



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

250 741

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 23 09 85
(21) PV 6753-85

(51) Int. Cl. 7

B 01 D 15/08

(40) Zveřejněno 18 09 86
(45) Vydáno 01 09 88

(75)
Autor vynálezu

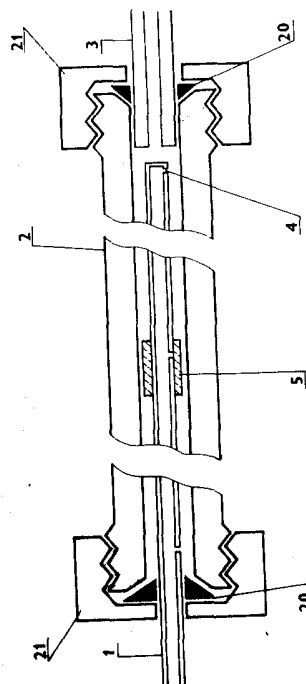
ŠLAIS KAREL RNDr., BRNO

(54)

Zásobník k mísení kapalin

Zásobník je určen k mísení kapalin pro mikrokolonovou a kapilární kapalinovou chromatografii. Podstatou zásobníku je rozebiratelná trubice, jejímž středem prochází kapilára s otvory opatřená prstenci z pružné hmoty ke krytí některých otvorů.

Zařízení je určeno zejména k vytvoření gradientu složení proudící kapaliny.



250 741

Vynález se týká zásobníku k mísení kapalin pro mikrokolonovou a kapilární kapalinovou chromatografii.

V kapalinné chromatografii se používá zařízení k vytvoření proudu směsi dvou kapalin s časově proměnným poměrem obou kapalin, to je zařízení na vytvoření gradientu složení proudící kapaliny. Dosud známá zařízení pro vytvoření gradientu složení eluční kapaliny pro mikrokolonovou chromatografii jsou konstruována na principu dokonale míchaného zásobníku s kapalinou A, do kterého je přiváděna kapalina B. Kapalina vystupující ze zásobníku má exponenciálně klesající obsah kapaliny A. To odpovídá konvexnímu zakřivení závislosti obsahu kapaliny B na vyteklém objemu směsi kapalin, tj. konvexně zakřivenému gradientu složky B. Takový tvar gradientu je však pro kapalinovou chromatografii málo používaný. Nejčastějšími tvary gradientu kapaliny B je gradient lineární, například adsorbční chromatografie nebo konkávní, ionexová chromatografie. Jiným zařízením pro vytvoření gradientu pro mikrokolonovou chromatografii je zásobník ve tvaru dlouhé kapiláry, který se před chromatografickou analýzou naplní řadou segmentů kapaliny s různým obsahem složek kapaliny A a B. Gradient takto vytvořený má však stupňovitý charakter a jeho reprodukovatelnost je obtížné

dosažitelná. Dalším používaným zařízením pro vytvoření gradientu eluční kapaliny pro mikrokolonovou chromatografii je kombinace dvou mikročerpadel pro složky kapalin A a B, při čemž obě čerpadla jsou elektronicky regulována tak, aby při proměnném toku složek kapalin A a B byl součet těchto toků konstantní. Výstupy z mikročerpadel kapalin A a B jsou míseny v dokonale míchaném mísici malého objemu. Zařízení takového typu umožňuje vytvořit gradient libovolného tvaru, je však instrumentálně, elektronicky i výrobně velmi náročné. Nejmenší dosažitelný objem gradientu, tj. objem kapaliny vyteklý ze zařízení od okamžiku, kdy kapalina je čistá složka kapaliny A, do okamžiku, kdy je vytékající kapalina čistá složka kapaliny B, je u takového zařízení kolem 0,1 ml. Zařízení, která využívají mísení kapalin v ssacím potrubí mikročerpadla, nejsou při současném stavu techniky použitelná pro mikrokolonovou chromatografii, neboť pracovní objem pístu a válce mikročerpadla způsobuje podstatné zkreslení a zpoždění gradientu vytvořeného v ssacím potrubí.

Pro kapilární kapalinovou chromatografii nejsou zařízení na vytvoření gradientu známá ani nebyla nikde popsána. Nevýhody dosud známých zařízení odstraňuje zásobník k mísení kapalin pro mikrokolonovou chromatografii, ^{podle vynálezu} sestávající z oboustranně uzavřené rozebíratelné trubice na jednom konci opatřené vývodem. Podstatou zásobníku je, že středem trubice prochází kapilára s otvory opatřené posuvnými prstenci z pružné hmoty.

