



URAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

240292
(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
G 01 N 30/60

(22) Přihlášeno 10 04 84
(21) (PV 2711-84)

(40) Zveřejněno 16 07 85

(45) Vydáno 15 06 87

(75)
Autor vynálezu

DOLEŽAL BOHUSLAV ing. CSc.; VOLF RADKO ing. CSc.;
ŠTASTNÝ MIROSLAV ing. CSc.; LEDVINKA KAREL ing., PRAHA

(54) Kolona pro separaci polárních látek

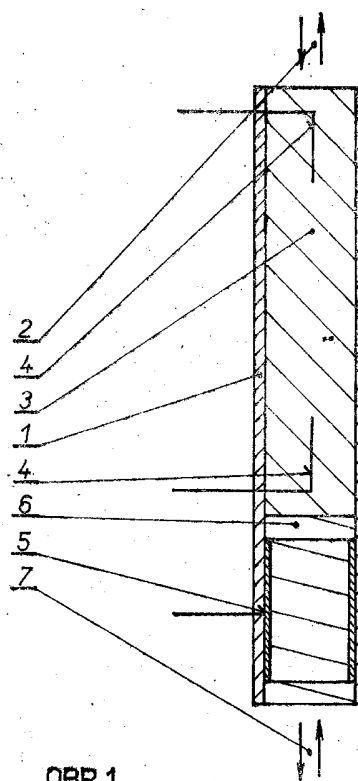
1

2

Řešení se týká průtočné kolony pro sorpci a separaci polárních látek z jejich roztoků.

Podstata kolony spočívá v tom, že uvnitř pláště (1) kolony je umístěna elektricky vodivá náplň (3), do které jsou zavedeny nejméně dva elektrické kontakty (4). V alternativním provedení je uvnitř pláště (1) kolony uložena velkoplochá elektroda (5), opatřená přívodem, nad kterou je umístěna vrstva inertního materiálu (6). Kolona může být popřípadě opatřena referenční elektrodou (8), umístěnou u elektricky vodivé náplně (3) a propojenou s roztokem, obsaženým v koloně. Prostor zaústění referenční elektrody (8) je v daném případě vyplněn inertním materiálem (6).

Kolona je určena k rozdělovací kapalinové chromatografii.



OBR.1

Vynález se týká kolony pro separaci polárních látek, tvořené pláštěm kolony, opatřeným kapalinovým přívodem a odvodem, kterou lze využít například jako kolony v rozdělovací kapalinové chromatografii nebo koncentrační kolony.

V kapalinové chromatografii se v současné době používají kolony s různými typy sorbentů k dělení různých látek, přičemž na výstupu z kolony bývá zpravidla umístěno detekční zařízení, které je schopno registrovat tyto látky z tohoto zařízení eluované. Obdobné typy kolon se používají ke koncentraci řady látek z jejich roztoků. Náplně těchto kolon mají pro určité sledované sloučeniny a ve vztahu k protékající kapalně fázi vždy určité vlastnosti, které jsou víceméně dány strukturou použitých separačních materiálů. Afinitu dané látky k danému sorbentu je potom možno ovlivnit pouze změnou kvality mobilní fáze nebo elučního činidla. Dále je známo, že některé typy elektroodvodových materiálů, například platina, rtuť, skelný uhlík a podobně, mohou na svém povrchu při určitých potenciálech sorbovat sloučeniny, které mohou být navíc také účastny elektroodvodového děje.

Uvedené nedostatky odstraňuje podle vynálezu kolona pro separaci polárních látek, tvořená pláštěm kolony, opatřeným kapalinovým přívodem a odvodem. Jeho podstata spočívá v tom, že uvnitř pláště kolony je umístěna elektricky vodivá náplň, do které jsou zavedeny nejméně dva elektrické kontakty.

Podle další alternativy vynálezu je uvnitř pláště kolony vložena velkoplochá elektroda, opatřená přívodem, nad kterou je umístěna vrstva inertního materiálu.

