

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

235089
(11) (B2)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

(22) Přihlášeno 29 05 81
(21) [PV 3969-81]

(32) (31) (33) Právo přednosti od 03 06 80
(1388-80) Maďarská lidová republika

(40) Zveřejněno 31 08 84

(45) Vydáno 15 02 87

(51) Int. Cl.³
G 01 N 31/08

(72)
Autor vynálezu

TYHIÁK ERNŐ dr. dipl.-ing., BUDAPEŠŤ, MINCSOVICS EMIL dipl.-ing., SZENTEDRE, KÖRMENDI FERENC dipl.-ing., BUDAPEŠŤ, DIÓS SÁNDOR, BUDAKALÁSZ, HORVÁTH GYULA, KOZMA LÁSZLÓ, BORSOS JÁNOS, KALÁSZ HUBA dr., BUDAPEŠŤ, NAGY JÁNOS dr., SZENTENDRE, KISS JÁNOS dipl.-ing., BUDAPEŠŤ (MLR)

(73)
Majitel patentu

LABOR MŰSZERIPARI MŰVEK, ESZTERGOM (MLR)

(54) Zařízení pro lineární přetlakovou vrstvou chromaturafii

1

2

Vynález se týká zařízení pro lineární přetlakovou vrstvou chromaturafii, sestávajícího ze základní termostatické desky nesoucí sorbentovou vrstvu. Podstata vynálezu spočívá v tom, že nad krycí deskou připevnitelnou k základní termostatické desce a opatřenou membránou pro pružné uzavření sorbentové vrstvy shora je umístěn přívodní ventil tlakového média mezi membránou a krycí deskou (5), přičemž do krycí desky je vestavěn alespoň jeden kapilární přívod elučního činidla a alespoň jeden kapilární přívod vzorku, opatřený těsněním a dosedajícím na membránu.

Zařízením podle vynálezu je možno pomocí membrány, na niž se působí pneumaticky, hydraulicky nebo jiným způsobem vyvíjeným tlakem, chromatizovat na sorbentové vrstvě při nastavitelné teplotě v libovolné délce a šířce, v jednom nebo ve dvou směrech, za sucha nebo za mokra, izokraticky nebo s gradientem, v jednom nebo ve dvou rozměrech a též v přetokové technice.

Vynález se týká zařízení pro lineární přetlakovou vrstvou chromatografii obsahující základní termostatickou desku nesoucí sorbentovou vrstvu. Přístrojem je možno chromatografovat na uzavřené sorbentové vrstvě, na níž se působí prostřednictvím pružné desky pneumaticky, hydraulicky nebo jiným způsobem vyvíjeným tlakem při nastavitelné teplotě v libovolné délce a šířce, v jednom nebo ve dvou směrech, za sucha nebo za mokra, izokraticky nebo s gradientem, v jednom nebo ve dvou rozměrech a též v tak zvané přetokové technice.

Přetlaková vrstvou chromatografie je kapalinová chromatografická technika prováděná na uzavřených rovných plochách. Sorbentová vrstva je zcela uzavřena od vnějšku deskou, na níž se působí tlakem a mezi částice sorbentu se přivádí nuceně vhodným dávkovacím zařízením rozpouštědlo. Tato nejnovější forma kapalinové chromatografie na plochách má ve srovnání s klasickou vrstvou chromatografií řadu výhod spočívajících v tom, že doba průtoku je kratší a rozpouštění dokonalejší, přičemž je třeba méně rozpouštědla. Průběh procesu prováděný vazkými směsmi rozpouštědel je možno urychlit, a proces je možno sledovat zrakem, je možno použít agresivních reagentů a podobně. Mimoto má přetlaková vrstvou chromatografie všechny výhody vysokotlaké sloupcové chromatografie.

