ČESKOSLOVENSKÁ SOCIALISTICKÁ REPUBLIKA
( 19 )

ÚŘAD PRO VYNÁLEZY A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

203483
(11) (B1)

(51) Int. Cl.[3]
B 01 D 15/08

/22/ Přihlášeno 29 09 78
/21/ /PV 6310-78/

(40) Zveřejněno 30 06 80

(45) Vydáno 15 12 82

(75)
Autor vynálezu
BABKA JOSEF ing., JANČA JOSEF ing. CSc., ROSOL JAROSLAV ing.
a KÁLAL JAROSLAV prof. ing. DrSc., PRAHA

## (54) Poloautomatické nastřikovací zařízení



Vynález se týká poloautomatického nastřikovacího zařízení, použitelného s výhodou zejména pro kapalinovou chromatografii.

Nástřik vzorků do separačního systému kapalinových chromatografů se provádí buď ručně ovládanými nástřikovými prvky (u levnějších přístrojů), nebo je plně automatizován.

Cena plně automatizovaného nástřikového zařízení je však obvykle srovnatelná s cenou levnějších chromatografů. Poněvadž rozšíření metod kapalinové chromatografie, zvláště pak rychlé gelové permeační chromatografie a rychlé kapalinové chromatografie, je podmíněno automatizováním jednotlivých operací, mezi nimiž má zvláštní význam nástřik vzorků, hledají se levná kompromisní řešení mezi ručním a plně automatizovaným nástřikem.

Známá řešení pro automatizovaný nástřik vzorků lze rozdělit do dvou skupin. Do první skupiny patří systémy, skládající se z vícecestného rozváděcího ventilu a odpovídajícího počtu nástřikových smyček, předem naplněných vzorky. Vícecestným ventilem se smyčky postupně zapojují do proudu nosného média chromatografu. Při žádoucím větším počtu smyček narůstá nástřikovací zařízení do značných rozměrů, přičemž je konstrukčně i technologicky velmi obtížné docílit těsnosti rozváděcího ventilu.

Ve druhé skupině řešení se používá k nástřiku vzorků injekční stříkačky, která automaticky odebírá vzorky 2 ampulí, uložených na pohyblivém zásobníku. Nevýhodou těchto zařízení je velká složitost mechanismů, ovládajících zejména funkce injekční stříkačky.

Poloautomatické zařízení podle vynálezu umožňuje dosáhnout vysokého stupně automatizace nástřiku jednoduchými prostředky.

Podstata zařízení podle vynálezu spočívá v tom, že sestává z dávkovače, osazeného tlakovými zásobníky vzorků, z ovládače nástřiku se dvěma nástřikovými smyčkami a ze sběrné jímky, přičemž dávkovač je vytvořen ze dvou základních po své stykové ploše vzájemně posuvných těles, z nichž jedno těleso, nesoucí tlakové zásobníky, je opatřeno pod každým zásobníkem vyprazdňovacím kanálkem a druhé těleso dávkovače pouze jedním kanálkem, ústícím do propojovací trubice, vedené k ovladači nástřiku, pozůstávajícího opět ze dvou základních, po své stykové ploše posuvných těles, opatřených kanálky, ústícími do nástřikových smyček a napojenými na propojovací trubice k dávkovači, k výtlačnému potrubí čerpadla nosného média (rozpouštědla), k separačnímu systému chromatografu a ke sběrné jímce.

Ve výhodném provedení se stýkají základní tělesa dávkovače ve válcové ploše, přičemž vnitřní základní těleso dávkovače je opatřeno na svém vnějším povrchu šroubovou drážkou a sběrnou kruhovou drážkou, navazující na otvor ve vnějším základním tělese dávkovače. Tlakový zásobník vzorku je vytvořen injekční stříkačkou, opatřenou jednou nebo několika pružinami.