Konečně podle poslední alternativy vynálezu může být kolona opatřena referenční elektrodou, propojenou s vodivou náplní kolony přes diafragmu a prostor s inertním materiálem.

Výhoda kolony podle vynálezu pro sorpci nebo separaci polárních látek spočívá především v možnosti řízení vlastností elektricky vodivého sorbentu vnějším zásahem, to je změnou potenciálového spádu mezi touto pracovní elektrodou a velkoplochou elektrodou. Při určitém potenciálovém spádu dojde k zadržování polárních látek na elektricky vodivé náplni kolony, popřípadě na vytvořené elektrodové dvojvrstvě, takže tuto látku lze na náplni kolony zadržovat. Tímto způsobem lze za jinak stejných podmínek ovlivňovat eluční objevy sledovaných látek až po případ, kdy lze látku na náplni kolony zcela zadržet a nahromadit. Vhodnou změnou potenciálového spádu lze naopak nahromaděnou polární látku z elektricky vodivé náplně desorbovat a zakoncentrovat do malého množství eluentu.

Pokud se navíc vytvoří ještě potenciálový spád na sloupci elektricky vodivého sorbentu, je polární látka zadržena v určité poměrně úzké zóně, což zkvalitňuje při ná-

sledné potenciálem řízené desorpci separační proces.

K průmyslové sorpci nebo separaci polárních látek, pokud nezáleží na přesné znalosti potenciálového spádu mezi elektricky vodivou náplní kolony a velkoplochou elektrodou, je možno zvolit za materiál této velkoploché elektrody i levnější druhy náplní, například třísky nerezavějící oceli, grafit a podobně. K separaci lze také použít kolony naplněné pouze elektricky vodivou náplní, přičemž potenciálový spád je vložen pomocí vhodně umístěných kontaktů mezi začátek a konec kolony.

Kolona pro separaci polárních látek podle vynálezu je dále vysvětlena na příkladech provedení pomocí připojených výkresů, kde obr. 1 značí řez kolonou, obr. 2 řez alternativním provedením a obr. 3 řez dalším alternativním provedením.

Jak patrně z obr. 1 kolona pro separaci polárních látek je tvořena pláštěm 1 kolony, opatřeným kapalinovým přívodem 2 a kapalinovým odvodem 7. Uvnitř pláště 1 je umístěna elektricky vodivá náplň 3, do které jsou zavedeny elektrické kontakty 4. Ve zbývajícím prostoru pláště 1 je umístěna válcová velkoplochá elektroda 5 s přívodem, jejíž prostor a zbývajících prostor kolony je vyplněn inertním materiálem 6. Kapalina je kapalinovým přívodem 2 přiváděna do pláště 1 kolony, protéká elektricky vodivou náplní 3 opatřenou dvěma nebo více elektrickými kontakty 4, dále do prostoru velkoploché elektrody 5 s přívodem, vyplněné inertním materiálem 6 a opouští kolonu kapalinovým odvodem 7.

V jiném případě je kapalina přiváděna kapalinovým odvodem 7 do pláště 1 kolony, protéká prostorem velkoploché elektrody 5 s přívodem, vyplněné inertním materiálem 6 do elektricky vodivé náplně 3, opatřené dvěma nebo více elektrickými kontakty 4 a opouští kolonu kapalinovým přívodem 2.

Dále je možné řešení tříelektrodové varianty podle obr. 2. Kolona je tvořena pláštěm 1, kapalinovým přívodem 2 a kapalinovým odvodem 7. Uvnitř pláště 1 je umístěna elektricky vodivá náplň 3, opatřená kontakty 4 a válcová velkoplochá elektroda 5 s přívodem.

