



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

200 755

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 20 06 78
(21) PV 4034-78

(51) Int. Cl.³ B 01 D 15/08

(40) Zveřejněno 31 01 80
(45) Vydáno 01 02 83

(75)
Autor vynálezu

VOZKA STANISLAV RNDr.,
VOSLÁŘ JAROSLAV,
PORSCH BEDŘICH ing. CSc.,
ŘEŘICHA LADISLAV ing.,
KUBÍN MIROSLAV ing. CSc. a
ŠPAČEK PAVEL ing. CSc., PRAHA

(54) KOVOVÁ KOLONA PRO KAPALINOVOU CHROMATOGRAPHII

1

Vynález se týká kolony pro vysokoúčinnou kapalinovou chromatografii, vyrobené ze silnostěnné ocelové trubky a opatřené jednoduchou koncovkou, která zaručuje velmi malé rozmytí vzorku.

Prudký rozvoj vysokoúčinné kapalinové chromatografie v posledních letech vede i k vývoji nových typů chromatografických kolon, které jsou konstruovány tak, aby rozmytí analyzovaného vzorku na vstupu a výstupu kolony bylo co nejmenší. Jedině vhodně konstruované kolony dovolují dokonale využít vynikajících vlastností kolonových náplní.

Chromatografické kolony dostupné v současné době vesměs mají při použití ve vysokoúčinné kapalinové chromatografii řadu nevýhod. Používání kovových frit v koncovkách kolon vede ke zvýšenému rozmytí vzorků, tenkostěnné kovové trubky, které se snadno ohnou mohou vést ke zničení celé kolony, protože i malým ohnutím se naruší sloupec náplně, koncovky kolon jsou v některých případech ne zcela vyhovující pro tlaky řádově desítek MPa. Používání ne vždy homogeních kovových frit nebo složitých kombinací porézních materiálů /porézní teflon, skleněná vata atd./ může rovněž vést ke zvýšení rozmytí chromatografických zón a způsobuje potíže především při seriové výrobě plněných kolon, kdy je třeba, aby uložení elementů fixujících náplň bylo co nejdefinovanější.

Podstata kovové kolony pro chromatografii, sestávající ze silnostěnné trubky o síle stěny minimálně 1,5 mm a koncovek fixujících náplň kolony podle uvedeného vynálezu spočívá

200 755

v tom, že trubka je opatřena vnějšími závity a její konce mají průměr menší, než je malý průměr použitého závitu, koncovky jsou opatřeny vnitřním závitem, který končí vybráním, jehož průměr je volen tak, aby do něj suvně zapadal konec trubky, přičemž na obvodě čela koncovky je vybrání a v takto vzniklém komolém kuželi je napnuta síťka s otvory, kterými neprojdou zrna náplně, oddělující náplň od vstupních nebo výstupních otvorů a fixovaná těsnicím kroužkem z plastu.

Kolona navržená podle uvedeného vynálezu odstraňuje popsané nevýhody. Způsobuje minimální rozmytí vzorku, je mechanicky naprosto pevná a současně výrobně velmi jednoduchá vzhledem k tomu téměř neomezeně dlouho použitelná. Její celková jednoduchost se uplatní při výrobě, plnění i vlastním použití.

Na výkrese je na obr. 1 znázorněn jeden konec kolony podle vynálezu, na obr. 2 je zobrazena vlastní kolona, na obr. 3 je zobrazena koncovka pro připojení kolony k detektoru nebo k další koloně, na obr. 4 je znázorněna koncovka pro připojení kolony k nastřikovacímu zařízení a na obr. 5 je zobrazena část čela koncovky.

Jeden konec kolony podle vynálezu je schematicky zobrazen na obr. 1 a sestává ze silnostěnné trubky o síle stěny minimálně 1,5 mm a koncovek fixujících náplň kolony. Trubka 1 opatřena vnějšími závity 2 a její konce 3 mají průměr menší, než je malý průměr použitého závitu. Koncovky 4 jsou opatřeny vnitřním závitem 5, který končí vybráním 6. Na obvodě čela koncovky 10 je vybrání 7 a na takto vzniklém komolém kuželi je napnuta síťka s otvory, kterými neprojdou zrna náplně, oddělující náplň od vstupních nebo výstupních otvorů 8. Síťka je fixována kroužkem z plastu 9, na který dosedá konec kolony a který má zároveň funkci těsnění. Čelo koncovky musí být tvořeno komolým kuželem, ale rovněž průnikem dvou kuželů, takže mezi napnutou sítkou a otvorem je dutina. Tento způsob konstrukce je možno použít u kolon s velkým průměrem.