Výhodami poloautomatického zařízení podle vynálezu proti známým řešením pro podobné účely jsou především:

- malé rozměry a jednoduchá konstrukce zařízení, vhodného i pro moderní mikrokolonové chromatografy;

- možnost použití pouze dvou nástřikových smyček;

- možnost manipulace, tj. plnění, výměny, atd. tlakových zásobníků i v průběhu chromatografie bez narušení či zastavení, bez použití složitých mechanismů.

Zařízení podle vynálezu je schematicky znázorněno na obrázcích 1 až 7.

Na obr. 1 jsou schematicky znázorněny dávkovač I a ovladač nástřiku II. Na obr. 2 je znázorněn šesticestný kohout v příčném a na obr. 3 v podélném řezu. Obr. 4 představuje podélný a obr. 5 příčný řez dávkovačem; na obr. 6 je znázorněn osmicestný kohout ve dvou příčných řezech A-A a B-B a na obr. 7 v řezu podélném.

Zařízení podle vynálezu sestává ze dvou vzájemně propojených bloků, tj. z dávkovače I a ovladače nástřiku II, schematicky znázorněných na obr. 1. Dávkovač je vytvořen dvěma základními tělesy 1, 2, z nichž jedno, např. 2, koná vůči druhému tělesu, např. 1, přerušovaný pohyb ve směru šipky tak, že se v klidových polohách tělesa 2 nachází otvor 4 postupně pod každým z otvorů 3. Těleso 1 je opatřeno tlakovými zásobníky 5 měřeného vzorku, zaústěnými do otvorů 3. V klidové poloze tělesa 2 proudí vzorek otvory 3, 4 a trubicí 6 do ovladače nástřiku II.

Ovladač nástřiku II sestává opět ze dvou vzájemně posuvných těles 7, 8, vykonávajících vzájemně relativní přerušovaný kmitavý pohyb. Je-li např. těleso 8 v trvalém klidu, pohybuje se těleso 7 mezi levou a pravou klidovou polohou, ve kterých setrvává vždy stejnou pevně stanovenou dobu. Těleso 7 je opatřeno přívodními otvory 9, 10, výtokovými otvory 11, 12 a propojovacími kanálky 13, 14, 15, 16. V tělese 8 jsou vytvořeny otvory 17, 18, 19, 20, 21. Na obr. 1 je zakreslena pravá klidová poloha tělesa 7. Nastřikované médium proudí z trubice 6, otvory 9, 18 do nástřikové smyčky 22 a tlačí před sebou rozpouštědlo otvory 20, 11 do sběrné nádržky 23.

Současně se vytlačuje nastřikované médium ze smyčky 24 (naplněné v předchozí levé klidové poloze tělesa 7) otvorem 21, kanálkem 15, otvorem 12 a trubicí 25 do separačního systému chromatografu. Vzorek je vytlačován ze smyčky 24 nosným médiem, např. rozpouštědlem, přiváděným z výtlačné větve čerpadla chromatografu trubicí 26, otvorem 10, kanálkem 13 a otvorem 19. Jakmile skončí plnění smyčky 22 a vyprazdňování smyčky 24, přesune se těleso

7 do levé krajní polohy. Současně se přesune těleso 2 dávkovače I pod další tlakový zásobník 5, ze kterého proudí měřený vzorek do smyčky 24 otvory 3, 4, trubicí 6, otvory 9, 17, trubicí 27, otvory 16, 21 a tlačí před sebou nosné médium, např. rozpouštědlo, otvorem 19, kanálkem 14 a otvorem 11 do sběrné jímky 23. Ze smyčky 22 se vytlačuje vzorek účinkem nosného média, např. rozpouštědla, přicházejícího otvory 10, 18 do separačního systému chromatografu otvory 20, 12 a trubicí 25.

Popsaný děj se periodicky opakuje až do vyčerpání všech tlakových zásobníků 5 dávkovače I. Automatický cyklus nastřikovacího zařízení může pokračovat po opětovném naplnění tlakových zásobníků 5. Přitom toto naplnění může být provedeno kdykoliv v průběhu chromatografického procesu bez jeho přerušení.