U přetlakové vrstvou chromatografie je dosud známá pouze kruhová přetlaková komora. Na jedné dolní desce přístroje vyrobeného z plexiskla, je umístěna hotová nebo natřená sorbentová vrstva s maximálními rozměry 200 × 200 mm. Na vrstvu sorbentu dosedá krycí deska z plexiskla, do níž jsou vestavěny konstrukční prvky, a to manometr, tlakové zařízení pro přívod vzorků, O-kroužek, do něhož je vsazena fólie z umělé hmoty, membrána z umělé hmoty a jsou v ní provedeny otvory pro přívod plynu a rozpouštědla s příslušnými pružnými spirálovými kovovými potrubími. Krycí deska je řádněripevňena a polštář je naplněn například dusíkem.

Pro všechny dosud známé variace chromatografie je charakteristické, že dráha, kterou protéká rozpouštědlo (z v cm), a čas, jehož je k tomu třeba (t v s), spolu souvisí rovnicí druhého stupně

$$\frac{z^2}{t} = k$$

v níže je konstanta rychlosti. To platí jak pro variantu s kruhovými kotouči a lineární variantu tak zvané HPTLC techniky, tak i pro zařízení pro přetlakovou vrstvou chromatografii s kruhovými kotouči. V posléze uvedeném případě není možno podél poloměru kruhu udržet konstantní rychlost rozpouštědla již ze zásadních důvodů.

U lineární varianty přetlakové vrstvou chromatografie lze dosáhnout předpokladu

pro dosažení dobrého vrstvou chromatografu, totiž konstantní rychlost proudění rozpouštědla, popřípadě lineárního čela rozpouštědla, pouze použitím vrstev, které jsou na okrajích uzavřeny a přívodem rozpouštědla pomocí drátu, položeného před místo vstupu rozpouštědla, nebo destičky nebo kanálu provedeného v sorbentové vrstvě.

U lineární přetlakové vrstvou chromatografie je tedy mezi průtočnou dráhou rozpouštědla (z v cm) a dobou, které je k tomu třeba (t v s) lineární vztah

$$\frac{z}{t} = k$$

kde

k je konstantou rychlosti, což znamená, že přetlaková vrstvou chromatografie poskytuje stejné poměry jako chromatografie sloupcová, což znamená, že jde o kvalitativně novou chromatografickou techniku. Z obou možných variant přetlakové vrstvou chromatografie, totiž kruhové lineární, má přednost vývoj chromatografie posléze uvedené, jelikož u ní lze očekávat technický pokrok ve směru činnějšího odlučování.

K lineární přetlakové vrstvou chromatografii je třeba speciálních desek sorbentu, jakož i zařízení (komory).

Dále vyvíjené zařízení je podle údajů o tomto zařízení vhodné pouze pro chromatografii prováděnou na poměrně krátkých drahách, ačkoli ze shora uvedené souvislosti prvního stupně je zřejmé, že rychlost proudění rozpouštědla zůstává i při větší vzdálenosti konstantní. Jelikož tedy, jak je obecně známo, teoretický počet pater a separační číslo stoupá proporciálně s průtokovou dráhou, je možno na delších drahách (například 30 až 100 cm) dosáhnout odloučení převyšujícího všechnu dosavadní techniku.

Ze základního principu přetlakové vrstvou chromatografie vyplývá, že stejně jako u sloupcové chromatografie s pevnou náplní se pracuje s vyloučením par rozpouštědla. To vede především v kapalinové nebo suché chromatografii (adsorpční chromatografie) u hojně užívaných průtočných prostředků obsahujících více složek k odměšování rozpouštědla, což v některých případech má za následek neuspokojivé odloučení, hromadění látek, které se mají od sebe na hranici pásem oddělit. U vysoce výkonné sloupcové chromatografie se v takovýchto případech sorbens předem upravuje. Lineární zařízení pro tento způsob úpravy není v současné době znám. Vývoj vhodného lineárního zařízení i pro mokré působení je též proto žádoucí, jelikož je možno procesy u vysoce výkonné sloupcové chromatografie modelovat a obou technik je možno použít současně pro účely analytické a nebo upravovací.