Hlavní předností zásobníku podle vynálezu je možnost vytvořit poměrně jednoduchým způsobem proud směsi dvou kapalin s časově proměnným poměrem obou složek v širokém rozsahu při velmi malém průtoku kapaliny, přičemž zvolený proměnný poměr obou dvou složek kapalin lze dle potřeby nastavit překrytím otvorů posuvnými prstenci.

Vynález blíže objasňují přiložené výkresy, kde na obr. 1 je schematický náčrt zásobníku s kapilárou procházející oboustranně trubicí, na obr. 2 s kapilárou na jednom konci uzavřenou, na obr. 3 je v osovému řezu a ve zvětšeném měřítku naznačen příklad provedení zásobníku s jednostranně uzavřenou kapilárou, na obr. 4 je uveden příklad zapojení zásobníku s šesticestným ventilem, na obr. 5 je graficky zaznamenán průběh gradientu a záznam chromatografické separace fenolů podle příkladu a zapojení na obr. 4.

Zásobník naznačený na obr. 1 je proveden tak, že kapilára 1 prochází oběma konci trubice 2 a na její vývod 3 se připojí přívod kapaliny 3. Podél kapiláry 1 jsou uspořádány otvory 4, které podle potřeby lze uzavřít posuvem prstenců 5 z pružné hmoty, např. teflonu, nad otvory 4. Kapilárou 1 se přivádí kapalina A, jak bude dále na příkladu popsáno. Překrýváním otvorů 4 prstenci 5 lze dosáhnout změny rozložení toku kapaliny a tím měnit tvar gradientu složení kapaliny vytékající z kapiláry 1 do chromatografu. Další možnost provedení zásobníku je znázorněna na obr. 2 a liší se tím, že kapilára 1 je u konce trubice 2 uzavřena a vývod 3 je vyveden středem uzávěru trubice 2.

Příklad praktického provedení zásobníku je znázorněn na obr. 3 a jeho princip je shodný s náčrtem na obr. 2. Zásobník sestává z trubice 2 z nerezové oceli o vnějším průměru 4 mm, vnitřním průměru 1,8 mm a celkové délce 500 mm. Kapilára 1 je zhotovena rovněž z nerezové oceli o vnitřním průměru 0,50 mm, vnějším průměru 0,80 mm a celkové délce 600 mm. Ve stěně kapiláry 1 jsou otvory 4 o průměru 0,1 mm ve vzdálenosti 125, 250, 375 a 500 mm od vývodu 3. Pro dosažení požadovaného, například přibližně lineárního, průběhu gradientu, je nutno otvor 4 ve vzdálenosti 375 mm překrýt prstencem 5, který je zhotoven z teflonu. Vývod 3 je centricky vyveden v ose

kapiláry 1. Kapilára 1 a vývod 3 jsou utěsněny teflonovými prsten-
ci 20, na něž dosedají převlečné matice 21 a uzavírají takto tru-
bici 2 zásobníku.

Praktický příklad spojení zásobníku s kapalinovým chromato-
grafem je uveden na obr. 4. Zásobník tvořený trubicí 2 je kapilá-
rou 1 spojen přes první výstup 10 a první vstup 9 šesticestného
kohoutu 6 s vysokotlakým čerpadlem 22, pomocí kterého se přivádí
kapalina B kapilárou 1 do zásobníku. Druhý vstup 11 šesticestného
kohoutu 6 je určen pro přivádění kapaliny A například pomocí in-
jekční stříkačky, až kapalina A dosáhne ke druhému výstupu 12.
Vývod 3 pro výstup směsi kapalin A a B je spojen přes třetí vstup
13 a třetí výstup 14 šesticestného kohoutu 6 se smyčkovým dávkova-
čem 23 spojeným přes separační mikrokolonu 24 s ultrafialovým de-
tektorem 25 spojeným se zapisovačem 26.

