jeden nebo více otvorů 7 pro plnění chromatografických kolon 10 upevněných

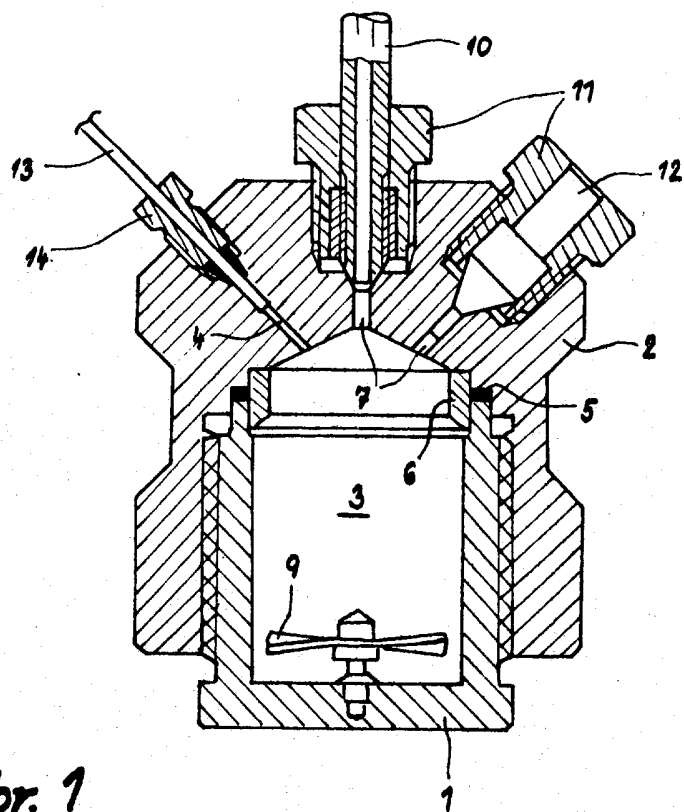
dutým šroubem 11. Plnicí otvory, ke kterým nejsou připojeny kolony 10, jsou utěsněny šrouby 11 a těsnicí zátkou 12. Některé typy kolon lze připojit k plničce pomocí vysokotlakové trubičky 15, spojky 16 a 17. Na obr. 3 a 4 je znázorněn příklad jiného provedení, kde spodní díl 1a je po obvodě opatřen otvorem 4 pro přívod mobilní fáze kapilárou 13 upevněnou dutým šroubem 14 a jedním nebo více otvory 7 pro plnění chromatografických kolon 10. V horním dílu 2a plničky je zašroubován redukční šroub 18 pro připojení chromatografické kolony 10, který po vyšroubování usnadňuje vnášení, případně doplňování náplně kolon. Mezi spodní díl 1a a horní díl 2a je vřazena distanční vložka 8 pro zvětšování homogenizačního prostoru 3, jenž má po svém obvodě otvory 7 pro připojení chromatografických kolon 10.

Vlastní funkce plničky podle vynálezu spočívá v tom, že se tlaková nádoba umístí na elektromagnetickou míchačku, nastaví se otáčky míchadla a plnička se naplní suspenzí chromatografické náplně ve zvoleném médiu. Po připojení jedné nebo více chromatografických kolon se připojí přívod mobilní fáze a po vytlačení vzduchu se plnička pevně uzavře. Pokud proces plnění vyžaduje doplnění stacionární fáze, nebo jiný zákrok do procesu plnění, lze při odpojení čerpadla vyšroubovat těsnicí zátku a náplň doplnit, aniž by se muselo zařízení demontovat. Při plnění většího počtu kolon, nebo kolony o větším objemu, lze s výhodou včlenit mezi spodní a horní díl distanční vložku, a tím zvětšit homogenizační prostor.