V blízkosti elektricky vodivé náplně 3 je umístěna referenční elektroda 8, spojená s roztokem naplňující kolonu přes diafragmu 9. Prostor referenční elektrody 8 je vyplněn inertním materiálem 6. Kapalina je kapalinovým přívodem 2 přiváděna do pláště 1 kolony, protéká elektricky vodivou náplní 3 opatřenou dvěma nebo více elektrickými kontakty 4, dále do prostoru velkoploché elektrody 5 s přívodem, vyplněné inertním materiálem 6 a opouští kolonu kapalinovým odvodem 7.

Do prostoru inertního materiálu 6 v bezprostřední blízkosti konce elektricky vodivé náplně 3 je zaústěn kapalinový přívod re-

ferenční elektrody 8 oddělené diafragmou 7 od pláště 1.

V jiném případě je kapalina přiváděna kapalinovým odvodem 7 do pláště 1, protéká prostorem velkoploché elektrody 5 s přívodem vyplněným inertním materiálem 6, do prostoru vyplněného elektricky vodivou náplní 3, opatřenou dvěma nebo více elektrickými kontakty 4 a opouští plášť 1 kapalinovým přívodem 2.

Další variantou kolony je uspořádání podle obr. 3. Sestává z pláště 1, kapalinového přívodu 2 a kapalinového odvodu 7. Prostor pláště 1 je vyplněn elektricky vodivou náplní 3, která je v elektrickém kontaktu s dvěma nebo více elektrickými kontakty 4. Kapalina je kapalinovým přívodem 2 přiváděna do pláště 1 kolony, vyplněného elektricky vodivou náplní 3, opatřenou dvěma nebo více elektrickými kontakty 4 a opouští prostor kolony kapalinovým odvodem 7.

Kolona pro separaci polárních látek byla použita k oddělování a stanovení kyseliny pikrové. Separační zařízení bylo sestaveno z vysokotlakého lineárního dávkovače, kolony pro separaci podle obr. 1 a spektrálního průtočného analyzátoru. Jako eluentu

bylo použito 60 obj. % vodného roztoku methanolu, do kterého bylo přidáno 7,5 g KCl na 1 l směsi methanol — voda.

Kolona byla naplněna práškovitým grafitem o středním průměru zrn 0,1 mm. Jako velkoplochá elektroda 5 byla použita Ag na AgCl velkoplochá elektroda s přívodním Ag drátkem. Elektrické kontakty 4 umístěné v porézní grafitové elektrodě byly zhotoveny z Pt drátku o $\varnothing$ 0,3 mm.

Kyselina pikrová byla oddělována ze zkoumaných roztoků při potenciálovém spádu mezi grafitem a velkoplochou chloridostříbrnou elektrodou +1,2 V (grafit byl $\oplus$ pólem). Na kolonu byla vnášena jak jednorázově (nastříkované množství 10 μ g), tak kontinuálně (kolona byla promývána po určité dobu mobilní fází o koncentraci 3 mg na litr kyseliny pikrové). Zadrž této látky byla při potenciálu +1,2 V v obou případech prakticky 100%, průnik kolonou byl neměřitelný.

Nahromaděná kyselina pikrová byla uvolňována při potenciálovém spádu 0 V, její koncentrace byla sledována UV-detektorem a návratnost odpovídala původně vnesenému množství.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