Průběh separace fenolů kapalinovou chromatografií s využitím
gradientu eluční kapaliny vytvořeném v zásobníku podle obr. 3,
zapojeným podle obr. 4 a zaznamenaným v grafu na obr. 5 objasní
následující příklad. Jako kapaliny A bylo použito destilované vody,
jako kapaliny B směsi methanol-voda v poměru 4 : 1 objemově. Vzo-
rek V byl dávkován roztok obsahující po 100 mg/l fenolu (označeno
píkem I), m-kresolu (pík II), 2,4-dimethylfenolu (pík III), 2-iso-
propylfenolu (pík IV) a thymolu (pík V) v destilované vodě. Po
přestavení jádra 7 kohoutu 6 do polohy naznačené na obr. 4 a na
obr. 5 polohy 6 se po protečení kapaliny cca 0,15 ml objeví na
chromatografu pík, který odpovídá průniku kapaliny A přes mikroko-
lonu 24. Protéká-li mikrokolonou 24 kapalina A, je možno na mikro-
kolonu 24 dávkovačem 23 dávkovat vzorek V (viz obr. 5). Průběh
gradientu je znázorněn na horní části obr. 5. Ve shodě s teorií
gradientové eluce se píky derivátů fenolů I,II,III,IV,V objevují

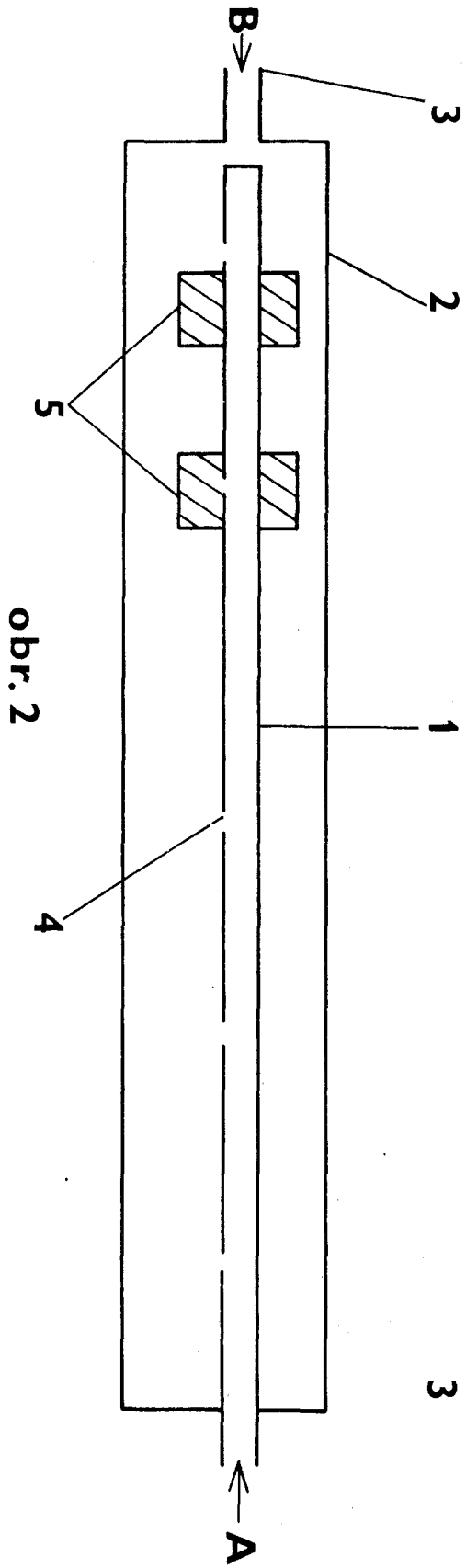
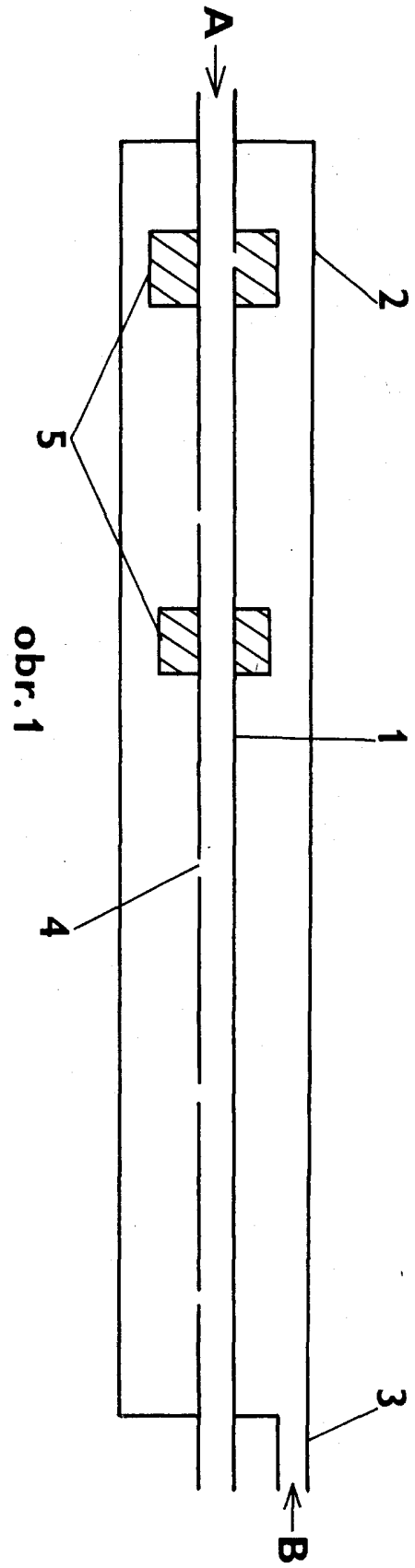
na výstupu z mikrokolony 24 v přibližně stejných intervalech od sebe, neboť se vzájemně liší vždy o jednu methylenovou skupinu a jsou eluovány v gradientu s přibližně lineárně rostoucím obsahem silně eluující složky, tj. methanolu.

