

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

242242

(11)

(B1)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

[22] Prihlášené 02 01 85

[21] (PV 39-85)

[40] Zverejnené 31 08 85

[45] Vydané 15 09 87

(51) Int. Cl.⁴
B 01 D 15/08

(75)

Autor vynálezu

KEHR JÁN RNDr., KOŠICE

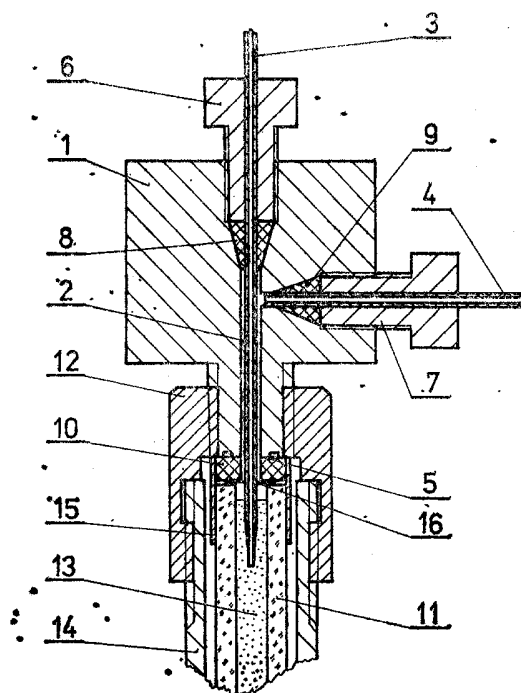
(54) Prívodná matica pre nástrek vzorky do náplne sklenenej kolóny
v kvapalinovej chromatografii

1

Účelom riešenia je odstránenie nežiadúcich efektov spôsobených postupným stlačovaním a znečisťovaním náplne a dosiahnutie optimálneho spôsobu naniesenia vzorky na chromatografický stípec, najmä vo vysokoúčinnnej kvapalinovej chromatografii.

Podstata vynálezu spočíva v tom, že v prívodnej matici je vytvorený osový otvor, do ktorého je zasunutá a upevnená kapilára na prívod vzorky z dávkovacieho zariadenia, pričom vonkajší priemer kapiláry je menší ako priemer osového otvoru. Kapilára je dlhšia ako čelo matice a je vpichnutá až do náplne kolóny. Do osového otvoru je zaústená kapilára, ktorou preteká len čistý elučný roztok cez osový otvor na čelo náplne. Pomer tokov v oboch kapilárach sa reguluje dvoma samostatnými pumpami alebo jednou pumpou s deliacim ventilom.

2



Obr. 1

Vynález sa týka konštrukcie prírodnej matice pre nástrek vzorky do náplne sklenenej kolóny v kvapalinovej chromatografii.

Jedným z rozhodujúcich faktorov určujúcich použiteľnosť vysokoúčinnnej kvapalinovej chromatografie pre mnohonásobné sériové analýzy vzoriek je životnosť chromatografickej kolóny. Je známe, že objem náplne kolóny sa vplyvom vysokých tlakov, tlakových pulzov a používaných chemikálií po čase znižuje, pri čom sa na vstupe kolóny vytvorí tzv. mŕtvy objem, ktorý výrazne zhoršuje účinnosť delenia. Súčasne na vstupe kolóny dochádza k zachytávaniu fyzikálnych a chemických nečistôt z elučného roztoku a z analyzovaných vzoriek, čím sa postupne vytvorí vrstva stlačenej a silne znečistenej náplne, ktorá znemožní ďalšie delenie. Sklenená kolóna je konštrukčne riešená ako kompaktný systém, kde prípadné čiastočné vymenenie alebo doplnenie chýbajúcej náplne nie je možné bez poškodenia utesňovacej hlavice. Dosiaľ známe zariadenie pre kolóny tohoto typu, ktoré rieši problém znečisťovania náplne, pozostáva z krátkej predkolóny predradenej pred chromatografickú kolónu, pričom vzorka sa nanáša na čelo náplne. Toto zariadenie však neodstraňuje nízku účinnosť delenia v dôsledku vytvoreného mŕtveho objemu a nedokonalý spôsob nanesenia vzorky.