Na obr. 2 je schematicky znázorněna vlastní kolona, která sestává ze silnostěnné trubky 1, v jejímž středu jsou vyfrézované plošky 13 pro klíč. Trubka 1 je opatřena závity 2 a konci 3. Na obr. 3 je znázorněna koncovka pro připojení kolony k detektoru nebo k další koloně, opatřena vnitřním závitem 5, vnějším závitem 11, otvorem 8 pro zasunutí kapiláry a ploškami 12 pro klíč. Na obr. 4 je znázorněna koncovka pro připojení kolony k nastřikovacímu zařízení, která má vnitřní závit 5 pro spojení s kolonovou trubicí a vnitřní závit 14 pro připojení dávkovače. Na obr. 5 je znázorněna část čela koncovky 10 a úhel vybrání 7 pro zalisování těsnicího kroužku do čela koncovky 10.

Při první kompletaci kolony se do koncovky vloží síťka a pak kroužek z plastu /který může být libovolný, například čtvercový nebo kruhový průřez/ a nakonec se našroubuje trubka. Dosednutím okraje trubky na těsnicí kroužek a postupnou deformací tohoto kroužku dochází k napínání sítky. Tím se zabrání vzniku nežádoucích mrtvých objemů v koncovce. Při rozebrání kolony zůstává síťka i kroužek v koncovce a je možno tuto sestavu několikrát použít i při změně náplně kolony. Na druhé straně je možno ostrým předmětem kroužek i síťku z koncovky odstranit a nahradit jinými.