Cílem vynálezu je odstranění popsaných

nedostatků a konstrukce zařízení pro lineární přetlakovou vrstvou chromatografii, jímž je možno chromatografovat pomocí pružné desky na uzavřené sorbentové vrstvě, na niž se působí pneumatickým, hydraulickým nebo jinak vyvinutým tlakem při nastavitelné teplotě, v libovolné délce a šířce, v jednom nebo ve dvou směrech, suchým nebo mokřím způsobem, izokraticky nebo s gradientem, v jednom nebo ve dvou rozměrech a rovněž v tak zvané přetokové technice.

Vynález vychází z technicky odůvodněného poznatku, že v lineární přetlakové vrstvou chromatografii je průtočná rychlost rozpouštědla po celé délce vrstvy konstantní, což poskytuje možnost vyvíjení chromatografického procesu na delších drahách a tím i lepší odloučení složek.

Vynález dále vychází z poznatku, že škodlivé následky odměšování rozpouštědla mohou být odstraněny podobně jako je tomu u vysoce výkonné sloupcové chromatografie, předcházející úpravou rozpouštědly, popřípadě vzorky přiváděnými pod tlakem. To je současně předpokladem pro modelování odlučovacích procesů u vysoce výkonné sloupcové chromatografie. Dále se zjistilo, že je možno chromatografovat v jednom nebo ve dvou směrech, použije-li se vrstev sorbentů, které jsou uzavřeny jen na příslušných stranách a že chromatografický přístroj obsahuje systém otvorů, jichž lze použít k přívodu rozpouštědla podle potřeby. Konečně se poznalo, že nastavením teploty vrstvy sorbentu, odchylující se od normálu směrem dolů nebo nahoru, je možno zlepšit přesnost odloučení.

Vynálezem je tedy zařízení pro lineární přetlakovou vrstvou chromatografii obsahující základní termostatickou desku nesoucí vrstvu sorbentu. Při konstrukci zařízení podle vynálezu se teoreticky využívá prokázané souvislosti mezi teoretickým počtem pater (počtem odloučení) s dráhou, kterou proteče rozpouštědlo, a je proto možno zkonstruovat zařízení vhodné i pro dlouhé dráhy. Pro mokřím způsob je zařízení vybaveno dávkovacím ústrojím vhodným pro variační přívod rozpouštědla. Vestavěním tepelného regulátoru se získává možnost regulace teploty sorbentové vrstvy a tím i pracovní teploty.

Podstatou vynálezu je, že nad krycí deskou, připevnitelnou k základní termostatické desce a opatřenou membránou pro pružné uzavření sorbentové vrstvy shora je umístěn přívodní ventil tlakového média mezi membránou a krycí deskou, přičemž do krycí desky je vestavěn, těsněním opatřen a na membránu dosedající, nejméně jeden kapilární přívod elučního činidla a nejméně jeden kapilární přívod vzorku.

Vynález je blíže vysvětlen na příkladech provedení znázorněných na připojených výkresech, kde značí obr. 1 řez zařízením podle vynálezu, obr. 2 řez kapilárními přívody

elučních činidel, obr. 2a, b, c, další provedení kapilárních přívodů v řezu a v pohledu shora, obr. 3 zařízení pro podávání vzorků, obr. 4a, b, c, rozmanité možnosti pro podávání vzorků a elučních činidel.

Sorbentová vrstva 1 spočívá na základní termostatické desce 2. Základní termostatická deska 2 může být spojena nástavcem 3 ultratermostatem. Membrána 4 základní termostatické desky 2 přitlačující sorbentovou vrstvu 1, je připevněna na krycí desce 5 z umělé hmoty nebo ze skla. Na membránu 4 jsou napojeny kapilární přívody 6 vzorku a kapilární přívody 7 elučního činidla. Kapilární přívody 6, 7 jsou vestavěny do krycí desky 5 s těsněními 8 od volného prostoru.

