



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

210842 ✓

(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
F 16 K 5/00

(22) Přihlášeno 23 05 79
(21) (PV 3547-79)

(40) Zveřejněno 30 06 81

(45) Vydáno 15 09 83

(75)
Autor vynálezu

MINÁRIK MILAN ing. CSc., POPL MILAN doc. ing. DrSc.,
MOSTECKÝ JIŘÍ prof. ing. DrSc., PRAHA

(54) Dávkovací kohout pro chromatografické účely s proměnným dávkovacím objemem

1

Vynález se týká dávkovacího kohoutu pro chromatografické účely s proměnným dávkovacím objemem, opatřeného vstupem a výstupem mobilní fáze, přívodem a odvodem vzorku, jehož jádro má styčnou plochu s pláštěm buď rovinnou, nebo zakřivenou a jádro vykonává vůči plášti buď rotační, nebo přímočarý, nebo rotační i přímočarý pohyb.

Dávkování tekutých vzorků do protékajícího plynného nebo kapalného média, používané ve chromatografii, se provádí buď pomocí dávkovacího kohoutu, nebo pomocí dávkovací injekční stříkačky. Dávkování injekční stříkačkou má své velké přednosti plynoucí z jednoduchosti operace, volitelné velikosti dávkovaných objemů a nenáročného přístrojového provedení. Vzorek je do mobilní fáze nastříknut buď přes elastické perforovatelné septum, nebo přes oddělovací kohout, a to buď při průtoku mobilní fáze s utěsněním jehly nad kohoutem, nebo bez utěsnění při zastaveném průtoku mobilní fáze. Nevýhodou tohoto dávkování je však nesnadná automatizace, nepřítlač vysoká reprodukovatelnost a přesnost dávky a obtíže s vyššími tlaky mobilní fáze a popřípadě i s chemickou odolností septa.

Použitím dávkovacích kohoutů s vnitřním nebo vnějším dávkovacím prostorem lze všechny tyto nevýhody obejít, ovšem za vzniku prakticky jediné nevýhody, kterou je nemožnost plynulé změny velikosti dávky. Někdy je uváděna jako nevýhoda i ztráta vzorku, potřebná k dokonalému propláchnutí dávkovacího prostoru, avšak obdobně je nutné propláchnout i dávkovací prostor injekční stříkačky. Ve snaze odstranit veškeré uvedené nevýhody obou popsaných zařízení, byly vyvinuty speciální typy dávkovačů, založených na neúplném plnění dávkovacího prostoru dávkovacího kohoutu nebo ventilu pomocí dávkovací injekční stříkačky.

Přesnost těchto speciálních dávkovačů je pochopitelně omezena přesností použité injekční stříkačky a je dále závislá na tom, jak dokonale se podaří převést obsah stříkačky do

dávkovacího prostoru dávkovače. Z těchto důvodů jsou tyto dávkovače konstruovány tak, aby se injekční jehla dostala při plnění co nejbližší k dávkovacímu prostoru nebo i přímo do něj. Realizace tohoto požadavku však přináší poněkud složitější konstrukční provedení kohoutu a vyšší nároky na přesnost jeho provedení a také náročnější manipulaci při dávkování. Přitom nejsou tyto dávkovače teoreticky dokonalé, protože malá část vzorku může zůstat před dávkovacím prostorem, nebo může být při vysouvání jehly z dávkovacího prostoru nasát do tohoto prostoru vzduch.

Z těchto důvodů je stále aktuální potřeba konstrukčně jednoduchého dávkovacího kohoutu, který by měl variabilní dávkovací množství, podobně jako mají dávkovací injekční stříkačky.

Uvedené nedostatky odstraňuje podle vynálezu dávkovací kohout pro chromatografické účely s proměnným dávkovacím objemem, opatřený vstupem a výstupem mobilní fáze, přívodem a odvodem vzorku, jehož jádro má styčnou plochu s pláštěm buď rovinnou nebo zakřivenou a jádro vykonává vůči plášti buď rotační nebo přímočarý nebo rotační i přímočarý pohyb. Jeho podstata spočívá v tom, že dávkovací prostor pro odměřování velikosti dávky vzorku je tvořen kalibrovanou drážkou, vytvořenou na styčném povrchu jádra s pláštěm kohoutu, do níž je ve všech plnicích polohách zaústěn přívod i odvod vzorku, přičemž délka části kalibrované drážky, spojující přívod s odvodem vzorku, je měnitelná v plnicích polohách se změnou polohy jádra kohoutu vůči plášti kohoutu a ve všech dávkovacích polohách jádra vůči plášti spojuje tato kalibrovaná drážka vstup s výstupem mobilní fáze, zatímco přívod i odvod vzorku jsou v dávkovacích polohách vyústěny vně této kalibrované drážky.

