

ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

218341
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
G 01 N 31/08

(22) Přihlášeno 12 01 81
(21) [PV 224-81]

(40) Zveřejněno 25 06 82

(45) Vydáno 15 02 85

(75)
Autor vynálezu

STRÁNĚL OLDŘICH RNDr., BŘEZOLUPY, ŽÍŽEK ANTONÍN,
MLÁDEK MILAN prof. ing. CSc., GOTTWALDOV

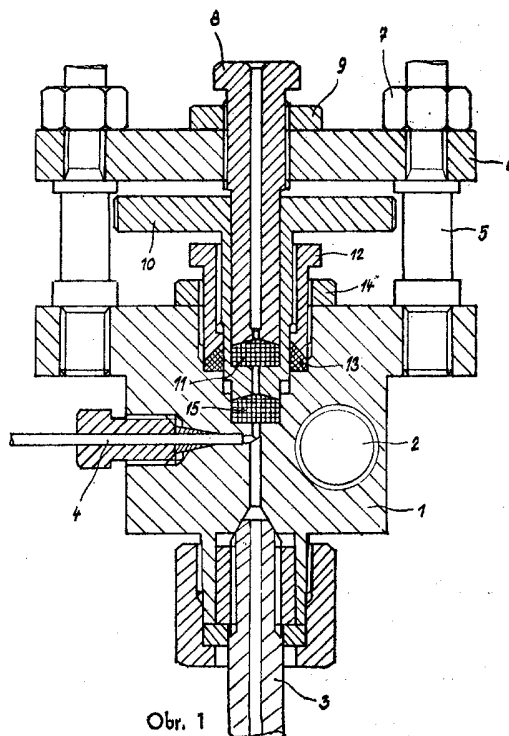
(54) Způsob a zařízení pro nanášení vzorků při vysokotlaké
kapalinové chromatografii

1

Vynález se týká způsobu a zařízení pro nanášení vzorků při vysokotlaké kapalinové chromatografii pomocí chromatografické stříkačky přes dvě septa. Hrot jehly chromatografické stříkačky prostupuje postupně přes dvě septa, přičemž hrot jehly proniká septem vždy v nestlačeném stavu a po proniknutí hrotu se septum stlačí. Vlastní zařízení se skládá z ovládacího dutého šroubu, jenž přitlačuje spodní septum k rozvodnímu dílu a ze stavitelného dutého šroubu opatřeného aretační maticí, jež společně s horním septem a ovládacím dutým šroubem vytváří prostor pro průnik vstřikovací jehly.

Zařízení podle vynálezu lze použít pro nastrojení různých objemů vzorků od asi 0,1 μ l až po mililitrové objemy bez přerušování toku a tlaku mobilní fáze.

2



Vynález se týká zařízení pro nanášení vzorků při vysokotlaké kapalinové chromatografii, jež sestává z rozvodného dílu a v něm vsazeného vstřikovacího ústrojí se dvěma septy.

Dosud známá a používaná zařízení pro nanášení vzorků na chromatografickou kolonu bez přerušení toku mobilní fáze v podstatě využívají dvou systémů a to buď pomocí dávkovacích ventilů a nebo dávkovačů se septem, kde je vzorek vnášen pomocí chromatografické stříkačky. Vstřikovače se septem umožňují jednoduchou a plynulou volbu objemu dávkovaného vzorku, minimální objem vzorku (desetiny μl) a vnesení vzorku přímo na střed vstupu chromatografické kolony.

Určitou nevýhodou tohoto typu dávkovačů se septem je to, že při použití vysokých tlaků mobilní fáze je nutno stlačovat septum v uzavřeném prostoru vysokým tlakem. Při pronikání broušené jehly chromatografické stříkačky přes stlačené septum dochází pak k rychlému zničení septa, k ucpání jehly chromatografické stříkačky, případně zanesení hlavy kolony zbytky materiálu septa. Dosud užívané materiály nejsou schopny vydržovat velké množství takovýchto vpichů jehly při vysokých tlacích mobilní fáze a je tedy nezbytné snížit pracovní tlak.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob a zařízení podle vynálezu. Podstata způsobu spočívá v tom, že hrot jehly chromatografické stříkačky prostupuje postupně přes septa, přičemž nejprve prochází horní septum v nestlačeném stavu a spodní septum je stlačeno, pak se stlačí horní propíchnuté septum a uvolní spodní septum, které se v nestlačeném stavu propíchně hrotem jehly a po stlačení spodního septa se vzorek nastříkne na střed vstupu chromatografické kolony.