Základní termostatická deska 2 a krycí deska 5 jsou k sobě přitlačovány patentním uzavěrem 9. Tlakové médium 10 (kapalina nebo plyn), nacházející se mezi membránou 4 a krycí deskou 5, se přivádí přívodním ventilem 11. Tlakové poměry indikuje manometr 12. Pružný polštář, vytvořený na jedné straně krycí desky 5, uzavírá bezprostředně sorbentovou vrstvu 1. Přitlačná síla závisí na výši tlaku.

Těsnění 8 kapilárních přívodů 6, 7 umožňuje pohyb membrány 4, popřípadě kapilárních přívodů 6, 7 tak, že je zajištěno utěsnění tlakového média 10.

Kapilární přívod 6 (obr. 2) elučního činidla je napojeno kuželem na membránu 4. Těsnosti se dosahuje podložkou a maticí 14 opatřenou závitem.

Eluční činidlo se přivádí kanálem 15 provedeným v sorbentové vrstvě 1, je však též možno položit na sorbentovou vrstvu 1 distanční kus 17. V tomto případě vstupuje kapalina do sorbentu kanálem 18 vznikajícím mezi distančním kusem 17 a membránou 4.

Nejprve se naplní kanál 15, popřípadě kanál 18 a zvýšením tlaku začne v sorbentové vrstvě 1 na její straně uzavřené impregnací 19 lineární proudění ve směru označeném šipkami.

Kapilární přívod 7 (obr. 3) vzorku leží bezprostředně na sorbentové vrstvě 1. Vzorek přivedený přetlakem se vtlačuje do sorbentové vrstvy 1. Vzorek se může přivádět buď do suché sorbentové vrstvy 1, nebo do sorbentové vrstvy 1 navlhčené předem elučním činidlem. Přetlak při přívodu vzorku závisí na velikosti tlaku v tlakovém médiu 10, na velikosti částic sorbentu a na poměrech vazkosti.

Na obr. 4a, b, c, jsou znázorněny rozmanité varianty přívodu vzorků.

U jednosměrné chromatografie eluční činidlo vstupující z kapilárního přívodu 6 do sorbentu kanálem 15 uvede složky dříve přivedených vzorků 20 do pohybu v jednom směru (obr. 4a).

U dvousměrné chromatografie eluční činidlo přivedené z kapilárního přívodu 6 do sorbentu kanálem 15 dopravuje složky vzor-

ků **20** přivedených ve větším počtu lineárně ve dvou směrech (obr. 4b).

U jednosměrné chromatografie s tlakovým přívodem vzorků prosakuje eluční činidlo přiváděné kapilárním přípojem **6** kanálem **15** i popřípadě propírá sorbentovou vrstvu **1**. Vzorek **20** se přivádí kapilárním přípojem **7**. Proudění elučního činidla dopravuje vzorek lineárně v jednom směru (obr. 4c).

U dvoustranné chromatografie s tlakovým přívodem vzorků prosakuje eluční činidlo přiváděné kapilárním přípojem **6** sorbens ve dvou směrech. Vzorky **20** pronikají do

sorbentové vrstvy **1** kapilárními přípoji **7** uspořádanými ve dvou řadách; proudění elučního činidla dopravuje vzorky lineárně ve dvou směrech.

Čelo elučního činidla je možno sledovat přes průhlednou krycí desku. Pohyb složek elučního činidla je možno pozorovat v případě barevných sloučenin bezprostředně, v případě bezbarvých sloučenin pomocí značkovacích barviv.