Na styčném povrchu jádra s pláštěm kohoutu může být vytvořena další pomocná drážka, do níž v plnicích polohách je zaústěn vstup a výstup mobilní fáze. Podle dalšího významu vynálezu může mít kalibrovaná drážka tvar smyčky, tvořené z části dvěma souběžnými rameny; do jednoho je v plnicích polohách zaústěn přívod vzorku a do druhého ramena kalibrované drážky je zaústěn odvod vzorku, přičemž na jedné straně jsou obě ramena kalibrované drážky vzájemně spojena příčným úsekem. Na styčné ploše pláště s jádrem kohoutu je rozteč otvorů, do nichž je v plášti zaústěn vstup a výstup mobilní fáze, stejná jako rozteč otvorů, do nichž je zaústěn přívod a odvod vzorku a ramena kalibrované drážky i ramena pomocné drážky mají stejnou rozteč, shodující se s roztečí vstupu a výstupu mobilní fáze, resp. přívodu a odvodu vzorku. Podle dalšího významu vynálezu může být rozteč ústí vstupu a výstupu mobilní fáze shodně s roztečí ramen pomocné drážky větší než rozteč ramen kalibrované drážky a rozteč ústí přívodu a odvodu vzorku a ramena kalibrované drážky jsou na obou volných koncích vyhnuta pomocí příčných úseků kalibrované drážky, na rozteč, shodnou s roztečí pomocné drážky.

Přívod a odvod vzorků může být do jednotlivých ramen kalibrované drážky zaústěn pod úhlem do 90° k tečné rovině styčného povrchu pláště s jádrem v místech zaústění, přičemž průměty přívodu a odvodu vzorku do tečné roviny v místech jejich zaústění jsou rovnoběžné s kalibrovanou drážkou.

Výhodou vynálezu je možnost dávkování plynule měnitelných objemů tekutin do toku mobilní fáze o tlaku 45 MPa pomocí podstatně jednoduššího zařízení a jednodušší operací, při stejné nebo lepší přesnosti, než jakou mají nejdokonalější současné dávkovače pro podobné účely.

Řešením podle vynálezu lze nenáročnými výrobními změnami dosáhnout u všech typů jednoduchých dávkovacích kohoutů stejné variability dávkovaných objemů, jakou mají dávkovací injekční stříkačky, při zachování všech výhod dávkování dávkovacími kohouty. Ve srovnání se speciálními kombinovanými dávkovači dosahuje popsané zařízení teoreticky srovnatelné přesnosti a dokonalosti dávkování při menší možnosti náhodných chyb, menších nárocích na přístrojové vybavení, neboť není potřeba k plnění používat dávkovací injekční stříkačky, a s tím související i snadnější proceduru dávkování.

Vynález je blíže popsán na několika příkladech provedení podle připojených výkresů, na nichž značí

- obr. 1 detail styčného povrchu pláště diskového typu kohoutu se symetrickými protilehlými vývody,
- obr. 2 detail styčného povrchu jádra diskového typu kohoutu s protilehlými drážkami,
- obr. 3 detail jako v obr. 1, ale s nesymetrickými vývody v plášti,
- obr. 4 detail jako v obr. 2 s přesahem drážek v jádře,
- obr. 5 detail styčného povrchu pláště válcového typu kohoutu s tečnými přívody ke kalibrované drážce,
- obr. 6 detail styčného povrchu jádra válcového typu kohoutu s přesahem drážek,
- obr. 7 ukazuje schematické provedení pláště kohoutu s proměnným dávkovacím objemem pro kombinaci pohybu přímočarého a rotačního,
- obr. 8 ukazuje schematické provedení jádra kohoutu s proměnným dávkovacím objemem pro kombinaci pohybu přímočarého a rotačního,
- obr. 9, 10, 11 aplikace vynálezu na deskový typ kohoutu s přímočarým pohybem a
- obr. 12 celkový pohled na dávkovací kohout s proměnným dávkovacím objemem ve válcovém provedení.

Na obr. 1 a 2 je znázorněn diskový typ kohoutu s rovinnou styčnou těsnicí plochou mezi jádrem 2 a pláštěm 1 kohoutu. Přítlačný disk pláště 1 má na čtyřech průsečících dvou soustředných kružnic s přímkou, procházející jejich středem, který je současně i středem rotace jádra 2, umístěny přívod 7 a odvod 8 vzorku pro poplachování a plnění dávkovacího prostoru vzorkem na jedné straně od středu. Na protilehlé straně, vzdálené o úhel 180° , jsou umístěny vstup 5 mobilní fáze do kohoutu a výstup 6 mobilní fáze z kohoutu. Otočné jádro 2 kohoutu má na povrchu plochy, přiléhající k přítlačnému disku pláště 1 drážky 3 a 4, umístěné na obou uvedených kružnicích ve dvou úsecích kratších než polovina kruhu. Vnitřní a vnější části drážek 3 a 4 jsou v obou úsecích na jednom konci, shodně v jednom směru pro oba úseky, vzájemně propojeny, čímž vzniknou po obvodě plochy jádra kohoutu dvě drážky 3 a 4 ve tvaru zakřivených smyček, které umožňují v určitých úhlových úsecích pohybu jádra 2 vůči plášti 1 spojení přívodu 7 vzorku s odvodem 8 vzorku a vstupu 5 mobilní fáze s výstupem 6 mobilní fáze z kohoutu.