Současné přesouvání těles dávkovače I a ovladače nástřiku II lze jednoduše řídit, např. společným časovým spínačem, nebo odvodit časové intervaly nástřiku z množství proteklého nosného média, např. rozpouštědla separačním systémem, což je pro většinu případů výhodnější. Objemové množství nosného média, např. rozpouštědla, se pak obvykle převede na sumu impulsů, které jsou odezvou na proteklé objemové elementy nosného média, např. rozpouštědla. Řídicí prvky, ovládající automatický cyklus nastřikovacího zařízení podle nastaveného počtu impulsů, jsou na trhu běžně dostupné.

Příklady provedení nastřikovacího zařízení podle vynálezu, které lze použít s výhodou zejména pro kapalinovou chromatografii, jsou patrné ze schematických nákresů na obr. 2 až 7.

Dávkovačem může být šesticestný kohout, znázorněný v příčném řezu na obr. 2 a v podélném řezu na obr. 3. Základními tělesy dávkovače jsou v tomto případě plášť 1 a jádro 2 kohoutu. Plášť 1 ve tvaru šestibokého přímého hranolu je opatřen po vnějším obvodě vyjímatelnými injekčními stříkačkami 5 s písty 27, zatíženými pružinami 28. Kuželové jádro 2 koná přerušovaný otočný pohyb stále ve stejném smyslu. V klidových polohách jádra 2 se jednotlivé injekční stříkačky postupně vyprazdňují kanálkem 3, kruhovou drážkou 4, otvorem 6 a trubicí 7 do příslušných smyček ovladače nástřiku. Jádro 2 může být poháněno např. krokovým motorem.

Jiné konstrukční provedení dávkovače, vhodné pro delší automatické cykly nastřikovacího zařízení, znázorňují obr. 4 a 5. Obr. 4 představuje podélný a obr. 5 příčný řez dávkovačem, sestávajícím z pláště 1, v němž je otočně uloženo válcové jádro 2, opatřené po obvodě spirálovou drážkou 3 a uprostřed kruhovou drážkou 4. Do pláště 1 je zasunuto 12 injekčních stříkaček 5, a to ve stejném provedení jako na obr. 2 a 3. Jádro 2 koná přerušovaný otočný pohyb ve smyslu podle šipek na obr. 4 a 5, a to vždy o 30°. V klidových polohách jádra 2 se injekční stříkačky postupně vyprazdňují. Měřený vzorek proudí spirálovou drážkou 3, kruhovou drážkou 4, otvorem 6 a trubicí 7 k ovladači nástřiku.

Ovladač nástřiku může být řešen jako osmicestný kohout. Na obr. 6 je nakreslen ve dvou příčných řezech A-A a B-B, na obr. 7 v podélném řezu. Funkci základních těles ovladače nástřiku vykonávají pevný plášť 8 a otočné jádro 9, kývající mezi dvěma klidovými polohami "a", "b" (viz obr. 7). Plášť 8 je opatřen přívodními otvory 10, 11, propojovacími otvory 12, 13, 14, 15 a výstupními otvory 16, 17. Na obvodě jádra 9 jsou provedeny 4 segmentové spojovací kanálky a to v rovině A-A kanálky 18, 19, v rovině B-B kanálky 20, 21. Obr. 6 a obr. 7 znázorňují jádro 9 v poloze "a", v níž proudí vzorek z dávkovače trubicí 7, otvorem 10, spojovacím kanálkem 13 do nástřikové smyčky 22 a vytlačuje před sebou rozpouštědlo otvorem 15, spojovacím kanálkem 21, otvorem 17, trubicí 23 do jímky 24. Současně je vytlačován vzorek ze smyčky 25 otvorem 12, spojovacím kanálkem 18, otvorem 16 a trubicí 26 do separačního systému chromatografie.

Tlačí je před sebou rozpouštědlo, přicházející z výtlačné větve čerpadla chromatografu trubicí 27, otvorem 11, spojovacím kanálkem 20 a vstupující otvorem 14 do smyčky 25.