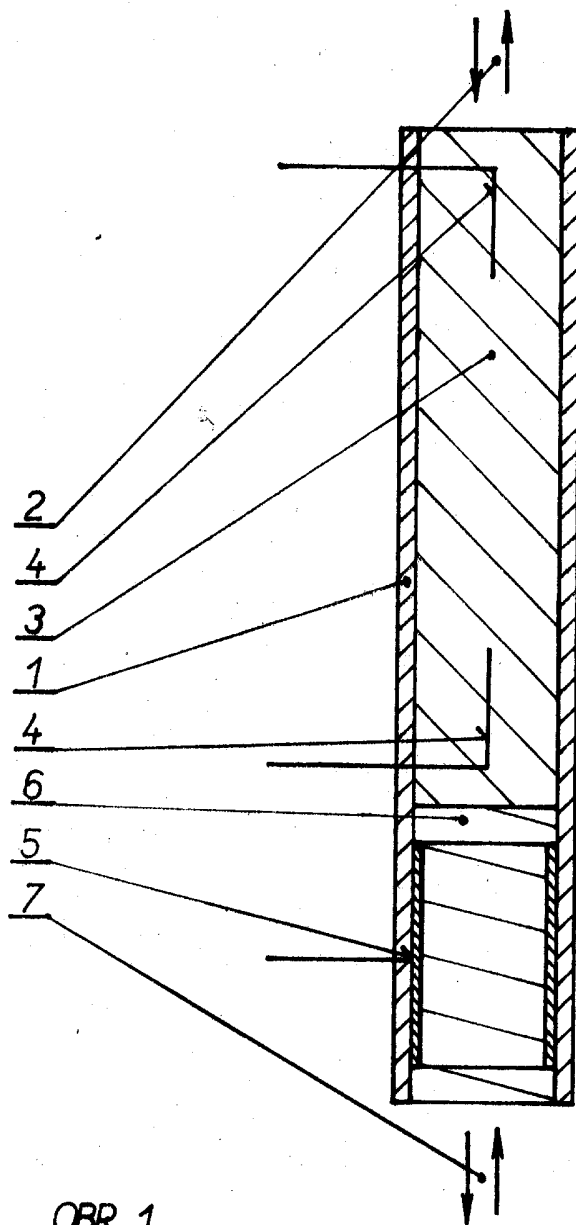
1. Kolona pro separaci polárních látek, tvořená pláštěm kolony, opatřeným kapalinovým přívodem a odvodem, vyznačená tím, že uvnitř pláště (1) kolony je umístěna elektricky vodivá náplň (3), do které jsou zavedeny nejméně dva elektrické kontakty (4).

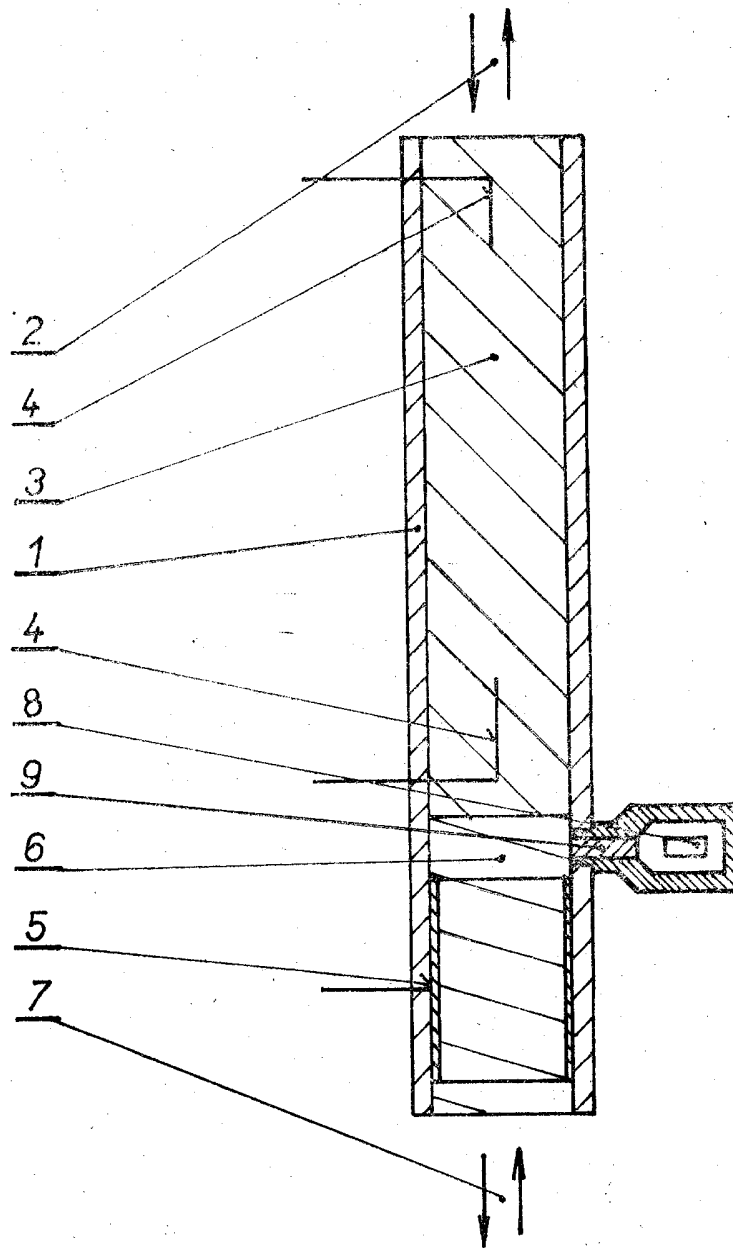
2. Kolona podle bodu 1, vyznačená tím, že uvnitř pláště (1) kolony je vložena vel-