V nulové poloze jádra 2 vůči plášti 1 kohoutu ústí přívod 7 a odvod 8 vzorku do konců kruhových ramen jedné (kalibrované) drážky 3 v místě jejich vzájemného příčného propojení. V této nulové poloze je na stupnici 10 kohoutu vyznačen minimální dávkovací objem kohoutu, tvořený objemem spojovací příčné části kalibrované drážky 3. Otáčením jádra 2 kohoutu vůči plášti 1 kohoutu v jednom směru od nulové polohy dojde k přerušení spojení mezi přívodem 7 a odvodem 8 vzorku a mezi vstupem 5 a výstupem 6 mobilní fáze z kohoutu. Dalším otáčením ve stejném směru dojde k propojení vstupu 5 s výstupem 6 mobilní fáze pomocí kalibrované drážky 3 obsahující vzorek a případně i k propojení přívodu 7 s odvodem 8 vzorku pomocí druhé (pomocné) drážky 4 a tato poloha je označována jako dávkovací, zatímco v opačném směru od nulové polohy jsou označovány jako plnicí polohy a pohybem jádra 2 v tomto opačném směru se délka části kalibrované drážky 3, zajišťující spojení mezi přívodem 7 a odvodem 8 vzorku, stále prodlužuje, čímž se zvětšuje i množství vzorku zachycené v této části kalibrované drážky 3 při plnění kohoutu vzorkem.

V plnicích polohách jsou na stupnici 10 kohoutu vyznačeny objemy odpovídající příslušným úsekům kalibrované drážky 3, až po maximální objem určený celým objemem kalibrované drážky 3 v koncové plnicí poloze, kdy přívod 7 a odvod 8 vzorku ústí do obou ramen kalibrované drážky 3 v jejich nepropojených koncích. V celém rozmezí plnicích poloh od nulové až po koncovou omezenou zádržku spojuje druhá protilehlá pomocná drážka 4 vstup 5 mobilní fáze s výstupem 6 mobilní fáze z kohoutu. Dávkování se provádí tak, že se z dávkovací polohy zvolna otočí jádro 2 kohoutu do jedné z plnicích poloh, určené požadovaným dávkovacím objemem, za současného proplachování plnicí větve kohoutu vzorkem, aby do kalibrované drážky 3 nepřišel vzduch, který by mohl nereprodukovatelným způsobem změnit rozhraní mezi mo-

bilní fázi a vzorkem v drážce 3, nebo lze případně i jiným způsobem zabránit vstupu vzduchu do plnicí větve kohoutu.

Po propláchnutí plnicí větve v požadované poloze, fixované přestavitelnou zarážkou, se opačným pohybem jádra 2 ve směru zmenšujících se dávkovaných objemů nastaví dávkovací poloha, vymezená pevnou zarážkou, ve které se včlení celá kalibrovaná drážka 3 do toku mobilní fáze mezi vstup 5 a výstup 6 mobilní fáze, čímž dojde k vyplavení vzorku, vyplňujícího část této kalibrované drážky 3, do výstupu 6 mobilní fáze z kohoutu. Podstata vynálezu není omezena na popsané funkční provedení kohoutu a na popsanou geometrii drážek 3, 4 a přírodních potrubí 5 až 8. Účelnější než právě popsané provedení s protilehlými drážkami bude provedení zobrazené na obr. 3 a 4, kde kalibrovaná drážka 3, i pomocná drážka 4 mají vzájemný přesah, čímž se využije větší délka kalibrované drážky 3, pro odměřování vzorku.

Možnost napojení kalibrované drážky 3, naplnění v určité části vzorkem mezi vstup 5 a výstup 6, mobilní fáze a tím vyplavení odměřeného vzorku z kohoutu, umožňuje příděná vyhnutí ramen kalibrované drážky 3, v otevřených koncích na větší rozeč vstupu 5 s výstupem 6 mobilní fáze. Namísto kruhové rovinné styčné plochy jádra 2 a pláště 1 kohoutu může být použito i konstrukční provedení s rovinou nekruhovou a zejména válcovou či kuželovou styčnou plochou, tak jak je naznačeno na obr. 5, 6 a 7, 8 vedle rotačního pohybu jádra v plášti je možné i řešení s přímočarým pohybem, patrné z obr. 9, 10 a 11, popřípadě s kombinací přímočarého a rotačního pohybu patrného z obr. 7 a 8.

Drážky jsou vyhloubeny na povrchu jádra 2, které je vůči plášti otáčeno, viz obr. 1, 2, 3, 4, 5, 6 a 12, nebo přímočaře posouváno, viz obr. 9 až 11, ve směru šipek, nebo je při volbě velikosti dávky posouváno ve směru šipky B a dávkování je prováděno otáčením ve směru šipky A, viz obr. 7 a 8. V celkovém pohledu, viz obr. 12, je potom jádro 2 opatřeno rukojetí 9, přítlačnou maticí 14 a podložkou 15 a stupnicí 10 dávkovaných objemů, ke které přiléhá stavěcí zařízení s dorazem 11. Vstup 5 a výstup 6 jsou v plášti fixovány a utěsněny šroubením 12 a těsněním 13. Toto řešení je patrné z obr. 12.