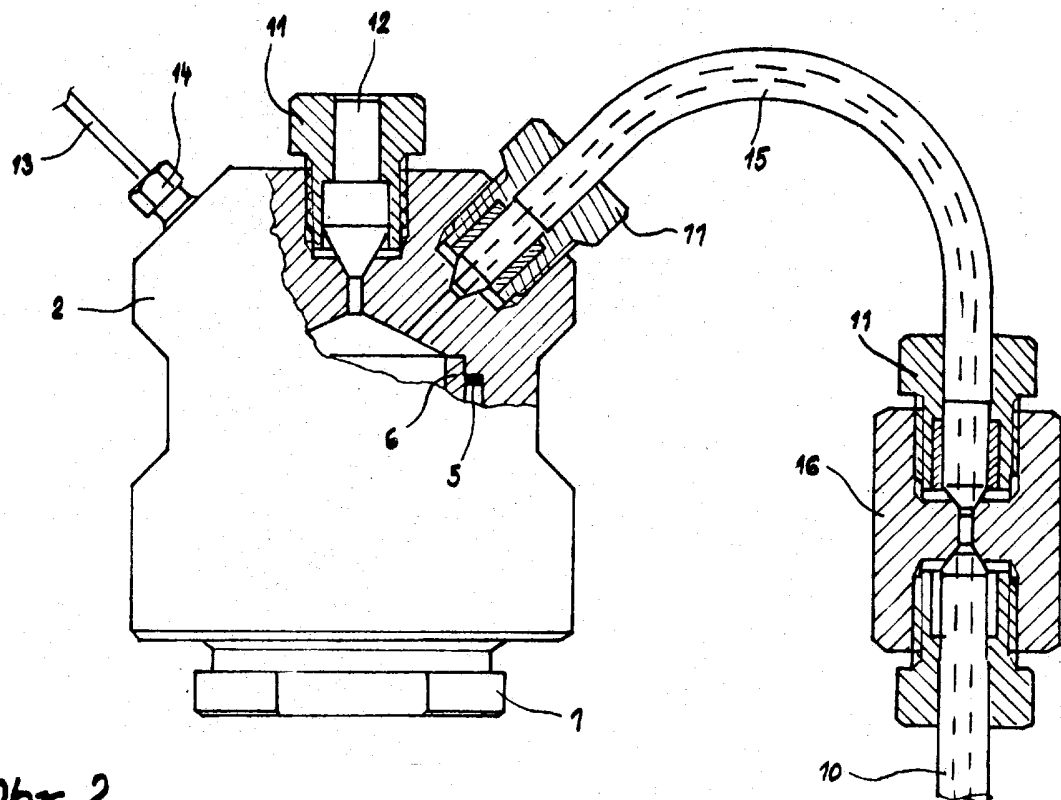
Zařízení pro plnění chromatografických kolon podle vynálezu lze použít pro plnění všech typů kolon při použití vhodných redukčních spojek a šroubů. Konstrukce umožňuje rychlou montáž a demontáž zařízení, rychlou změnu náplně, tak i mobilní fáze a také jednoduché čištění a údržbu.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Zařízení k plnění kolon pro kapalinovou chromatografii provedené jako tlaková nádoba z korozivzdorného nemagnetického materiálu opatřené míchadlem, vyznačené tím, že je tvořeno dutým válcovým spodním dílem (1) šroubově spojeným s horním dílem (2), jenž má po obvodu své kuželové části uspořádán otvor (4) pro přívod mobilní fáze a otvor (7) pro plnění chromatografických kolon (10), přičemž mezi horní díl (2) a spodní díl (1) je vložen vymezovací kroužek (6) s těsněním (5).
2. Zařízení podle bodu 1, vyznačené tím, že spodní díl (1a) tlakové nádoby má po obvodu uspořádán otvor (4) pro přívod mobilní fáze a otvor (7) pro plnění chromatografických kolon (10).
3. Zařízení podle bodu 1 a 2, vyznačené tím, že mezi spodní díl (1a) tlakové nádoby a její horní díl (2a) je vřazena distanční vložka (8), jež má po svém obvodu uspořádány otvory (7) pro plnění chromatografických kolon (10).



Obr. 1



Obr. 2