Uvedené nedostatky odstraňuje prírodná matica pre nástrek vzorky do náplne sklenenej kolóny v kvapalinovej chromatografii. Podstata vynálezu spočíva v tom, že v prírodnej matici utesňujúcej kolónu je vytvorený osový otvor, do ktorého je zasunutá a upevnená kapilára na prívod vzorky z dávkovacieho zariadenia. Vonkajší priemer kapiláry je menší ako priemer osového otvoru, pričom kapilára je dlhšia ako čelo matice a je vpichnutá až do náplne kolóny. Do osového otvoru je zaústená kapilára, ktorou preteká len čistý elučný roztok cez osový otvor na čelo náplne. Vzájomný pomer tokov v oboch kapilárach sa reguluje buď dvoma samostatnými vysokotlakovými pumpami, alebo jednou pumpou s deliacim ventilom.

Výhodou riešenia podľa vynálezu je, že odstraňuje nežiaduce efekty spôsobené vytvorením mŕtveho objemu a svojou podstatou predstavuje najoptimálnejší a najúčinnnejší spôsob nanesenia vzorky na chromatografický stĺpec. S uvedeným zariadením v spojení s predkolónou je možné chromatografickú kolónu použiť pre 1 000—2 000 analýz zvlášť znečistených vzoriek, napríklad z biologického materiálu, namiesto bežne dosahovaných 150—200 analýz.

Na pripojenom obr. 1 je znázornený príklad zhotovenia prírodnej matice v spojení so sklenenou kolónou. Pozostáva z matice 1,

ktorá sa svojím čelom 5 pritláča na teflonové tesnenie 10 sklenenej kolóny 11 a je vskrutkovaná do matice 12. Do prírodnej matice 1 sú upevnené kapiláry 3, 4 pomocou skrutiek 6, 7 a tesnení 8, 9. Kapilára vzorky 3 je vpichnutá až do náplne 13 kolóny 11. Elučný roztok z kapiláry 4 vyteká osovým otvorom 2 na čelo náplne 13 kolóny. Sklenená kolóna 11 je ukončená hlaviceou 15 s vlisovanou oceľovou sieťkou 16 pomocou teflonového tesnenia 10 a je uchytená vo vonkajšom plášti 14 maticou 12 a utesnená je prírodnou maticou 1.

Vynález je možné využiť najmä vo vysokoúčinnnej kvapalinovej chromatografii a to hlavne v prípadoch kde sa používajú elučné roztoky s vysokým obsahom solí, v oblasti pH = 6,5—7, kde dochádza k čiastočnému rozpúšťaniu silikagélu, ktorý sa najčastejšie v rôznych úpravách využíva ako sorpčný materiál. Použitie je výhodné taktiež v prípadoch kde je potrebné pracovať pri vysokých tlakoch, v prípadoch keď čerpadlo vykazuje silné tlakové rázy, ale najmä v prípadoch, keď sú analyzované vzorky silne znečistené látkami, ktoré sa nevratne viažu na sorpčný materiál. Typický príklad vzoriek tohoto typu predstavuje biologický materiál a jeho rôzne extrakty.

Nasledujúci príklad ilustruje prednosti riešenia podľa vynálezu.

Pr í k l a d

Na analýzu adenínových nukleotidov z extraktu mozgového tkaniva potkana sa použila sklenená kolóna 3 × 100 mm naplnená sorbentom Separon Six C₁₈, s priemerom častíc 5 μm priamo spojená s ochrannou predkolónou 3 × 20 mm naplnenou tým istým sorbentom s priemerom častíc 10 μm. Elučný roztok obsahoval 25 mmol.l⁻¹ dihydrogenfosforečnan draselný, 4 % trietylamínu, na pH = 6,5 sa upravil s koncentrovanou kyselinou fosforečnou, nastavený prietok bol 1 mililitr.min⁻¹, objem nastreknutej vzorky bol 20 μl.

Na obr. 2 je znázornené rozdelenie extraktu tkaniva po niekoľkých desiatkach analýz bez použitia zariadenia podľa vynálezu. Z obrázku je vidieť typické rozdvajovanie sa koncentračných zón — pík — jednotlivých komponentov spôsobené mŕtvym objemom a znehodnotenou náplňou predkolóny.