P R E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Dávkovací kohout pro chromatografické účely s proměnným dávkovacím objemem, opatřený vstupem a výstupem mobilní fáze, přívodem a odvodem vzorku, jehož jádro má styčnou plochu s pláštěm buď rovinnou, nebo zakřivenou a jádro vykonává vůči plášti buď rotační, nebo přímočarý, nebo rotační i přímočarý pohyb, vyznačený tím, že dávkovací prostor pro odměřování velikosti dávky vzorku je tvořen kalibrovanou drážkou (3) vytvořenou na styčném povrchu jádra (2) s pláštěm (1) kohoutu, do níž je ve všech plnicích polohách zaústěn přívod (7) i odvod (8) vzorku, přičemž délka části kalibrované drážky (3), spojující přívod (7) s odvodem (8) vzorku, je měnitelná v plnicích polohách se změnou polohy jádra (2) kohoutu vůči plášti (1) kohoutu a ve všech dávkovacích polohách jádra (2) vůči plášti (1), spojuje kalibrovaná drážka (3) vstup (5) s výstupem (6) mobilní fáze, zatímco přívod (7), i odvod (8) vzorku jsou v dávkovacích polohách vyústěny vně kalibrované drážky (3).

2. Dávkovací kohout podle bodu 1, vyznačený tím, že na styčném povrchu jádra (2) s pláštěm (1) kohoutu je vytvořena ještě pomocná drážka (4), do níž je v plnicích polohách zaústěn vstup (5) a výstup (6) mobilní fáze.

3. Dávkovací kohout podle bodu 1, vyznačený tím, že objem části kalibrované drážky (3) spojující přívod (7) s odvodem (8) vzorku je ve všech plnicích polohách vůči plášti (1) indikován stupnicí (10), připevněnou ke kohoutu.

4. Dávkovací kohout podle bodu 1, vyznačený tím, že kalibrovaná drážka (3) má tvar smyčky, tvořené z části dvěma souběžnými rameny; do jednoho je v plnicích polohách zaústěn přívod (7) vzorku, a do druhého ramena kalibrované drážky (3) je zaústěn odvod (8) vzorku, přičemž na jedné straně jsou obě ramena kalibrované drážky (3) vzájemně spojena příčným úsekem.

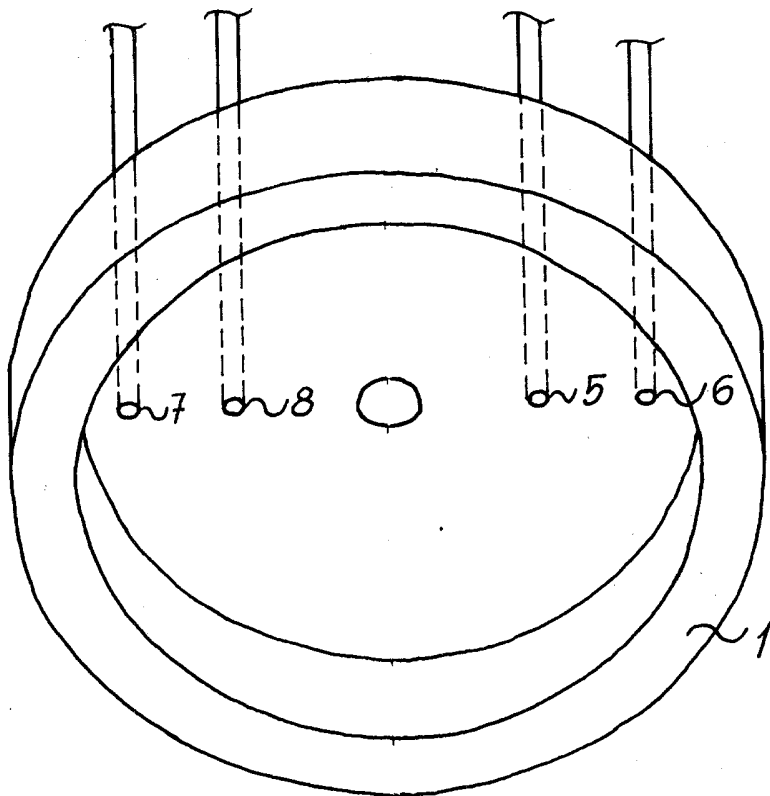
5. Dávkovací kohout podle bodu 4, vyznačený tím, že na styčné ploše pláště (1) s jádrem (2) kohoutu je rozteč otvorů, do nichž je v plášti (1) zaústěn vstup (5) a výstup (6) mobilní fáze, stejná jako rozteč otvorů, do nichž je zaústěn přívod (7) a odvod (8) vzorku a ramena kalibrované drážky (3) i ramena pomocné drážky (4) mají stejnou rozteč, shodující se s roztečí vstupu (5) a výstupu (6) mobilní fáze, respektive přívodu (7) a odvodu (8) vzorku.

6. Dávkovací kohout podle bodu 4, vyznačený tím, že na styčné ploše pláště (1) s jádrem (2) kohoutu je rozteč ústí vstupu (5) a výstupu (6) mobilní fáze shodně s roztečí ramen pomocné drážky (4) větší než rozteč ramen kalibrované drážky (3) a rozteč ústí přívodu (7) a odvodu (8) vzorku a ramena kalibrované drážky (3) jsou na obou volných koncích vyhnuta pomocí příčných úseků kalibrované drážky (3) na rozteč shodnou s roztečí pomocné drážky (4).