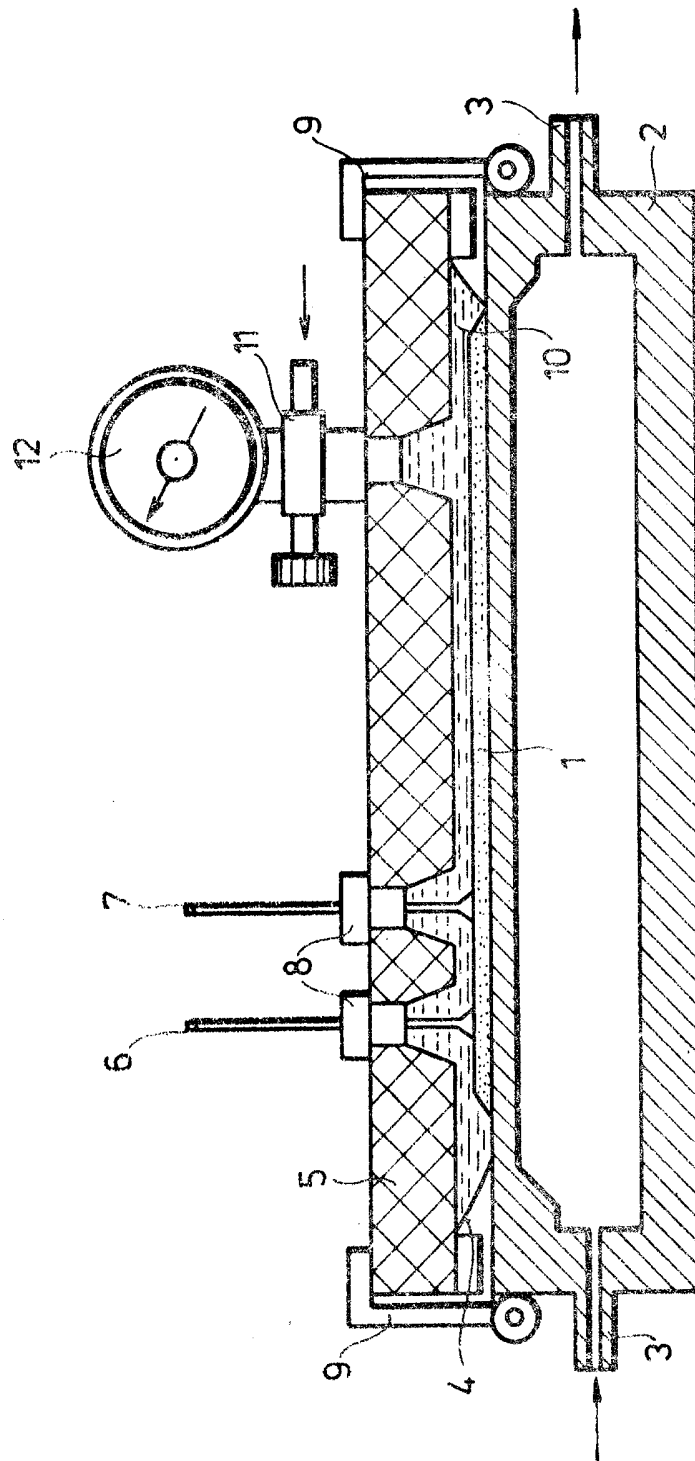
Vyhodnocení chromatografu se provádí obvyklým způsobem, jakým se provádí vyhodnocení vrstevných chromatografů.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

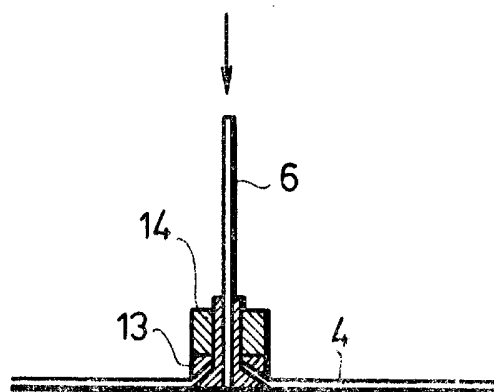
Zařízení pro lineární přetlakovou vrstvou chromatografii, obsahující základní desku se sorbentovou vrstvou, vyznačující se tím, že nad krycí deskou (5) připevnitelnou k základní termostatické desce (2) a opatřenou membránou (4) pro pružné uzavření sorbentové vrstvy (1) shora je umístěn