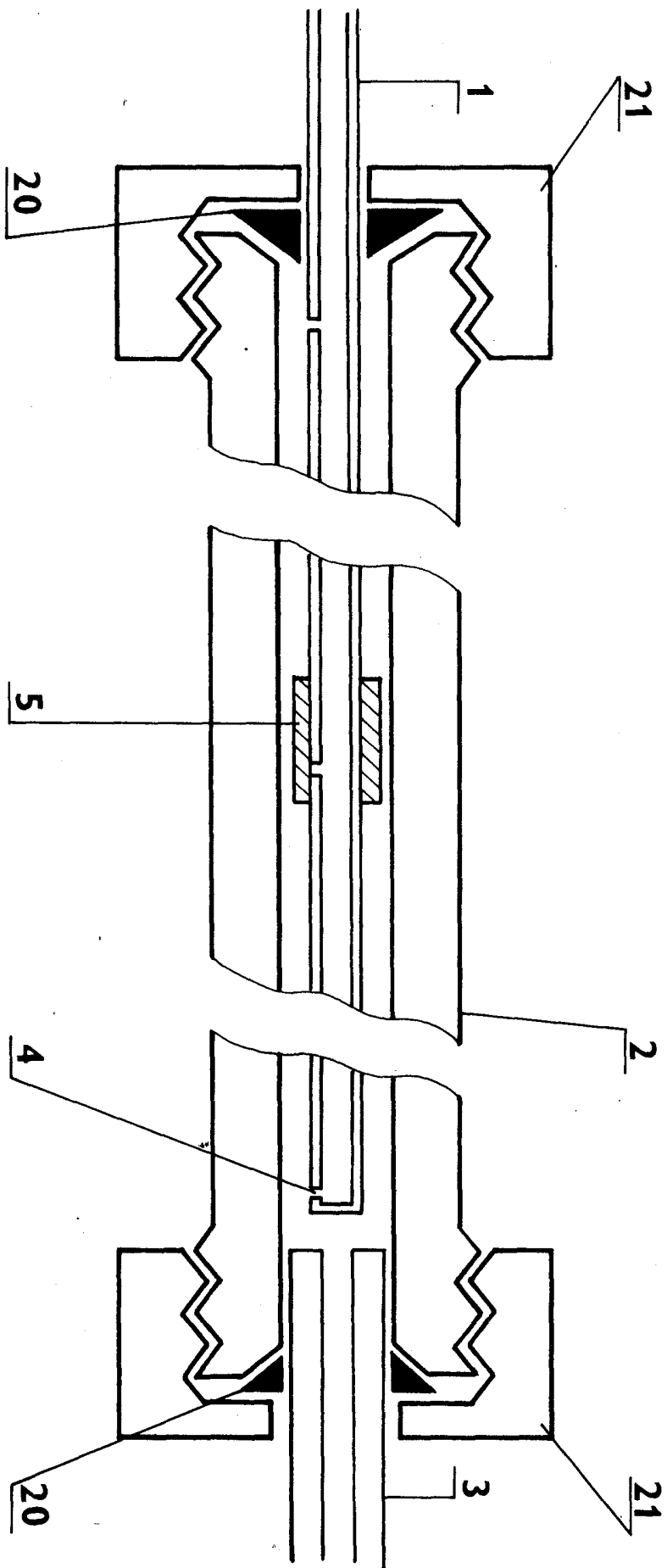
PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Zásobník k mísení kapalin pro mikrokolonovou kapalinovou chromatografii sestávající z oboustranně uzavřené rozebíratelné trubice na jednom konci opatřené vývodem ,vyznačený tím, že středem trubice (2) prochází kapilára (1) s otvory (4) opatřená posuvnými prstenci (5) z pružné hmoty.