Do klidové polohy "b" se dostane jádro 9 natočením o 90° ve směru šipky. Spojovací kanálky 18, 19, 20, 21 přejdou do polohy, vyznačené tečkovaně na obr. 6. Nyní proudí vzorek ze smyčky 22 otvorem 13, spojovacím kanálkem 18, otvorem 16 a trubicí 26 do separačního systému chromatografu účinkem rozpouštědla, vstupujícího trubicí 27, otvorem 11, spojovacím kanálkem 20 a otvorem 15 do smyčky 22. Současně se plní vzorkem smyčka 25, a to otvorem 10, spojovacím kanálkem 19 a otvorem 12. Vytlačované rozpouštědlo odchází otvorem 14, spojovacím kanálkem 21, otvorem 17 a trubicí 23 do jímky 24. Po ukončení nástřiku ze smyčky 25 se vrátí jádro znovu do polohy "a" a popsaný děj se periodicky opakuje.

Nástřik z jedné a současně plnění druhé smyčky měřeným vzorkem může nastat pouze v klidových polohách dávkovače a ovladače nástřiku, a to bez zřetele k časovému sledu, ve kterém tyto bloky klidové polohy zaujmou, i bez ohledu na dobu vzájemného opožďování bloků při dosahování klidových poloh. Tato skutečnost umožňuje jednoduchý elmotorický náhon pohyblivých základních těles dávkovače a ovladače nástřiku. Pro výše uvedené příklady provedení nastřikovacího zařízení podle vynálezu plně postačí připojit již zmíněný krokový motorek (u dávkovače) a stěračový motorek (u ovladače nástřiku) paralelně na společné řídicí relé.

Užití injekčních stříkaček se zatíženými písty k realizaci tlakových zásobníků měřených vzorků je výhodné nejen z ekonomických důvodů. Takovéto zásobníky se snadno a rychle plní, čistí a objemové změny nastřikovaného média jsou jednoduše proveditelné.