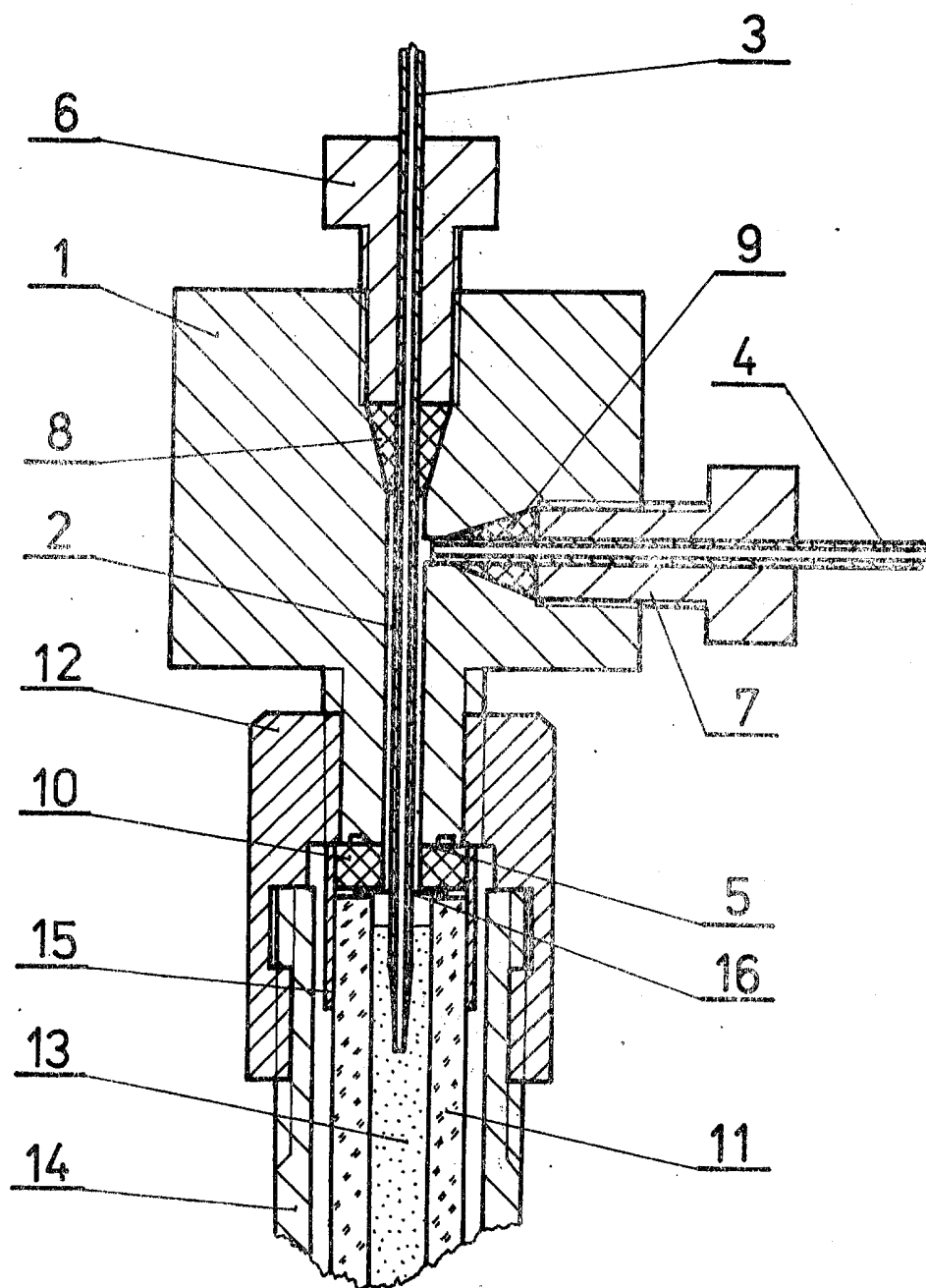
Na obr. 3 je znázornený chromatogram tej istej vzorky po pripojení zariadenia podľa vynálezu, pričom vzájomný pomer toku vo vstupných kapilárach bol 1 : 1. Elučný profil poslednej zóny, ktorý je podobný ideálnej gaussovskej krivke je dôkazom úplného odstránenia predchádzajúcich negatívnych javov.