přívodní ventil (11) tlakového média mezi membránou (4) a krycí deskou (5), přičemž do krycí desky (5) je vestavěn alespoň jeden kapilární přívod (6) elučního činidla a alespoň jeden kapilární přívod (7) vzorku, opatřené těsněními (8) a dosedající na membránu (4).

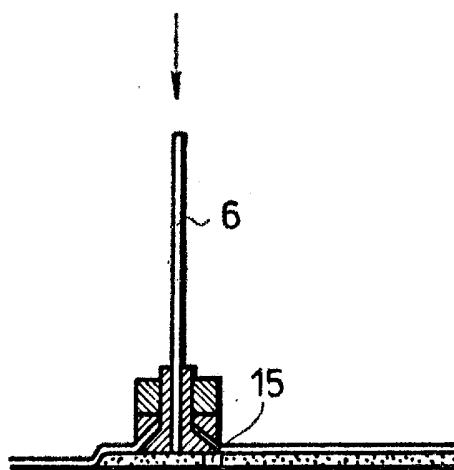
4 listy výkresů



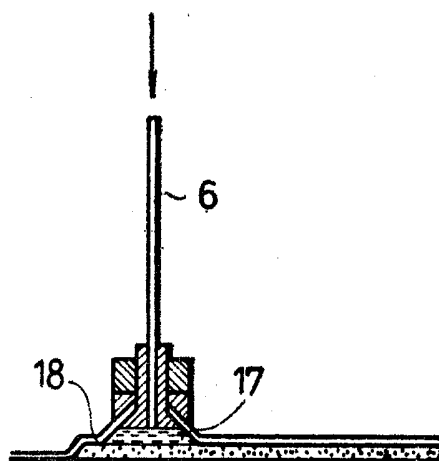
Obr. 1