## P Ř E D M Ě T  V Y N Á L E Z U

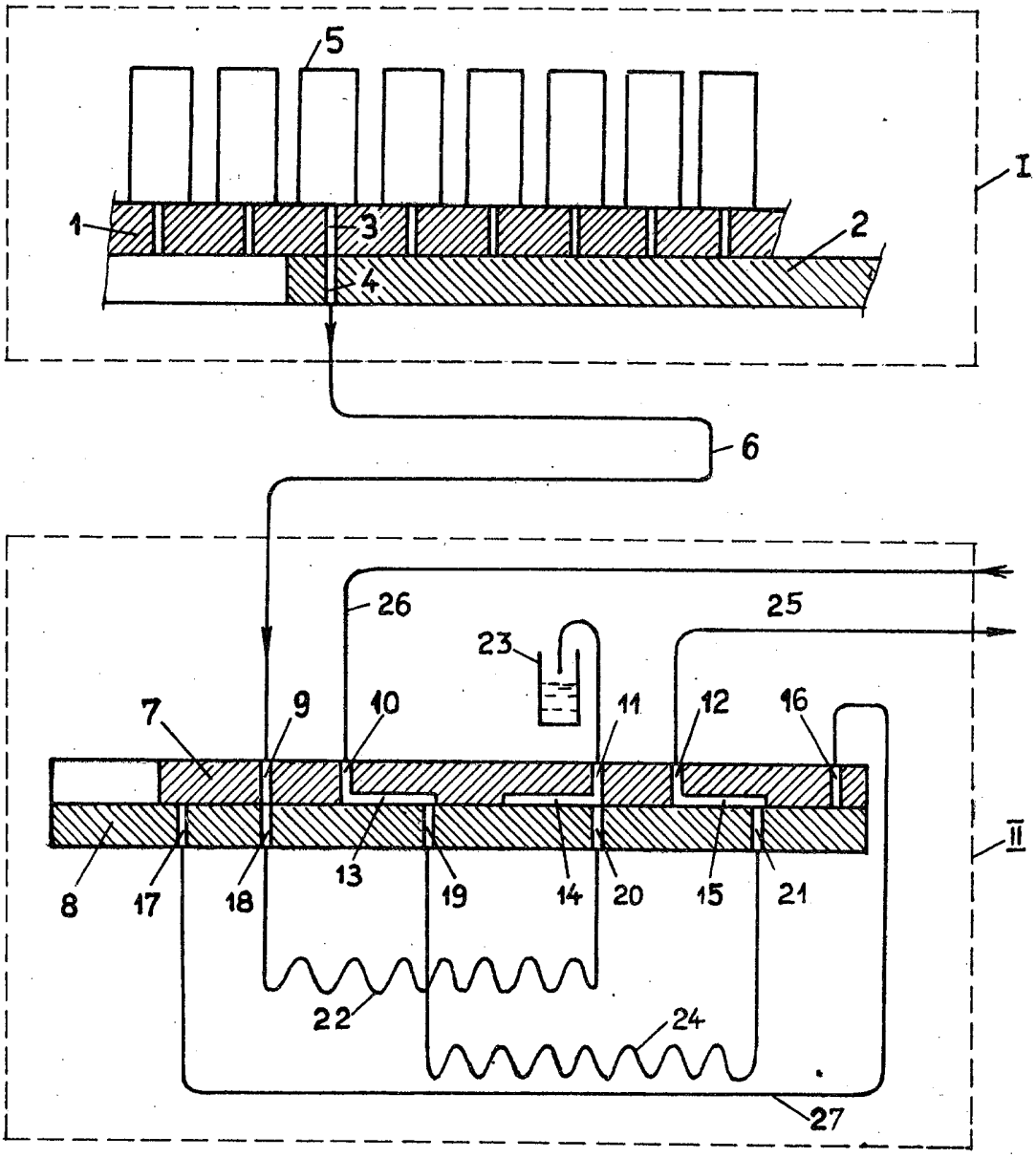
1. Poloautomatické nastřikovací zařízení vyznačené tím, že sestává z dávkovače (I), osazeného tlakovými zásobníky (5) měřených vzorků, z ovladače nástřiku (II) se dvěma nástřikovými smyčkami (22, 24) a ze sběrné jímky (23), přičemž dávkovač (I) je vytvořen ze dvou základních po své stykové ploše vzájemně posuvných těles, z nichž jedno těleso (1), nesoucí tlakové zásobníky (5), je opatřeno pod každým zásobníkem vyprazdňovacím kanálkem (3) a druhé těleso (2) dávkovače pouze jedním kanálkem (4), ústícím do propojovací trubice (6), vedené k ovladači nástřiku (II), pozůstávajícího ze dvou základních, po své stykové ploše posuvných těles (7, 8) opatřených kanálky (18, 19, 20, 21) ústícími do nástřikových smyček (22, 24) a napojenými na propojovací trubici (6) k dávkovači (I), trubici (26) k výtlačnému potrubí čerpadla nosného média, trubici (25) k separačnímu systému chromatografu a trubici ke sběrné jímce (23).

2. Poloautomatické nastřikovací zařízení podle bodu 1 vyznačené tím, že základní tělesa dávkovače se stýkají ve válcové ploše, přičemž vnitřní základní těleso (2) dávkovače je opatřeno na svém vnějším povrchu šroubovou drážkou (3) a sběrnou kruhovou drážkou (4), navazující na otvor (6) ve vnějším základním tělese (1) dávkovače.