koplochá elektroda (5), opatřená přívodem, nad kterou je umístěna vrstva inertního materiálu (6).

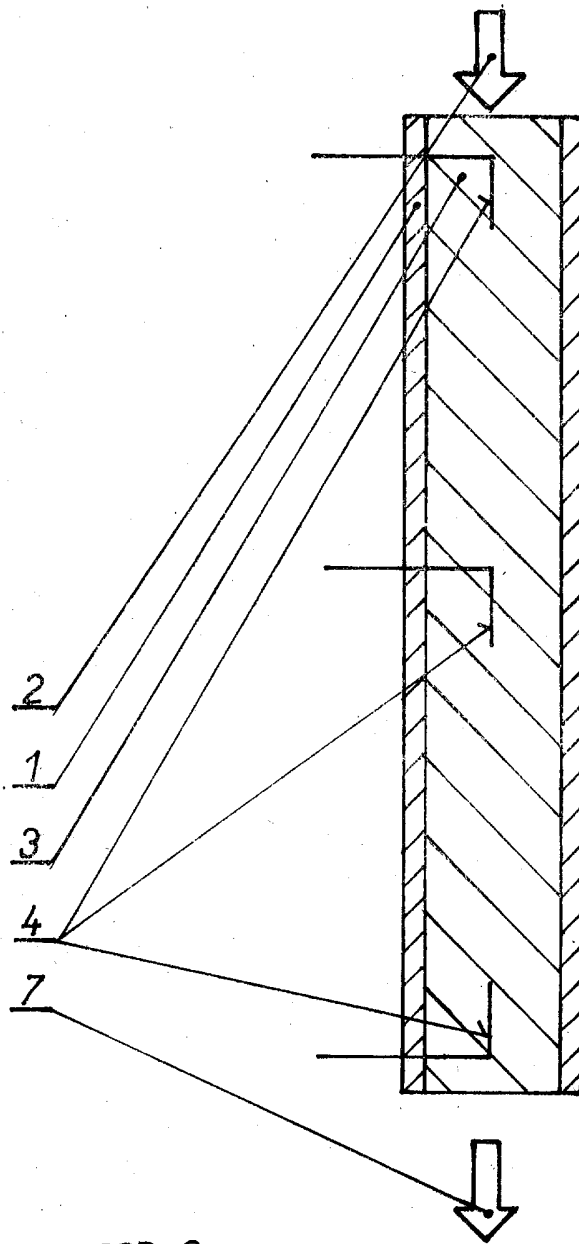
3. Kolona podle bodů 1 a 2, vyznačená tím, že je opatřena referenční elektrodou (8), propojenou s vodivou náplní (3) kolony přes diafragmu (9) a prostor s inertním materiálem.

3 listy výkresů





OBR. 2



OBR. 3