



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

195 043

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 25 04 77
(21) PV 2693-77

(51) Int. Cl.³ G. 01 N 31/08

(40) Zveřejněno 28 04 79
(45) Vydáno 01 2 82

(75)

Autor vynálezu SVOBODA VRATISLAV, ing., CSc. a KLEINMANN IMRICH, ing., CSc., PRAHA

(54) Skleněná kolona pro vysokotlakou kapalinovou chromatografii

1

Vynález se týká skleněné kolony pro vysokotlakou kapalinovou chromatografii s konstrukcí hlavy, umožňující zavedení vzorku na kolonu bez použití septa.

Dosud se při vysokotlaké kapalinové chromatografii používají převážně kovové kolony, zhotovené z nerezové oceli. Tyto kolony se vyznačují velkou pevností (pracovní tlak až do 61 MPa), avšak jejich vnitřní povrch je vždy mnohem drsnější než u skleněných kolon a kontrola stavu náplně je obtížná, protože jsou neprůhledné. Existující konstrukce skleněných kolon mají řadu nedostatků. Hlavice kolon bývají vyrobeny z umělých hmot, takže tyto kolony nemohou pracovat při vyšších tlacích. Při namáhání vyšším tlakem dochází totiž ke vzniku tak velkých sil, že za určitých okolností bývá překročena mez pevnosti materiálu hlavice. Obdobným nedostatkem trpí i skleněné kolony, které mají hlavice zhotovené z nerezové oceli, přilepené ke skleněné trubici. Spoj mezi kovem a sklem při tepelném namáhání je zdrojem napětí, které posléze vede k prasknutí skleněné trubice. Používají se také skleněné kolony, obklopené rozebíratelným kovovým pláštěm (např. konstrukce podle Stahla, DGBM 7 300 892, Patentamt München). Prostor mezi kolonou a pláštěm je naplněn eluentem, takže tlak uvnitř a vně skleněné trubky je stejný. Tyto kolony mohou pracovat při vysokých tlacích, ale při poklesu tlaku v koloně eluent z prostoru mezi pláštěm a kolonou protéká vnitřkem kolony a kromě toho vizuální kontrola stavu náplně je znemožněna kovovým pláštěm. Konstrukce uzávěru kolony pro chromatografii - zřejmě při nepřítliš zvýšeném tlaku - se tý-

ká i vynález chráněný čs. patentem č. 124 664; chrání uspořádání hlavice se zátkou s kuželovým vybráním a dále různá uspořádání přitlačných tvarovaných matic a podložek, resp. talířů, svírajících porézní těleso, a jejich různé modifikace.

Všechna popsaná uspořádání jsou však z hlediska vysokotlakové, vysoceúčinné chromatografie nevhodná, protože při toku eluentu v důsledku náhlých změn průřezu dochází k nepravidelnému proudění a při tom tato řešení nevylučují úplně vytvoření špatně promývaných prostorů, což vede k rozmývání píků a snižování účinnosti chromatografického dělení. Vedle toho jsou tímto vynálezem popsaná uspořádání značně složitá, výrobně drahá a v řadě modifikací neumožňují miniaturizaci. Zmíněný vynález se používá k odstranění mrtvých prostorů kuželově tvarované matice s vrcholem, směřujícím do náplně kolony, nebo naopak zátku s kuželovým vybráním, přičemž ale nedbá toho, aby kuželový otvor plynule přecházel do válcové stěny trubice a není postaráno o to, aby se zátka nedeformovala nebo neposunula ve směru osy trubice, do které je vložena. V této variantě se uvažuje jako filtrační element pouze volně vložená vata apod. Mimo to se dotyčný vynález vůbec nezabývá uzavěrem hlavy kolony, ať už septovým nebo bezseptovým, kterým by bylo možno zavádět vzorek na kolonu. To znamená, že se vzorek může zavádět výhradně prostřednictvím kapiláry, vedoucí do uzavěru kolony, což má opět nutně za následek rozmývání chromatografických píků. U jiných konstrukcí se sice řeší septový nebo bezseptový uzavěr hlavy kolony, avšak všechny zatím známé konstrukce jsou značně složitě a proto v provozu málo spolehlivé a při tom výrobně náročné.