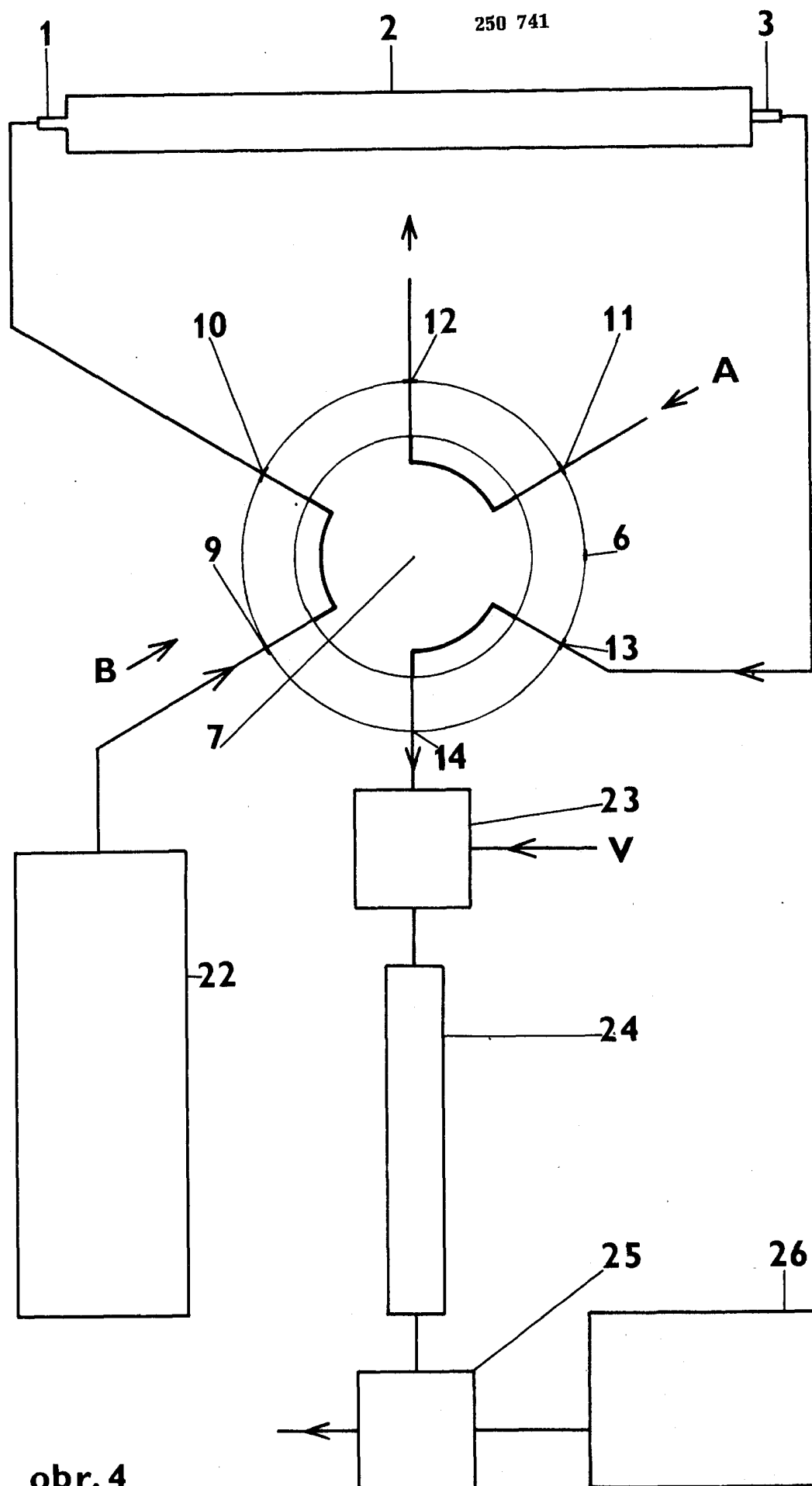
2. Zásobník podle bodu 1,vyznačený tím, že kapilára (1) je na jednom konci uzavřena.

