



URZĄD
PATENTOWY
PRL

Patent dodatkowy
do patentu nr ———

Zgłoszono: 86 03 13 (P. 258438)

Pierwszeństwo ———

Zgłoszenie ogłoszono: 87 11 30

Opis patentowy opublikowano: 1990 03 31

Int. Cl.⁴ G01N 30/16



Twórcy wynalazku: Tadeusz Dzido, Edward Soczewiński

Uprawniony z patentu: Akademia Medyczna,
Lublin (Polska)

Sposób wprowadzania próbek substancji do kolumny chromatograficznej

Przedmiotem wynalazku jest sposób wprowadzania próbek substancji do kolumny chromatograficznej i ma szczególne znaczenie dla mikrokolumn oraz bardzo krótkich kolumn analitycznych.

Wprowadzanie próbek analizowanych substancji do wysokosprawnej kolumny chromatograficznej odbywa się za pomocą specjalnych mikrostrzykawek lub zaworów dozujących. Próbkę substancji wprowadza się w strumień fazy ruchomej przed kolumną.

Obydwa sposoby dozowania posiadają istotną wadę polegającą na tym, że próbka zanim dotrze do wypełnienia kolumny przebywa pewien czas w złączach i kanałach pozakolumnowych, w których ulega dodatkowo rozproszeniu, przez co obniża się rozdzielczość pików substancji. Ten niekorzystny efekt nie ma zbyt dużego wpływu na rozdział chromatograficzny substancji, gdy stosuje się kolumny analityczne posiadające średnicę wewnętrzną kilku milimetrów. Natomiast podczas wykonywania rozdziału chromatograficznego przy użyciu mikrokolumn chromatograficznych o średnicy wewnętrznej 1 mm i mniejszej oraz bardzo krótkich kolumn analitycznych, efekt ten znacznie obniża sprawność całego układu chromatograficznego.

Będący przedmiotem wynalazku sposób, którego istota polega na wprowadzeniu próbki w przestrzeń międzyziarnową otworem usytuowanym z boku kolumny w górnej jej części rozwiązuje problem występowania objętości pozakolumnowych na wejściu do kolumny, między dozownikiem, a wypełnieniem kolumny.

Według wynalazku, próbkę analizowanych substancji umieszcza się w kanalik o stałej lub regulowanej pojemności, znajdującym się w przenośniku próbki, po czym kanalik wprowadza się do wnętrza kolumny przez otwór boczny usytuowany w górnej jej części. Stąd próbka jest wymywana przez fazę ruchomą bezpośrednio w wypełnienie kolumny. Zaletą tego sposobu dozowania jest brak objętości pozakolumnowych, które występują, gdy próbkę dozuje się w strumień fazy ruchomej przed wejściem do kolumny chromatograficznej.

Wynalazek zostanie bliżej objaśniony na przykładzie.

Przykład. Próbkę katecholaminy wprowadzono za pomocą dozownika o pojemności $0,05\ \mu\text{l}$ otworem bocznym do kolumny chromatograficznej o długości 20 cm i średnicy wewnętrznej 1 mm, napełnionej adsorbentem o nazwie handlowej Lichrosorb RP-18, którym jest żel krzemionkowy modyfikowany niepolarną fazą stacjonarną o średnicy ziarna $10\ \mu\text{m}$. Uzyskano wartości zredukowanej wysokości półki teoretycznej w granicach 2-2,5 dp. Dla porównania, wartości te dla katecholamin wprowadzanych dotychczasowym sposobem do takiej samej kolumny za pomocą $0,5\ \mu\text{l}$ zaworu dozującego wynoszą około 5 dp.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wprowadzania próbek substancji do kolumny chromatograficznej, **znamienny tym**, że próbkę analizowanych substancji umieszcza się w kanaliku o stałej lub regulowanej pojemności, znajdującym się w przenośniku próbki, po czym kanalik wprowadza się do wnętrza kolumny przez otwór boczny usytuowany w górnej jej części, skąd próbka ulega wymyciu przez fazę ruchomą w wypełnienie kolumny.