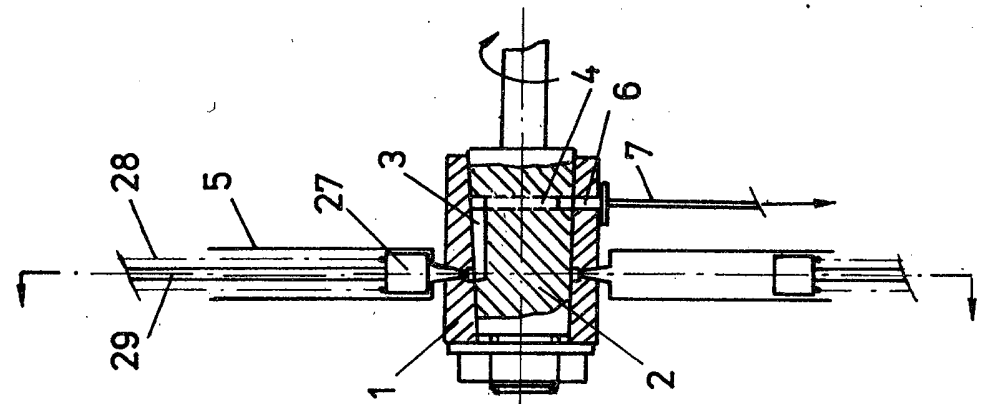
3. Poloautomatické nastřikovací zařízení podle bodů 1 a 2 vyznačené tím, že tlakové zásobníky (5) měřených vzorků jsou vytvořeny injekčními stříkačkami, z nichž každá je opatřena jednou nebo několika pružinami (28).