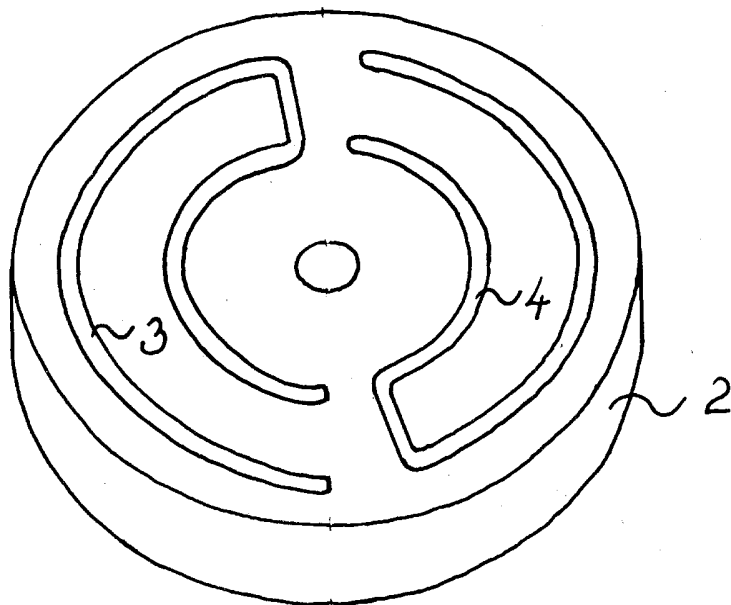
7. Dávkovací kohout podle bodu 4, vyznačený tím, že přívod (7) a odvod (8) vzorku je do jednotlivých ramen kalibrované drážky (3) zaústěn pod úhlem do 90° k tečné rovině styčného povrchu pláště (1) s jádrem (2) v místech zaústění, přičemž průměty přívodu (7) a odvodu (8) vzorku do tečné roviny v místech jejich zaústění jsou rovnoběžné s kalibrovanou drážkou (3).

8. Dávkovací kohout podle bodu 1, vyznačený tím, že k přívodu (7) nebo k odvodu (8) vzorku je připojen stabilizátor průtoku vzorku.