Podstata zařízení pro provádění způsobu spočívá v tom, že je tvořeno ovládacím dutým šroubem, pod nímž je v rozvodném dílu uloženo spodní septum a stavitelným dutým šroubem opatřeným aretační maticí, jež společně s horním septem a ovládacím dutým šroubem vytváří prostor pro průnik vstřikovací jehly do tlakového prostoru mobilní fáze. Stavitelný dutý šroub je nastaven do pevné polohy aretační maticí vzhledem k nosnému rámu, spojenému pomocí distančních šroubů s rozvodným dílem.

Technický účinek zařízení spočívá v tom, že tímto zařízením lze nastříkovat přesné množství vzorku přímo na střed vstupu chromatografické kolony a to bez přerušení toku a tlaku mobilní fáze. Vzhledem k tomu, že je použito pro vlastní nástřik chromatografické stříkačky, lze velmi široce měnit objem nastříkovaného vzorku podle velikosti použité stříkačky.

Rovněž životnost septa se několikrát prodlouží, neboť obě septa hrot jehly proniká v době, kdy toto není stlačeno vysokým tlakem. Tím se zamezí ucpávání vstřikovacích

jehel materiálem septa a prakticky neexistuje možnost vniknutí vytržených malých částic materiálu septa hrotem jehly do mobilní fáze a tím zanesení vstupu chromatografické kolony. Prodloužení životnosti septa a možnost použití vyšších tlaků mobilní fáze při kapalinové chromatografii nám umožňuje daleko přesnějších a rychlejších výsledků chromatografických stanovení než u dosud známých zařízení tohoto typu.

Příklad provedení zařízení podle vynálezu je schematicky znázorněn na přiloženém výkresu. Na obr. 1 je znázorněn podélný řez zařízením pro nanášení vzorků na střed chromatografické kolony. Na obr. 2 je znázorněn půdorys tohoto zařízení.

Zařízení pro nanášení vzorků na chromatografickou kolonu se skládá z rozvodného dílu **1** opatřeného přívodem mobilní fáze **4** a připevněnou chromatografickou kolonou **3**, oproti které je umístěn otvor pro vsunutí jehly a nastříknutí vzorku. Vstřikovací otvor je utěsněn septem **15** jež je přitlačováno k rozvodnému dílu ovládacím dutým šroubem **10**, ve kterém je vsazeno horní septum **11** přitlačované k ovládacímu šroubu **10** stavitelným dutým šroubem **8**, jež je nastaven do pevné polohy vzhledem k nosnému rámu **6**, spojeného pomocí distančních šroubů **5** a matice **7** s rozvodným dílem **1**.

Stavitelný dutý šroub **8** je aretován maticí **9** do předem nastavené polohy. Utěsnění ovládacího šroubu **10** je provedeno pomocí těsnicího kroužku **13**, závitového pouzdra **12** a matice **14**. V rozvodném dílu **1** je vsazen čep **2** pro připevnění zařízení například na stojan v závislosti od délky použité chromatografické kolony. V ose šroubu **8** a **10** je vytvořen otvor o minimálním průměru shodném nebo větším než je průměr jehly použité chromatografické stříkačky.