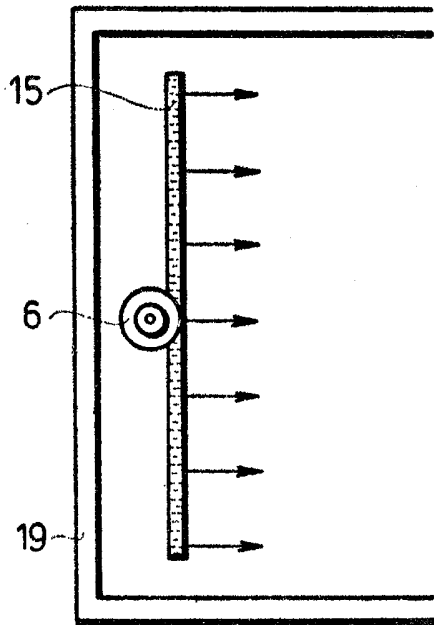
Obr. 2



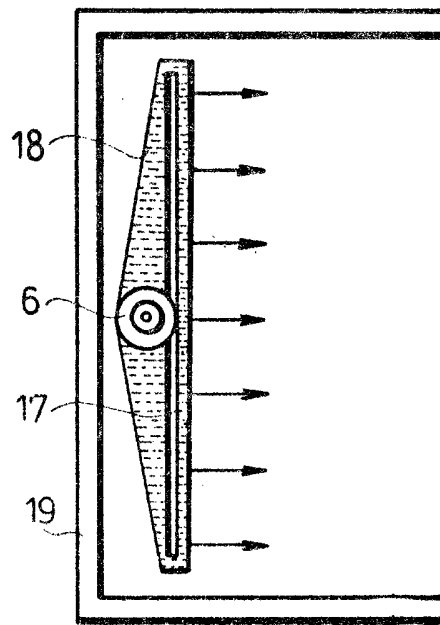
Obr. 2 c



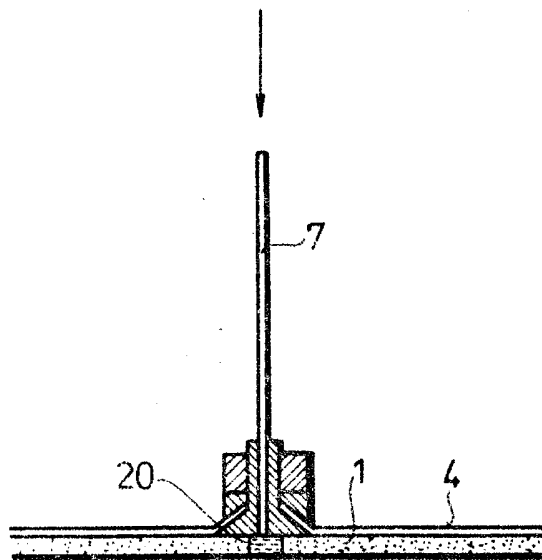
Obr. 2 d



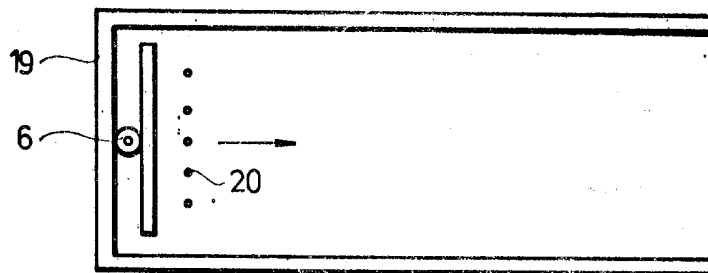
Obr. 2 a



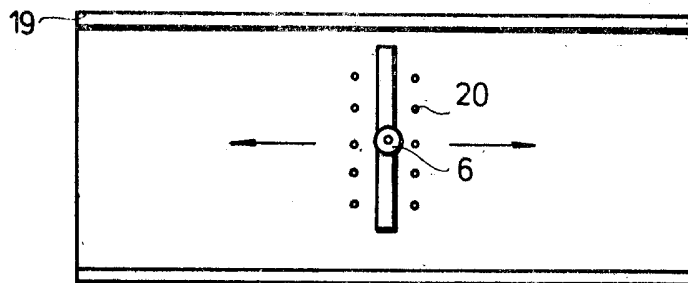
Obr. b



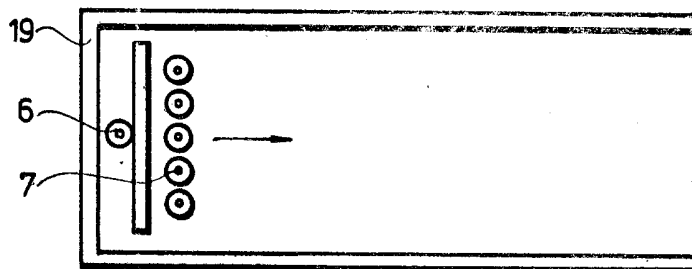
Obr. 3



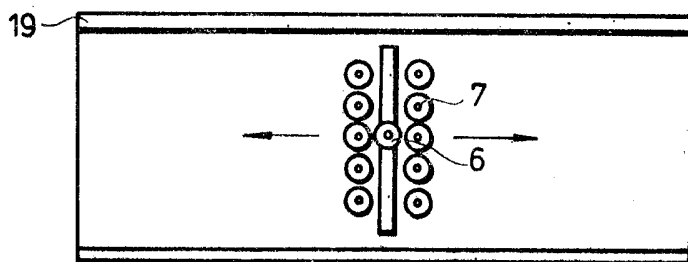
Obr. 4 a



Obr. 4 b



Obr. 4 c



Obr. 4 d