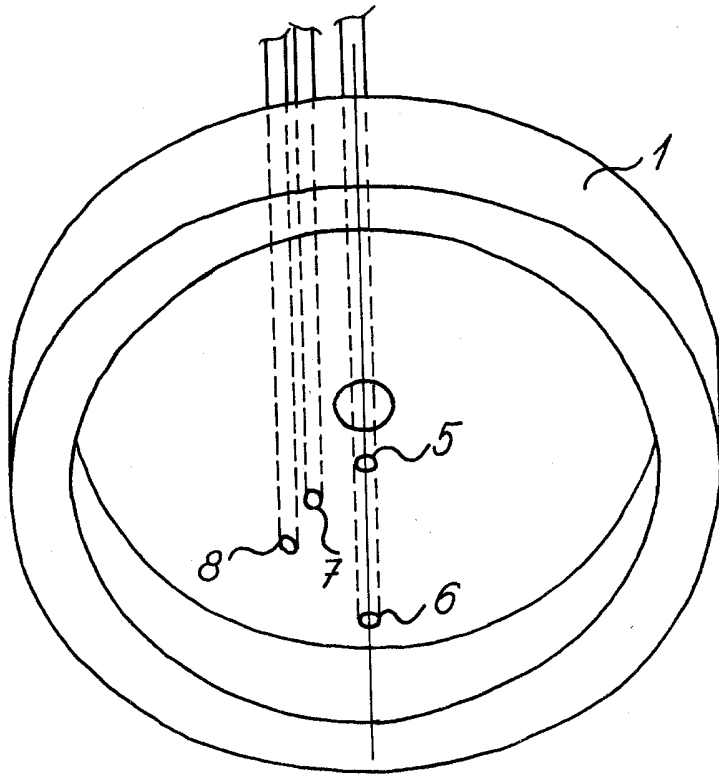
6 listů výkresů



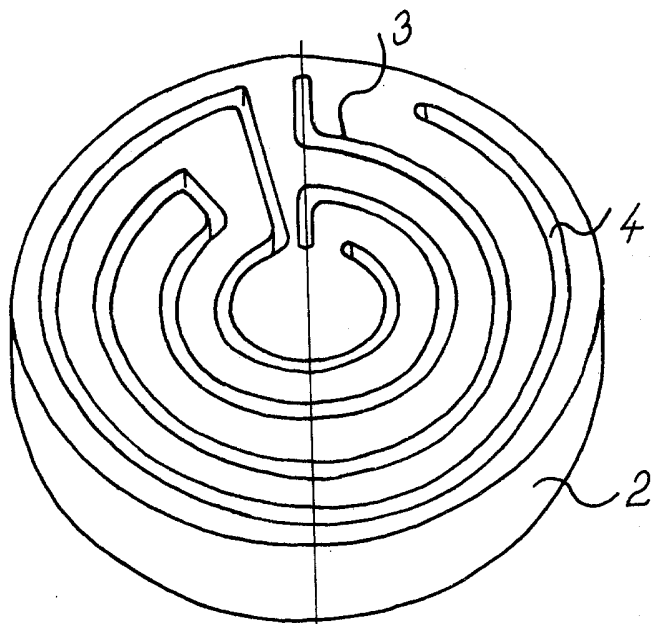