4 výkresy



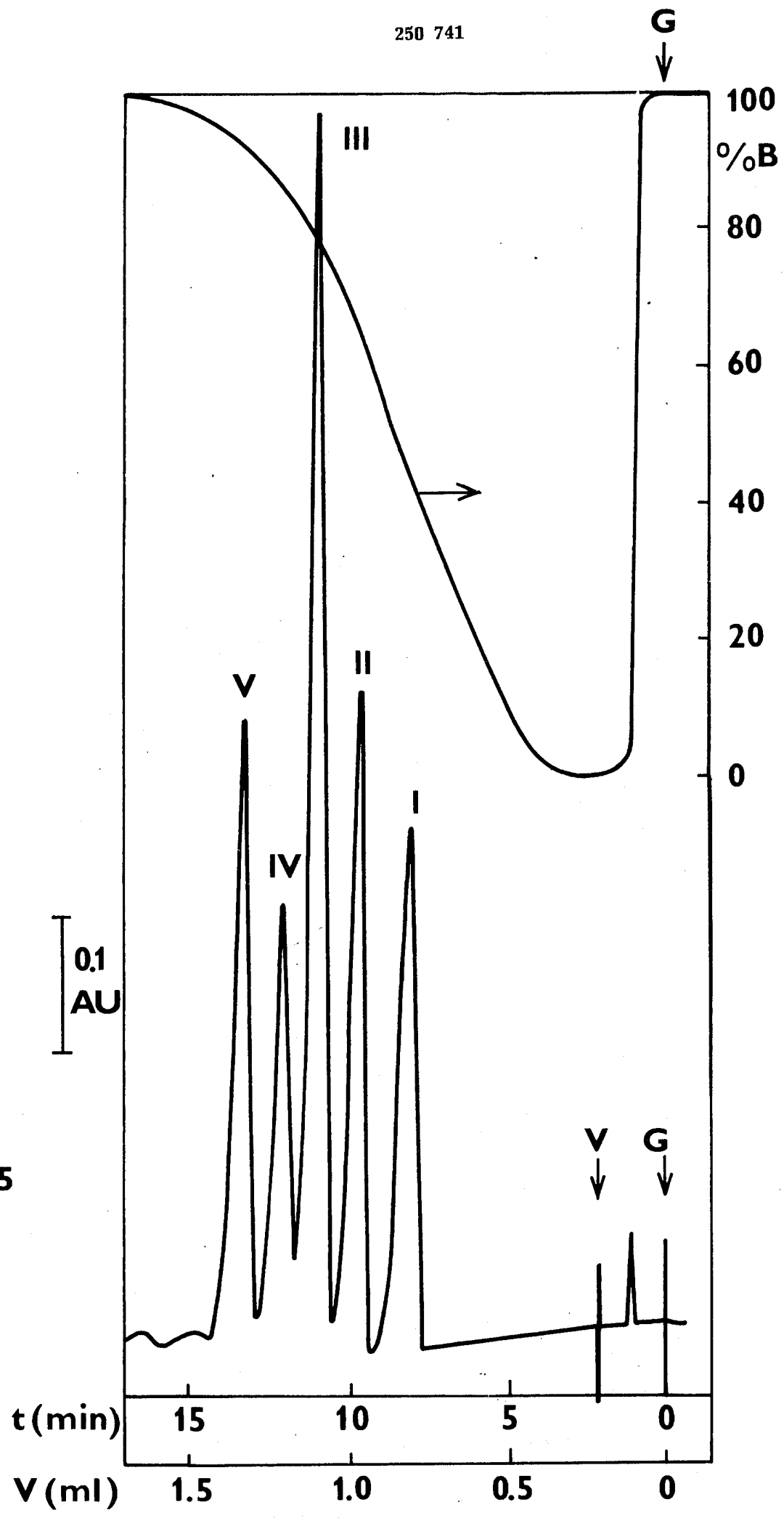


obr. 3



obr. 4

250 741



obr. 5