Před vlastním nástřikem vzorku pomocí chromatografické stříkačky je nutné seřídit výšku zdvihu ovládacího šroubu **10** pomocí stavitelného šroubu **8** v závislosti na velikosti použitých pracovních tlaků mobilní fáze a na tloušťce a materiálu septa. Po seřízení výšky zdvihu ovládacího šroubu **10** se šroub **8** aretuje maticí **9**. Otáčením šroubu **10** se stlačí spodní septum **15** a zároveň se uvolní horní septum **11**. Přes uvolněné horní septum se propíchně vstřikovací jehla až po spodní stlačené septum. Otáčením šroubu **10** se uvolní spodní septum **15** a stlačí horní septum **11**. Přes uvolněné spodní septum **15** se protlačí hrot vstřikovací jehly až nad střed hlavy chromatografické kolony. Ovládací šroub **10** se otočí zpět, stlačí spodní septum **15**, provede se nástřik vzorku a chromatografická stříkačka se vytáhne přes stlačené spodní septum **15** a uvolněné horní septum **11** ven z nanášecího zařízení a tím je zařízení znovu připraveno k dalšímu použití.

Zařízení podle vynálezu lze použít pro nástřik různých objemů vzorku od asi $0,1 \mu\text{l}$

až po milimetrové objemy bez přerušení toku a tlaku mobilní fáze. Při použití vhodných redukčních spojek a šroubů lze nastříkávat vzorky na různé typy chromatografických kolon. Rovněž příprava a vlastní nástřik vzorku lze velmi rychle a snadno

provést pouze otáčením jediného šroubu. Konstrukční provedení postupného uvolňování a stlačování sept nemusí vždy využívat šroubů, ale může být nahrazeno pákovým systémem a pod.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

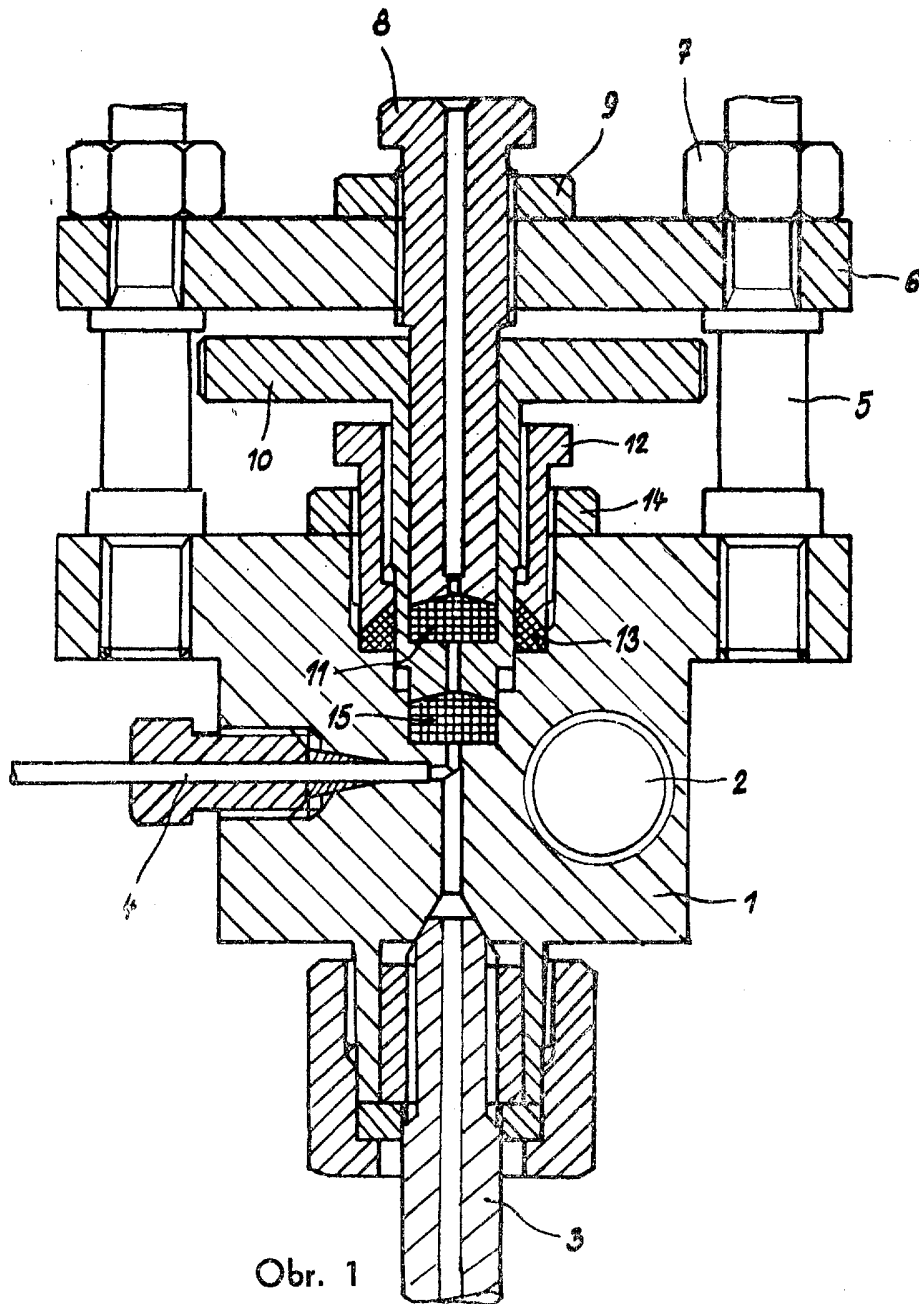
1. Způsob pro nanášení vzorku při vysokotlaké kapalinové chromatografii, při kterém jehla chromatografické stříkačky prostupuje přes dvě septa, vyznačující se tím, že hrot jehly chromatografické stříkačky prostupuje přes septa, přičemž nejprve prochází horní septum v nestlačeném stavu a spodní septum je stlačeno, pak se stlačí horní propíchnuté septum a uvolní spodní septum, které se v nestlačeném stavu propíchně hrotem jehly a po stlačení spodního septa se vzorek nastříkne na střed vstupu chromatografické kolony.