OBR.1



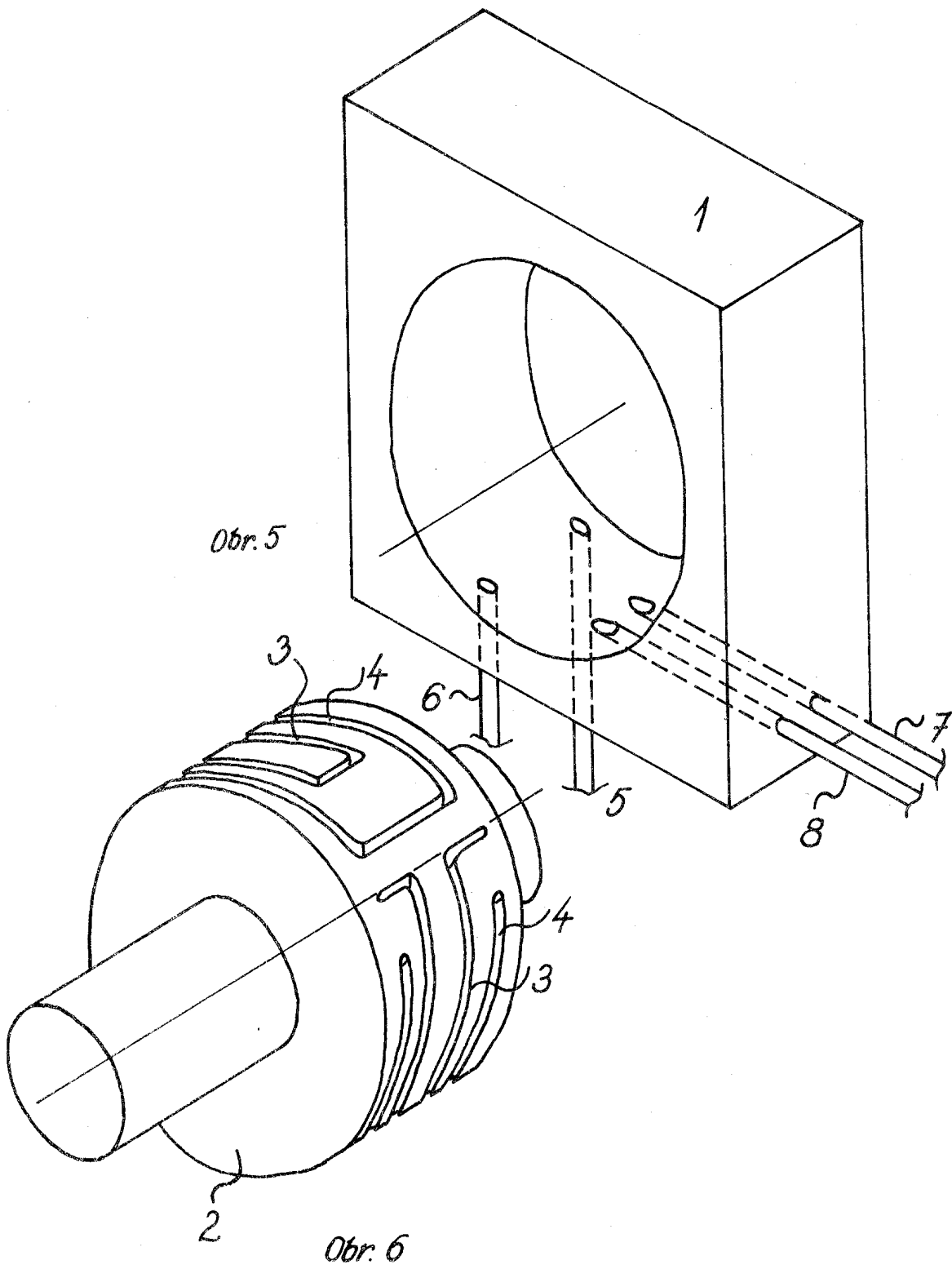
OBR.2

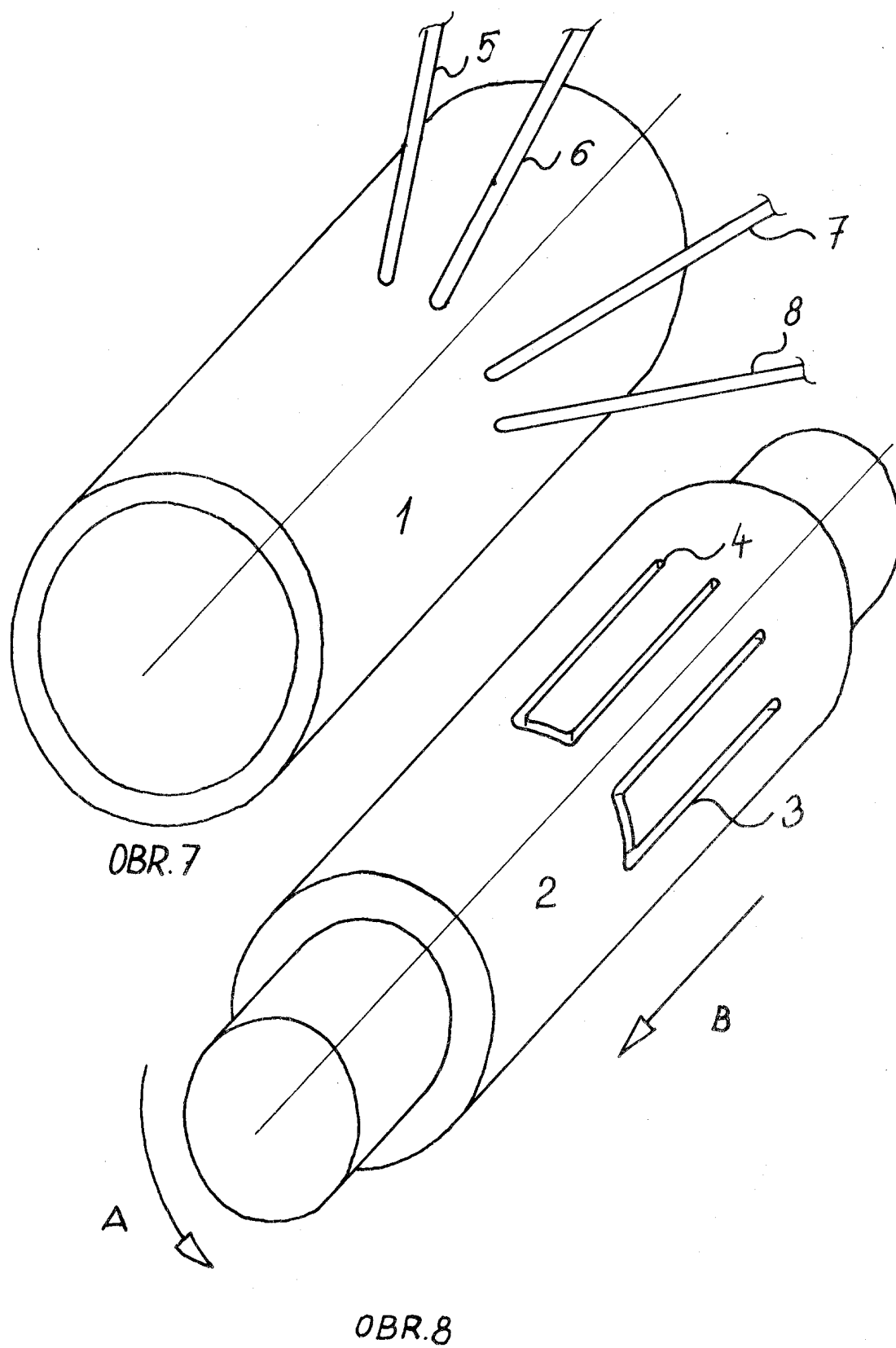