4 listy výkresů

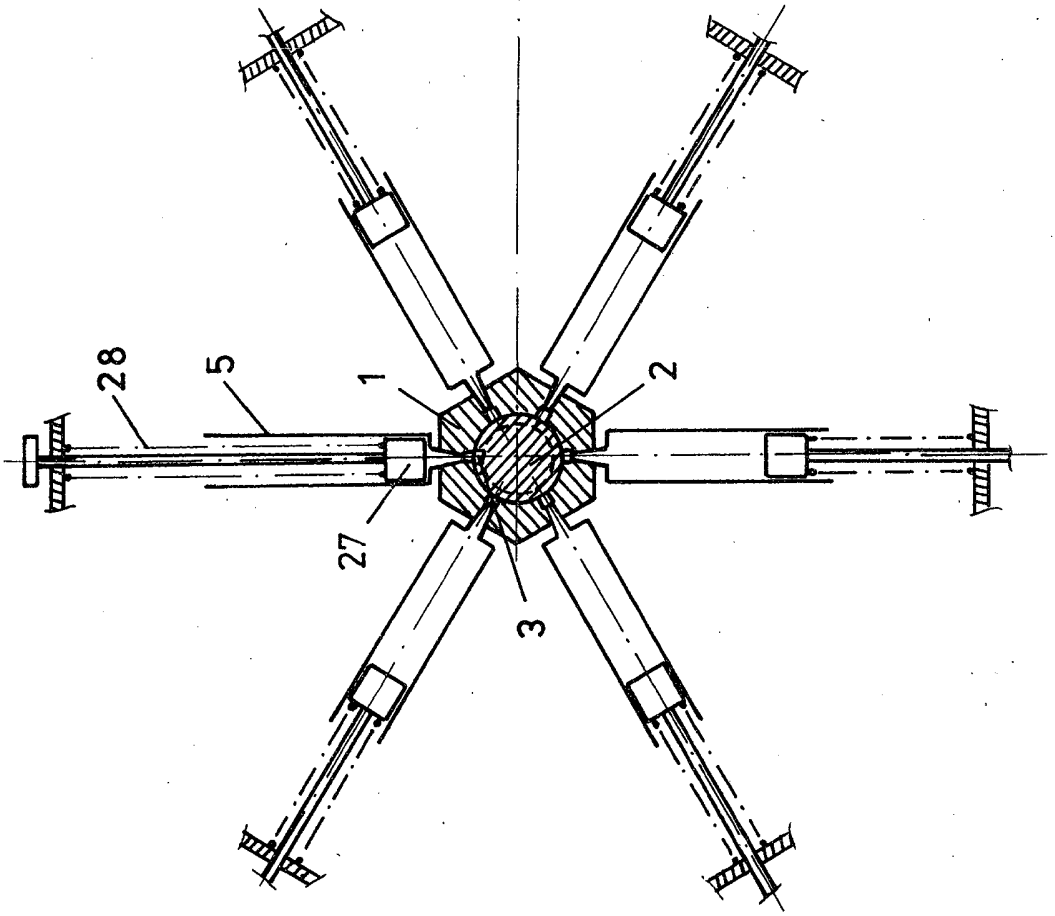
Severografia, n. p., závod 7, Most



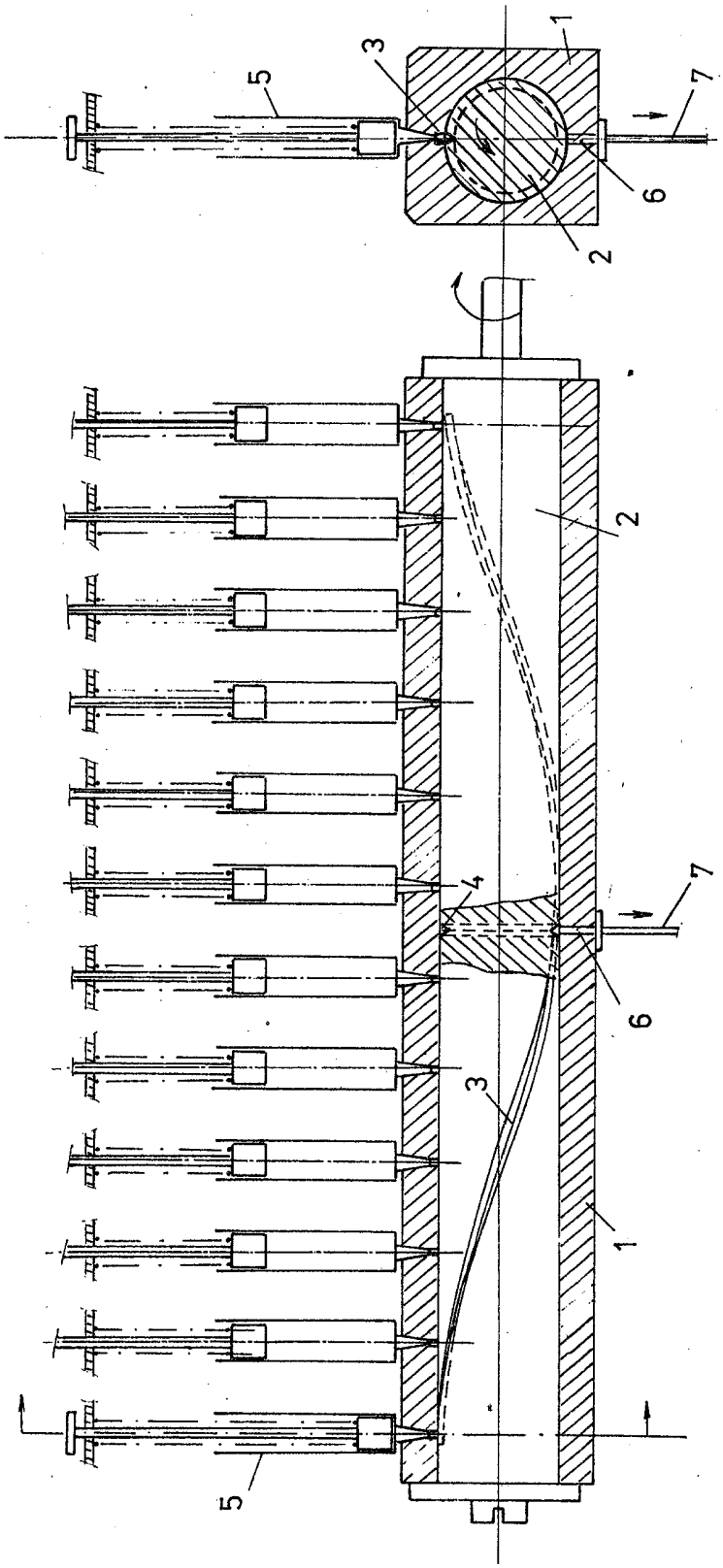

Obr. 1




Obr. 3