Uvedené nevýhody odstraňuje vynález, jehož podstatou je to, že skleněná trubice s válcovým otvorem a se zesílenými konci a s nasazenými převlečnými maticemi je spojena s hlavicími, z nichž obě jsou opatřeny válcovitým ukončením, zasunutým do kolony, a toto válcovité ukončení je osově opatřeno otvorem pro přívod eluentu, na jeho vnějším povrchu potom je vytvořeno osazení a do mezikruží mezi tímto osazením a stěnami trubice je vsunuto jednoduché, tlakem deformovatelné, z vnějšku válcovité těsnění, které je opatřeno kuželovitým otvorem, rozšiřujícím se směrem dovnitř kolony, a v tomto těsnění je uložena buď kuželově vytvarovaná porézní pevná vložka nebo síťka. Působením tlaku zevnitř kolony při její normální funkci přilne těsnění vnějším válcovitým povrchem k vnitřní stěně skleněné chromatografické kolony a vytvoří tak plynulý přechod mezi kuželovým otvorem těsnění a stěnou kolony a proto eluent, proudící do kolony, postupuje pístovým tokem jednak porézni vložkou nebo sítkou a dále vlastním chromatografickým ložem, případně při výtoku z kolony v opačném pořadí, aniž by v kterémkoliv místě docházelo k vytvoření mrtvých, špatně vymývaných prostorů, vírů nebo k náhlé změně rychlosti eluentu v důsledku prudkých změn hydrodynamických průřezů nebo přechodu z přívodního kanálu do vlastního chromatografického lože. Protože vnější povrch těsnění je válcovitý právě tak jako vnitřní stěna trubice, nemůže dojít k zachycení části vzorku nebo eluentu mezi těsněním a stěnou trubice, jak tomu je v jiných známých konstrukcích.

Dále podstata vynálezu spočívá v tom, že v jedné z hlavíc, upevněné na koloně, je umístěn bezseptový uzavěr, který umožňuje bez propichování septa pomocí injekční stříkač-

ky zavádět do kolony vzorek tak, že čep, uzavírající kolonu a utěsněný pomocí deformovatelného těsnění z plastického materiálu, se po uvolnění šroubového sevření uvolní, je nahrazen jehlou injekční stříkačky a po zavedení se opačným postupem uzavře. Tím se vzorek umístí do těsné blízkosti chromatografického lože, aniž by bylo třeba používat septum mechanicky stále porušované propichováním.

Výhodami vynálezu je to, že umožňuje použití skleněné trubice ve spojení s hlavicemi z nerezové oceli pro vysokotlakou kapalinovou chromatografii, dále že spojení skleněné trubice a nerezovými hlavicemi je velmi jednoduché a spolehlivé ve srovnání s jinými konstrukčně složitějšími a tím pracnějšími spoji nebo méně spolehlivými lepenými spoji. Vynález odstraňuje všechny příčiny turbulencí při přechodu z přívodu eluentu do vlastního chromatografického lože a tím podstatně zvyšuje účinnost chromatografického dělení ve srovnání s dosud známými uspořádáními.

Další předností vynálezu je, že přímo v jedné z hlavic je umístěn bezseptový uzávěr s dlouhou životností, podmíněnou tím, že septum není třeba při každém zavádění vzorku propichovat. Zavedením vzorku do nejtěsnější blízkosti chromatografického lože se opět sníží ztráty na účinnosti, které jsou při jiném uspořádání na závažu. Kromě toho kolony lze snadno spojovat a tím vytvářet libovolné kombinace, přičemž mrtvý prostor zůstává stále velmi malý. Výrobní náklady jsou značně nižší než pořizovací cena obdobných kolon z nerezové oceli, výroba není náročná.

