



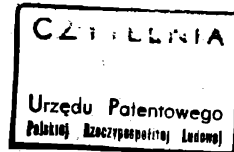
Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 80 11 21 (P. 228029)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 82 05 24

Opis patentowy opublikowano: 1986 02 10



Int. Cl.⁸

F16K 11/00

Twórcy wynalazku: Zdzisław Suprynowicz, Andrzej Nowak, Bogusław Buszewski, Alfons Stasiak, Roman Lodkowski

Uprawniony z patentu: Uniwersytet Marii Curie-Skłodowskiej, Lublin (Polska)

Zawór dozujący, zwłaszcza do kolumn w wysokosprawnej chromatografii cieczowej

1.

Przedmiotem wynalazku jest zawór dozujący, zwłaszcza do kolumn w wysokosprawnej chromatografii cieczowej oraz tam, gdzie wymagane jest dokładne dozowanie próbek do układu pomiarowego pod zwiększonym ciśnieniem.

Analiza jakościowa i ilościowa w wysokosprawnej chromatografii cieczowej w dużej mierze uzależniona jest od sposobu wprowadzania rozdzielanej próbki na kolumnę chromatograficzną, co ze względu na stosowanie wysokich ciśnień nie jest rzeczą łatwą, czego efektem jest mała odtwarzalność prowadzonej analizy.

Problem ten, szczególnie istotny w rutynowych pomiarach przemysłowych przy seryjnej analizie chromatograficznej rozwiązyany jest częściowo stosowaniem odpowiedniej konstrukcji zaworów dozujących umożliwiających bezciśnieniowe wprowadzanie próbki do zaworu a następnie nie zakłócając przepływu fazy ruchomej na kolumnę chromatograficzną.

Ze znanych układów wprowadzania próbek na kolumnę, wymienić należy układ bezpośredniego dozowania za pomocą mikrostrzykawki przy użyciu dozownika membranowego lub układ dozowania bezpośredniego na kolumnę również za pomocą mikrostrzykawki, przy użyciu dozownika typu „stop flow” z zatrzymaniem przepływu. Znane są także zawory dozujące posiadające mikrocelę o stałej objętości.

Niedogodnością układu składającego się z dozow-

2.

nika membranowego, przy użyciu mikrostrzykawki jest mała odtwarzalność wyników przy wysokich ciśnieniach, co ogranicza przydatność układu, zwłaszcza w analizie ilościowej. Przy stosowaniu podanego systemu, na skutek wprowadzania igły następować może także niszczenie struktury kolumny oraz rozkalibrowanie mikrostrzykawk.

Stosowanie dozowników typu „stop flow” odbywa się z niekorzystnym zatrzymaniem przepływu, co powoduje niepowtarzalność dozowania, a tym samym niepowtarzalność wyników analizy jakościowej i ilościowej. Zmiany spowodowane niestabilnością przepływu, powodowały także rozmywanie pasm chromatograficznych.

Stosunkowo najlepszym rozwiązaniem są zawory dozujące o stałej objętości mikroceli. Umożliwiają one bezciśnieniowe wprowadzenie próbki do mikroceli, a następnie zadozowanie na kolumnę bez zatrzymania przepływu. Użycie opisanego zaworu eliminowało dotychczasowe trudności dozowania, lecz stała pojemność mikroceli powodowała ograniczoną przydatność do różnych typów analiz. Zastosowanie w nim standardowego, stałego połączenia kolumn uniemożliwia stosowanie kolumn różnych typów.

Zawór dozujący według wynalazku nie posiada opisanych niedogodności, zaś jego stosowanie umożliwia bezciśnieniowe wprowadzenie próbek do petli dozującej bez zakłócenia przepływu fazy ruchomej.

Będący przedmiotem wynalazku zawór posiada część nieruchomą stanowiącą korpus oraz umieszczoną wewnątrz część ruchomą, przylegającą do siebie płaszczyznami, połączone korzystnie poprzez łożysko punktowe. W części nieruchomej wykonane są wyjęcia stanowiące mikrocele o, korzystnie jednakowej objętości, natomiast w części ruchomej wykonanych jest co najmniej sześć otworów, równomiernie i promieniowo rozmieszczonych na płaszczyźnie. Zakończenia wyjęć, korzystnie pokrywają się z dwoma sąsiednimi otworami, przy czym co najmniej dwa na przemian leżące otwory połączone są kanałem zamkniętym tworzącym pętlę, natomiast do pozostałych otworów doprowadzone są parami kanały wlotowe i wylotowe.