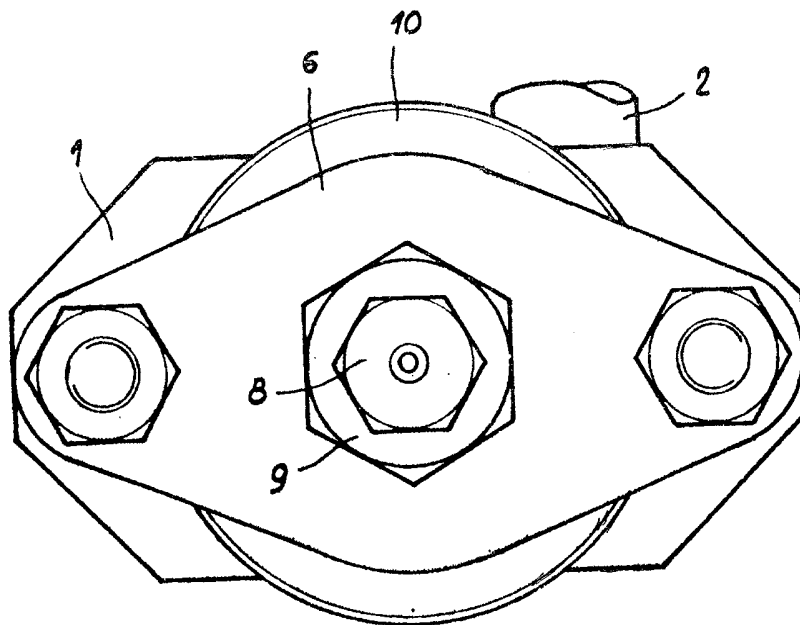
2. Zařízení pro provádění způsobu podle bodu 1, sestávající z rozvodného dílu a v něm vsazeného vstřikovacího ústrojí se dvě-

ma septy, vyznačující se tím, že je tvořeno ovládacím dutým šroubem (10), pod nímž je v rozvodném dílu (1) uloženo spodní septum (15) a stavitelným dutým šroubem (8) opatřeným aretační maticí (9), jež společně s horním septem (11) a ovládacím dutým šroubem (10) vytváří prostor pro průnik vstřikovací jehly do tlakového prostoru mobilní fáze.

3. Zařízení podle bodu 2, vyznačující se tím, že stavitelný dutý šroub (8) je nastaven do pevné polohy aretační maticí (9) vzhledem k nosnému rámu (6) spojenému pomocí distančních šroubů (5) a rozvodným dílem (1).

2 listy výkresů





Obr. 2.