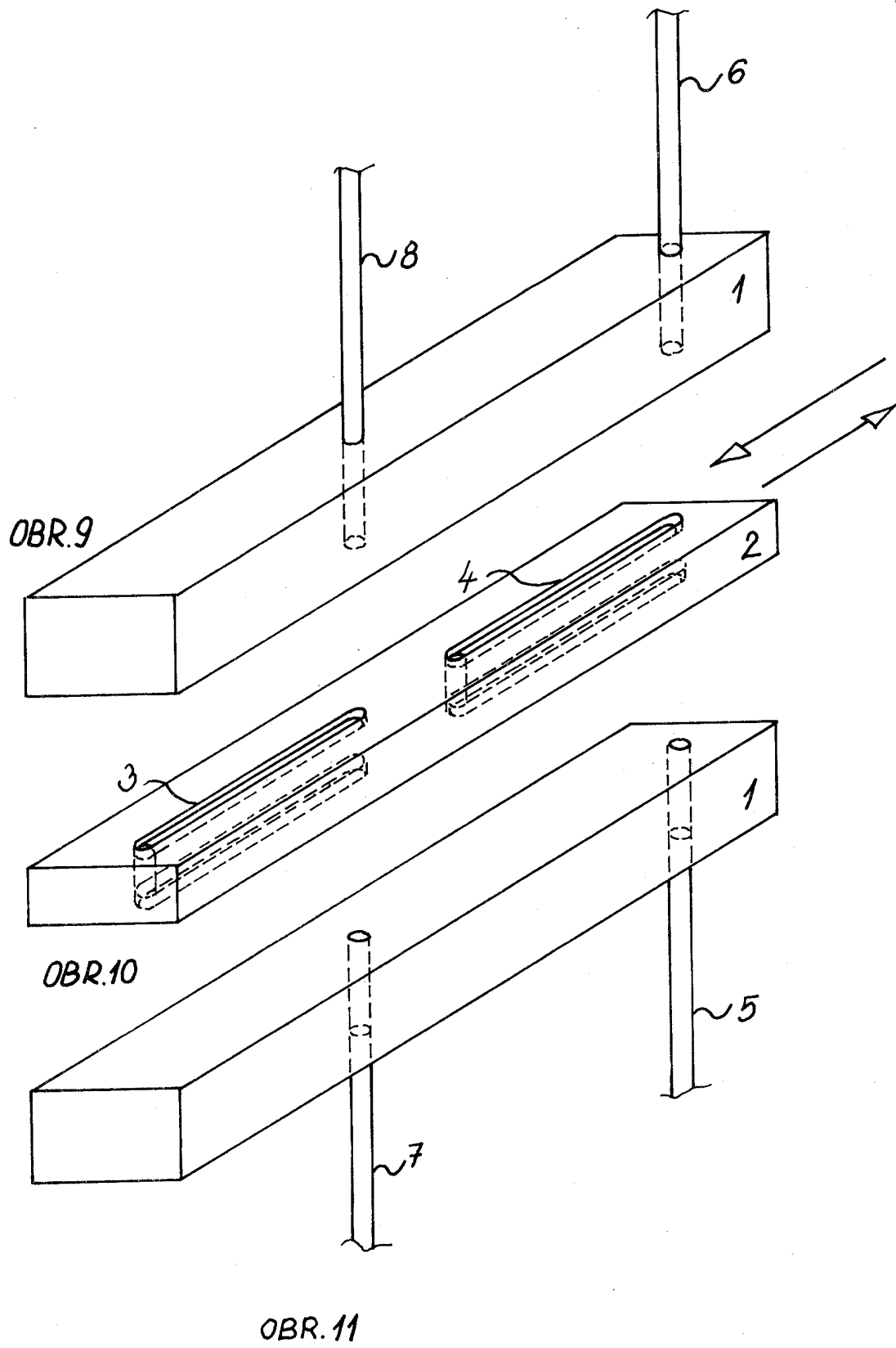
Obr. 3

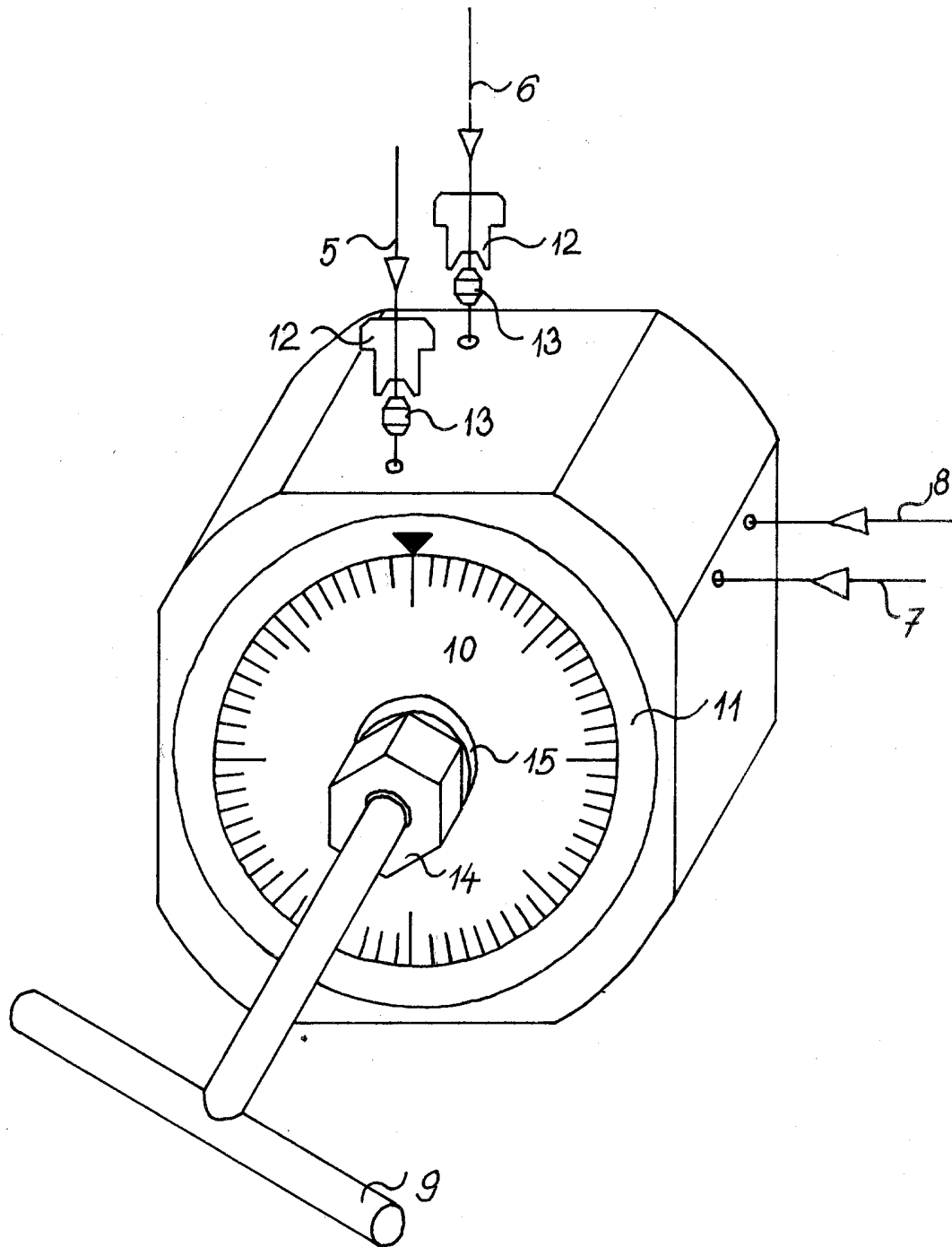


Obr. 4









OBR.12