Załączony rysunek przedstawia przykład wykonania zaworu dwupołożeniowego, przy czym fig. 1, uwidacznia zawór w położeniu umożliwiającym bezciśnieniowe wprowadzenie analizowanej próbki do pętli dozującej, a fig. 2. przedstawia zawór w położeniu wprowadzenia analizowanej próbki z zaworu na kolumnę bez zakłócenia przepływu.

Jak uwidoczniono na fig. 1, kanał 1 dozowania przez mikrocelę 6, pętlę objętościową 3, mikrocelę 8 połączony jest z kanałem przelewowym 2. W tym położeniu odbywa się przepływ eluentu na kolumnę kanałem wprowadzania 5 poprzez mikrocelę 7 oraz kanał 4 łączący kolumnę z zaworem. W trakcie napełniania pętli objętościowej 3 następuje przelewanie się nadmiaru analizowanej próbki kanałem 2. Objętość wprowadzanej próbki stanowi sumę objętości kalibrowanej pętli 3 i mikroceli 6 o stałej i znanej objętości. Zmiany objętości wpro-

wadzanych próbek, w zależności od rodzaju procesu chromatograficznego dokonuje się przez wymianę kalibrowanej pętli 3. Wprowadzenie analizowanej próbki na kolumnę odbywa się przez przełączenie zaworu w pozycję uwidoczną na fig. 2. Następuje wówczas połączenie kanału wprowadzania fazy ruchomej 5 poprzez mikrocelę 6 z pętlą objętościową 3, mikrocelą 7 i kanałem 4 łączącym kolumnę z zaworem. Przepływający tą drogą eluent transportuje analizowaną próbkę w całości do kolumny chromatograficznej. W położeniu tym, w mikroceli 8 znajduje się niewykorzystana część, którą można wypłukać odpowiednim rozpuszczalnikiem, przez kanał 1 wprowadzania próbki.

Zastrzeżenie patentowe

Zawór dozujący, zwłaszcza do kolumn w wysokosprawnej chromatografii cieczowej posiadający część ruchomą i nieruchomą przylegającą do siebie płaszczyzną, **znamienny tym**, że w części nieruchomej wykonane są wyjęcia (6, 7, 8) tworzące mikrocele o korzystnie, jednakowej objętości, natomiast w części ruchomej wykonanych jest co najmniej sześć otworów, równomiernie i promieniowo rozmieszczonych na płaszczyźnie, przy czym zakończenia wyjęć (6, 7, 8), korzystnie pokrywają się z dwoma sąsiednimi otworami, a ponadto co najmniej dwa na przemian leżące otwory połączone są kanałem zamkniętym, tworząc pętlę objętościową (3), natomiast do pozostałych otworów doprowadzone są kanały wlotowe (1, 5) oraz wylotowe (2, 4).

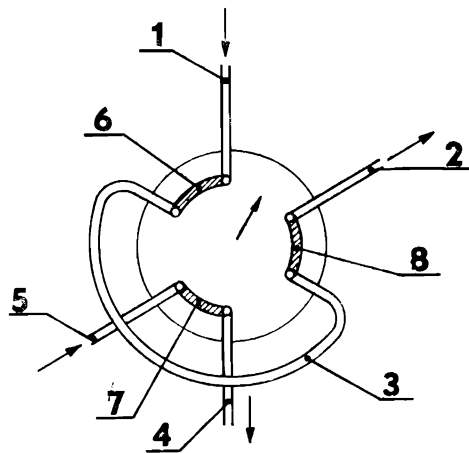


Fig.1

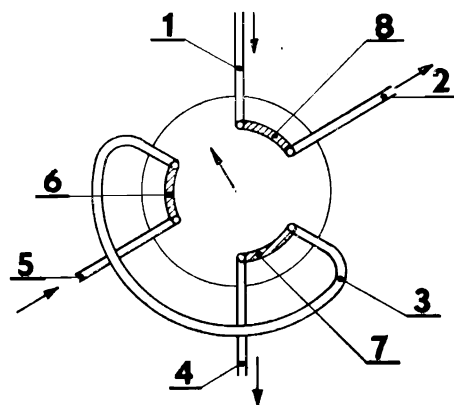


Fig.2