PREDMET VYNÁLEZU

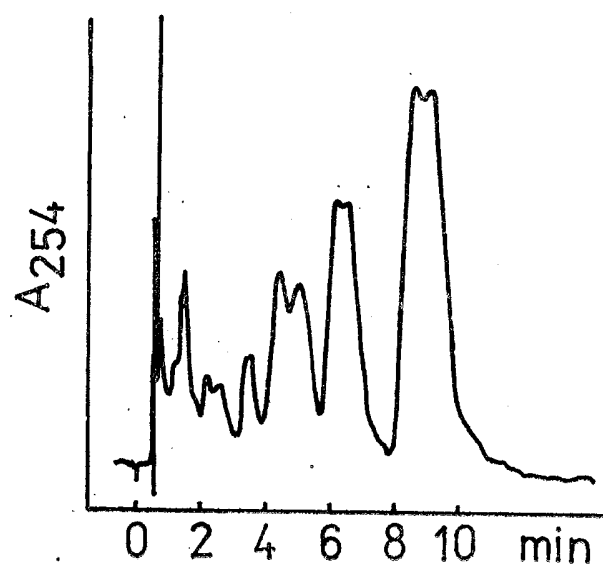
Prívodná matica pre nástrek vzorky do náplne sklenenej kolóny v kvapalinovej chromatografii, vyznačená tým, že pozostáva z matice (1) s osovým otvorom (2), do ktorého je zasunutá a upevnená kapilára vzorky

(3), pričom vonkajší priemer kapiláry vzorky (3) je menší ako priemer osového otvoru (2), do ktorého je zaústená kapilára elučného roztoku (4) a kapilára vzorky (3) je dlhšia ako čelo (5) matice (1).

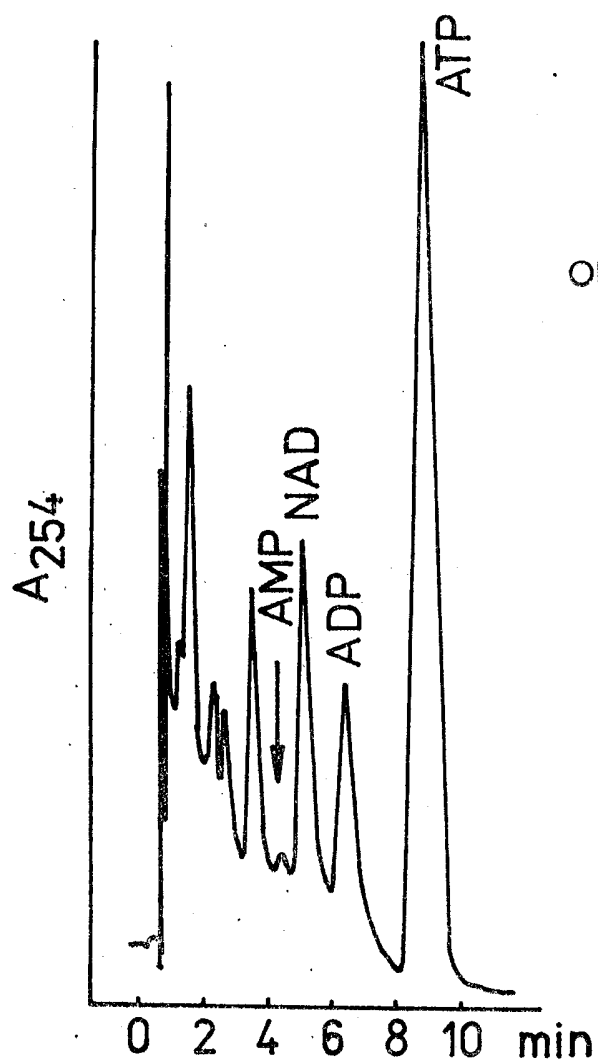
2 listy výkresov



Obr. 1



Obr. 2



Obr. 3