



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 17.09.75 (P. 183388)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 28.03.77

Opis patentowy opublikowano: 31.01.1979

MKP G01n 31/08

Int. Cl.²
G01N 31/08

Twórca wynalazku: Aleksander Janik

Uprawniony z patentu: Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej „Blachownia”, Kędzierzyn (Polska)

Kolumna chromatograficzna

1
Przedmiotem wynalazku jest kolumna chromatograficzna spełniająca jednocześnie rolę kolumn kapilarnych i kolumn z wypełnieniem, o wysokiej efektywności rozdzielania, pracująca przy małym gradientie ciśnienia.

Dotychczas w chromatografach gazowych stosowane są dwa typy kolumn, kolumny z wypełnieniem i kolumny kapilarne. Kolumny z wypełnieniem, najczęściej stosowane, są szklanymi lub metalowymi rurkami wypełnionymi adsorbentem, sitami molekularnymi lub fazą stacjonarną osadzoną na obojętnym nośniku. W kolumnach z wypełnieniem gaz nośny czyli faza ruchoma opływa ziarna wypełnienia, których kształt jest bardziej lub mniej zbliżony do kształtu kulistego. Przestrzeń pomiędzy ziarnami nie jest więc regularna i jednorodna z czym związany jest szereg zjawisk ujemnie wpływających na sprawność kolumny.

Zjawiska te były szczegółowo analizowane przez Van Deemtera, Giddingsa oraz ich współpracowników. Krytyczna analiza wspomnianych zjawisk dokonana przez Golaya skłoniła go do zaproponowania kolumn kapilarnych, w których faza stacjonarna osadzona jest na wewnętrznej ścianie kapilary i które to kolumny nie posiadają szeregu wad kolumn z wypełnieniem. Kolumny kapilarne mogą pracować przy bardzo małym gradientie ciśnienia, są znacznie dłuższe od kolumn z wypełnieniem i dzięki temu bardziej sprawne. Wadą tych kolumn jest konieczność dozowania bardzo

2
małych próbek rzędu 0,001—0,01 µl. Przyczyną tego jest mała ilość fazy stacjonarnej, którą można osadzić na wewnętrznych ściankach kapilary. Aby dozować tak małe ilości próbki koniecznym jest umieszczenie dzielnika strumienia za układem dozującym, który kieruje na kolumnę kapilarną tylko część zadozowanej próbki. Ze względu na małe ilości próbek, które mogą być rozdzielone przy pomocy kolumn kapilarnych, kolumny te wymagają użycia detektorów o bardzo małej pojemności i zwiększonej czułości w porównaniu z detektorami, które mogą być stosowane wraz z kolumnami z wypełnieniem. Najbardziej odpowiednim dla kolumn kapilarnych jest detektor płomieniowo-jonizacyjny.

15
Kolumny z wypełnieniem są łatwe do przygotowania i umożliwiają rozdzielanie próbek większych od 0,1 µl. Ze względu jednak na duży opór stawiany przepływającemu gazowi długość ich jest ograniczona a sprawność mniejsza od uzyskiwanej przy pomocy kolumn kapilarnych.

20
Krytyczne porównanie wad i zalet kolumn kapilarnych oraz kolumn z wypełnieniem prowadzi do wniosku, że rozdział chromatograficzny powinien być dokonywany w kapilarze i pożądanym byłoby, aby takich kapilar pracujących równolegle było możliwie dużo.

25
Istota wynalazku polega na wykonaniu kolumn chromatograficznych, dzięki utworzeniu układu wielu kapilar przez zastosowanie odpowiednio wy-

profilowanych kształtek, które stykając się z sobą tworzą układy wielu kapilar wzajemnie do siebie równoległych. Kolumna chromatograficzna według wynalazku posiada wiele przestrzeni kapilarnych utworzonych w wyniku zetknięcia się z sobą wyprofilowanych kształtek płaskich wykonanych w zależności od przeznaczenia kolumny z metalu, szkła lub tworzyw sztucznych. Wypełnienie kolumny mogą również stanowić ułożone równolegle obok siebie pręty o przekroju kolistym.

Wytworzone w wyniku połączenia wyprofilowanych kształtek lub prętów kanaliki kapilarne są do siebie równoległe i posiadają w zależności od konstrukcji stykających się elementów dowolne kształty przekroju.

Na załączonym rysunku przedstawione są przekroje poprzeczne przez kolumny chromatograficzne, których układy wielokapilarne uzyskano przez połączenie wyprofilowanych kształtek lub prętów, przy czym fig. 1, 2, 3, 4, 5, 6 obrazują przykładowe profile stykających się elementów oraz układy przedstawiające kształty kanalików uzyskane w wyniku połączenia tych elementów.

Kolumny chromatograficzne według wynalazku posiadają zalety zarówno kolumn kapilarnych jak i kolumn z wypełnieniem. Kolumny te mogą pracować przy małym gradiencie ciśnienia i być równie długie i sprawne jak stosowane dotychczas kolumny kapilarne. Kolumna wielokapilarna może zawierać dowolną ilość równoległe pracujących przestrzeni kapilarnych a zatem rozdzielowi mogą być poddawane próbki większe od 0,1 μ l. Eliminuje to konieczność stosowania wraz z kolumnami kapilarnymi dzielników strumienia oraz umożliwia wykorzystanie do detekcji rozdzielonych składni-

ków wszystkich detektorów, które są stosowane wraz z kolumnami z wypełnieniem. Kolumny wielokapilarne mogą być równie skutecznie stosowane w chromatografii preparatywnej jak i chromatografii analitycznej. Zwiększenie bowiem ilości kapilar nie pociąga za sobą żadnych skutków ujemnych takich, jak niejednakowa szybkość przepływu gazu na całym obszarze przekroju kolumny oraz powstawanie efektów tunelowych, które towarzyszą zwiększeniu średnicy kolumn preparatywnych z wypełnieniem.

W konstrukcji kolumn wielokapilarnych wykonanych z prętów można stosować różne metale, szkło lub tworzywa sztuczne. Ilość prętów i ich średnica dobierane są tak aby uzyskać żadaną wielkość tych kapilar. Pęk prętów lub kształtek tworzących kolumnę wielokapilarną uszczelniony jest z zewnątrz płaszczem metalowym, szklanym lub wykonanym z tworzywa.

Kolumny wielokapilarne utworzone z jednego, ale dowolnego rodzaju odpowiednio wyprofilowanych kształtek, z zewnątrz uszczelnione są płaszczem metalowym ściśle przylegającym do kształtek.

Zastrzeżenie patentowe

Kolumna chromatograficzna do celów analitycznych i preparatywnych, **znamienna tym**, że posiada układ wielu kapilar, utworzony przez zetknięcie z sobą szeregu odpowiednio wyprofilowanych płytek, korzystnie z wgłębieniami półkolistymi, wielokątnymi lub falistymi, względnie otrzymany przez połączenie prętów kolistych, przy czym kapilary dla danego układu o jednakowej długości ułożone są względem siebie równoległe.

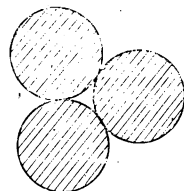


Fig1

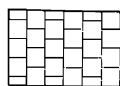


Fig2

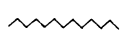


Fig3

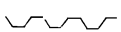
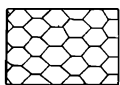


Fig4

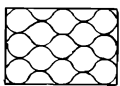


Fig5

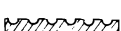
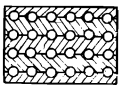


Fig6

Cena 45 zł