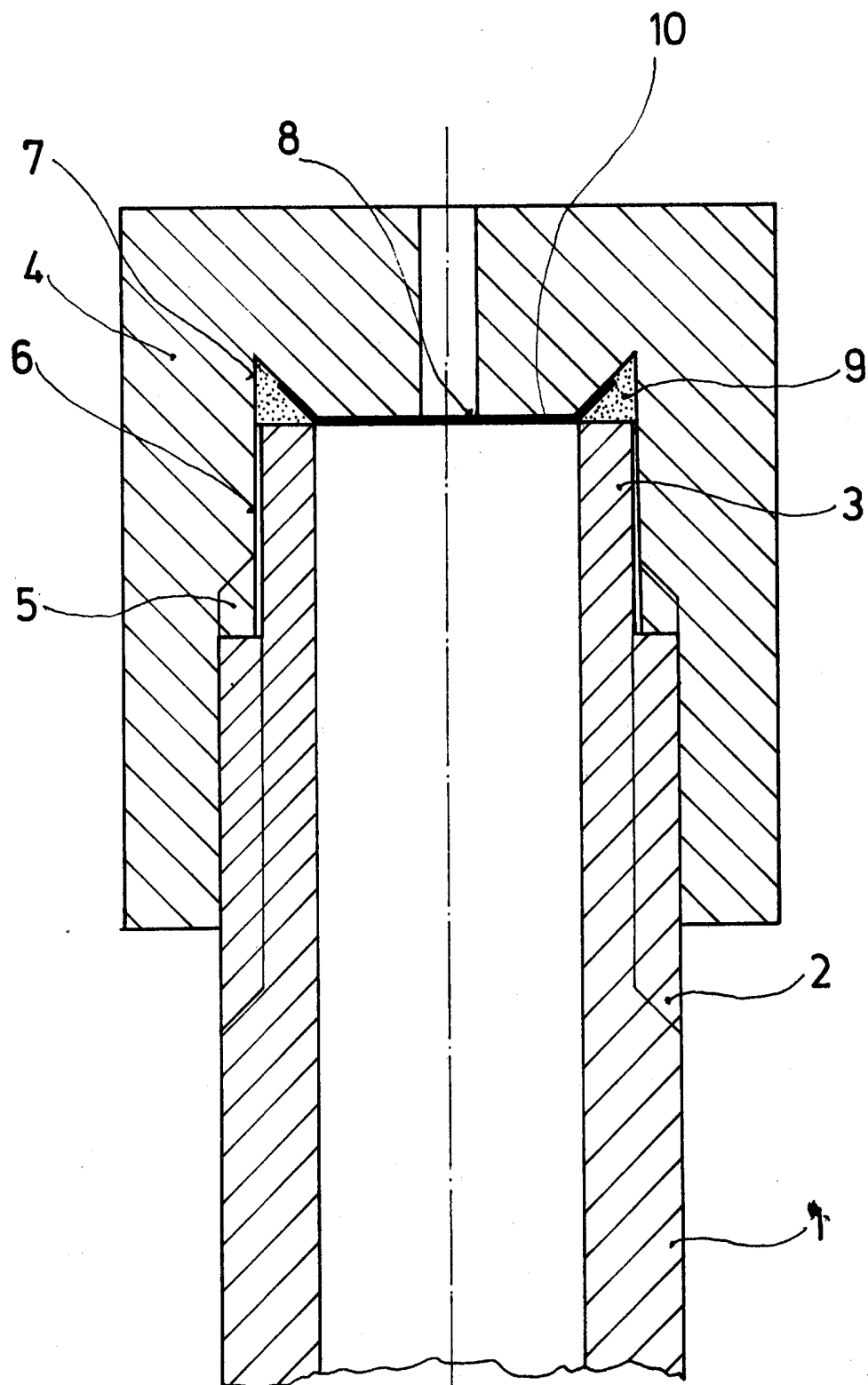
Příklad 1

Silnostěnná trubka kolony 1 /obr. 1/, nerezová, podle vynálezu byla vyrobena z trubky 10 x 2 mm a je vyobrazena na obr. 2. Trubka je opatřena závitem 2 /obr. 2- pro klíč č. 9. Vnitřní povrch trubky je broušen jemným brusným papírem a leštěn pastou. Kolona je opatřena koncovkami z nerezové oceli vyobrazenými na obr. 3 a obr. 4. Koncovka podle obr. 3 slouží pro připojení kolony k detektoru, nebo pro spojení s další kolonou. Je opatřena závitem 5 /obr. 3/ M 10 x 1 a čelo koncovky 10 /obr. 3/ je tvarováno podle obr. 5. Úhel, pod kterým je soustruženo /obr. 5/ vybrání 7 v čele koncovky, je 40° . Koncovka je dále opatřena vnějším závitem 11 /obr. 3/ M5 a otvorem 8 /obr. 3/ tak, aby do ní bylo možno zasunout nerezovou kapiláru o vnějším průměru 1,6 mm. Z vnější strany jsou na koncovce vyfrézovány plošky 12 /obr. 3/ pro klíč č. 12. Koncovka podle obr. 4 je určena pro připojení k nastříkovacímu zařízení, které vyrábějí Laboratorní přístroje n. p. Je prakticky stejná jako koncovka podle obr. 3, ale místo závitu 11 /obr. 3/ M 5 je na jejím konci vnitřní závit 14 /obr. 4/ M 8 x 1 pro připojení dávkovače. Pro oddělení náplně kolony bylo použito nerezových sítěk o střední velikosti oka 4 μ m. Těsnicí kroužky 9 /obr. 1/ byly vyrobeny z polytetrafluorethylenu. Kolona byla testována na těsnost dlouhodobě při tlaku 50 MPa. Kolona byla plněna sférickým silikagelem podle čs. autorského osvědčení č. 179 184 o zrnění 10 μ m. Kolona dlouhá 250 mm vykazovala 15 000 teoretických pater pro toluen v hexanu při rychlosti průtoku 1 ml/min.