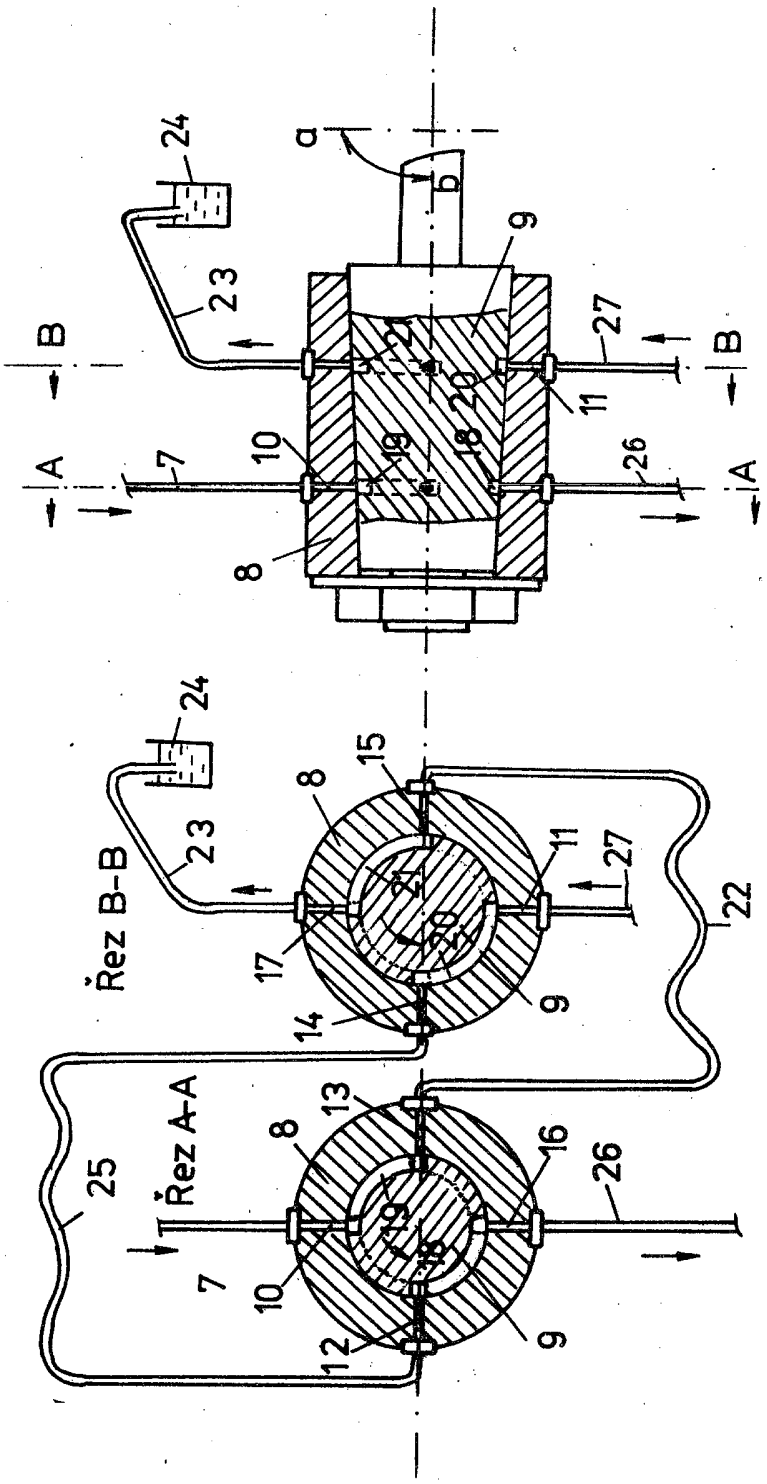



Obr. 2




Obr. 4

Obr. 5


Řez B-B
Řez A-A
a
b
A
B
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
22
23
24
25
26
27

Obr. 6

Obr. 7