Vynález blíže objasní přiložený výkres, na němž je řezu nakreslena jedna varianta příkladného provedení.

Skleněná trubka 4 je na obou koncích opracována na přesný vnitřní průměr. Před konečným tvarováním konců trubice 4 se na ni navlečou matky 7 a podložky 6. Vnitřek kolony, obsahující vlastní chromatografické lože, je utěsněn z vnějšku válcovitým tlakem deformovatelným těsněním 2, zhotoveným s výhodou z teflonu, které se nasazuje do mezikruží mezi válcovou stěnou chromatografické trubice 4 a válcovitým ukončením hlavice 3, respo. 15, ve kterém je vytvořen otvor pro tok eluentu, do kteréhožto těsnění je upevněna kuželově vytvarovaná pevná vložka z porézního materiálu nebo síťka, přičemž kuželové povrchy vložky a těsnění na sebe dosedají a kuželový otvor těsnění se rozšiřuje směrem k rovině kolmé na osu kolony a půlíci na dvě části, přičemž vnější válcová plocha těsnění a vnitřní kuželová plocha se protínají, tvoříce jedinou kruhovou hranu. Úniku vody z pláště 8 zabraňuje těsnění kruhového průřezu 5 a 18. Teflonová podložka 19 zlepšuje montážní vlastnosti. Nerezová kapilára 12 je stlačena ve ferulce 13, jež se uchycuje v hlavicích 3 a 15 matkami 14 a 16. Bezseptový uzávěr je tvořen tlakem deformovatelným těsněním 2, šroubem 10 a čepem 11. Při nástřiku vzorku na kolonu se čep 11 vyjme a do otvoru v těsnění 2 vsuneme jehlu mikrostříkačky, utáhneme šroub 10 a zavedeme vzorek, potom opět vyjmeme jehlu a zasuneme čep 11, čímž je kolona připravena k provozu. Kolík 17 slouží k připevnění kolony ke stojanu. V některých zvláštních případech může být výhodné umístit bezseptový injektor do značné vzdálenosti od skleněné trubice 4. V tomto případě lze konstrukčně rozdělit

ním, a oba tyto celky propojit ohebnou ocelovou kapilárou. Kolona může pracovat při tlacích, které nepřevyšují 20 MPa, pokud se použije běžného sialového skla. Je použitelná pro analytické i preparační účely. Těsnění 2 bezseptového uzávěru se vyměňuje až po několika stech použití, zatímco ostatní části kolony mají prakticky neomezenou životnost.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Skleněná kolona pro vysokotlakou kapalinovou chromatografii, sestávající ze skleněné trubice s válcovým otvorem a dvou hlavice, které mají válcovité ukončení, opatřené otvorem pro tok eluentu, zasunuté do otvoru skleněné trubice, vyznačující se tím, že pevná porézní vložka nebo síťka (1) je uložena zvnějšku válcovitého deformovatelného těsnění (2), umístěného do mezikruží mezi válcovitým ukončením hlavice (3 nebo 15) a vnitřní stěnou skleněné trubice (4), opatřené kuželovitým otvorem, který se rozšiřuje směrem k rovině, kolmé na osu skleněné trubice (4) a půlí jí na dvě části tak, že v tomto směru končí těsnění (2) jedinou kruhovou hranou.
2. Skleněná kolona podle bodu 1, vyznačující se tím, že v hlavici (3) je vytvořen bezseptový uzávěr, tvořený deformovatelným těsněním (9), opatřeným vnějším kuželovým povrchem a osovým otvorem, do kterého zasahuje čep (11), přičemž těsnění (9) je upevněno mezi tělesem hlavice (3) a šroubem (10) s kuželovým vybráním, kterými prochází čep (11).
3. Skleněná kolona podle bodů 1 a 2, vyznačující se tím, že spoj mezi bezseptovým injektorem a válcovou částí hlavice (3) je proveden kapilárou (12).

1 výkres