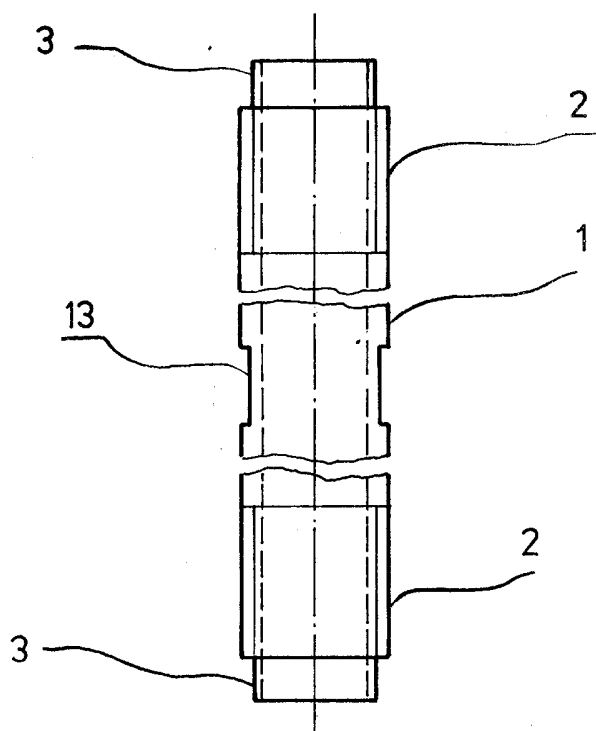
PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Kovová kolona pro kapalinovou chromatografii, sestávající ze silnostěnné trubky o síle stěny minimálně 1,5 mm opatřené na koncích závity a koncovek fixujících náplň kolony, vyznačená tím, že trubka /1/ opatřená vnějšími závity /2/, jejíž konce /3/ mají průměr menší, než je malý průměr použitého závitu, je opatřena koncovkami /4/ s vnitřním závitem /5/, který končí vybráním /6/, jehož průměr je volen tak, aby do něj suvně zapadal konec trubky /3/, přičemž na obvodě čela koncovky /10/ je vybrání /7/ a v takto vzniklém komolém kuželi je napnuta síťka s otvory, kterými neprojdou zrna náplně, oddělující náplň od vstupních nebo výstupních otvorů /8/ a fixovaná těsnicím kroužkem z plastu /9/.

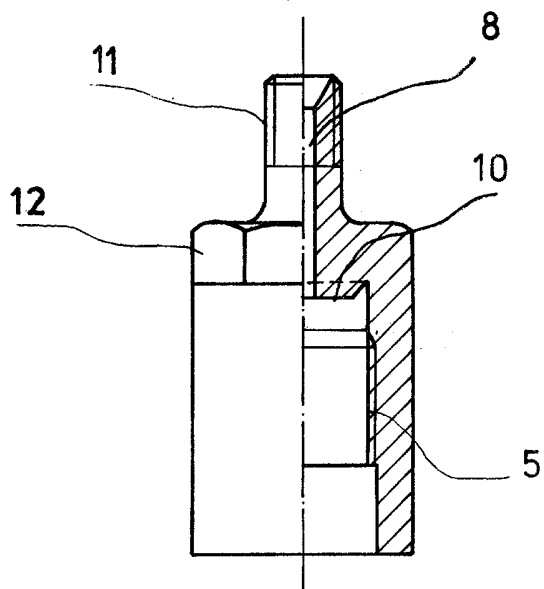
5 výkresů



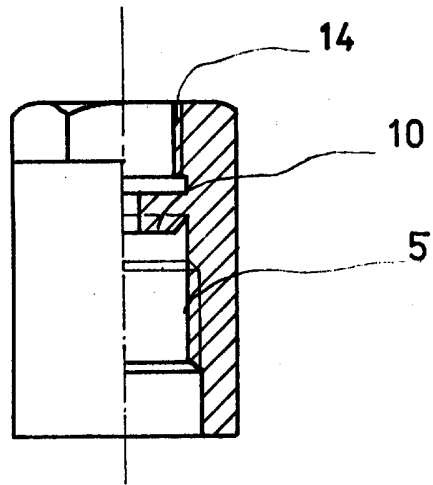
Obr. 1



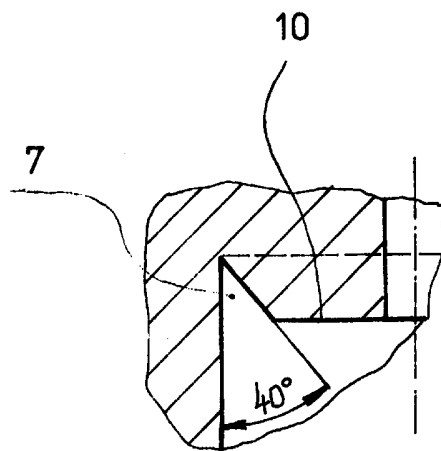
Obr. 2



Obr. 3



Obr. 4



Obr. 5