



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU 215 759

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

(11) (B 1)

(51) Int. Cl. G 01 N 31/08

(61)

(23) Výstavná priorita

(22) Prihlášené 18 11 80

(21) PV 7804-80

(40) Zverejnené 30 11 81

(45) Vydané 15 10 84

(75)

Autor vynálezu HRIVNÁK JÁN ing., CSc., BRATISLAVA

(54) Zariadenie na odstraňovanie prchavých zložiek uvoľňovaných septom dávkovacieho priestoru plynového chromatografu

Vynález sa týka zariadenia na odstraňovanie prchavých zložiek uvoľňovaných septom z dávkovacieho priestoru plynového chromatografu.

Zariadenie podľa vynálezu pozostáva z uzáveru, nasunutého na injekčný blok, do ktorého je vsunutý valček s vertikálnym vrтанím a septum, ktoré je utesnené podložkou, pričom uzáver je opatrený centrálnym umiesteným otvorom, do ktorého je vsunutá kapilára, zhotovená s výhodou z injekčnej ihly.

Zariadenie sa používa v plynovej chromatografii pri dávkovaní vzoriek.

Vynález sa týka zariadenia na odstraňovanie prchavých zložiek uvoľňovaných septom z dávkovacieho priestoru plynových chromatografu.

V plynovej chromatografii dávkovanie vzorky najčastejšie prebieha tak, že vzorka /alebo jej roztok/ sa nasaje do mikroinjekčnej striekačky a po prepíchnutí septa injekčného bloku sa jej obsah prudkým zmačknutím piesta vyprázdni. Po vytiahnutí ihly sa otvor v septe, pretože je z elastického materiálu, automaticky uzavrie. Jedno septum je možné použiť pre 50 až 100 dávok.

Zvýšenie životnosti septa sa dá dosiahnuť tak, že septum sa opatrí tenkým otvorom, napríklad pomocou korkovrtu zhotoveného z injecknej ihly, ktorá slúži na dávkovanie. Tento otvor, pretože je pod tlakom uzáveru injekčného bloku, je plynotesný.

Keď sa potom dávkuje vždy do toho istého otvoru, je možné predĺžiť životnosť septa na niekoľko sto dávok. Dôležité je pritom použiť ihlu s tupým hrotom, aby neodchádzalo ku kontamináciám dávkovacieho priestoru časticami septa, ktoré by mohli zapríčiniť vznik ďalších rušivých vln na chromatogramoch.

Ďalším problémom okrem mechanických vlastností septa je jeho termická stabilita. Vyhriatie septa na teploty vyššie ako 200°C obyčajne spôsobuje nekontrolovateľné pozvolné unikanie prchavých zložiek do dávkovacieho priestoru, ktoré najmä pri stopových analýzách a pri programovaní teploty kolóny môžu úplne znemožniť analýzu. Ide o zložky, ktoré ostali v depolymerizácii. Množstvo uvoľnených látok závisí nielen od teploty, ale aj od kvality materiálu použitého na výrobu septa, ďalej od spôsobu výroby a od exponovanej plochy. Za izotermálnych podmienok sa obyčajne tieto zložky na chromatogramoch neobjavujú, ale pri použití programovania teploty chromatografickej kolóny sa zachytia na začiatku kolóny a ako teplota stúpa, sú postupne z kolóny uvoľňované a registrované ako desiatky elučných vln, ktoré môžu byť mylne pokladané za zložky prítomné vo vzorke. Preto pri stopových analýzách keď sa pracuje pri vysokých citlivostiach a pri programovaní teploty kolóny je potrebné poznať vplyv pozadia, napr. dávkovaním samotného nosného plynu, prípadne rozpúšťadla a pod.

Problém odstraňovania rušivých vln pochádzajúcich zo septa sa u novších prístrojov rieši tak, že injekčné bloky sú vybavené deličmi, ktoré odvádzajú časť nosného plynu s obsahom nežiadúcich zložiek mimo dávkovací priestor. Známe sú tiež dávkovacie zariadenia bez septa, alebo v poslednom období použitie kohúta namiesto septa. Tieto zariadenia sú pomerne nákladné a nemajú univerzálne použitie. Taktiež septá zhotovené z kvalitnejších materiálov, ktoré sice znášajú vyššie teploty ako 200°C nie sú konečným riešením, pretože ani v tých prípadoch nie je možné úplne vylúčiť rušivé vlny vznikajúce napríklad pamäťovým efektom a podobne.

Uvedené nedostatky sú odstránené u zariadenia podľa vynálezu, slúžiaceho na odstraňovanie prchavých zložiek uvoľňovaných septom z dávkovacieho priestoru plynového chromatografu, ktorého podstata je v tom, že pozostáva z uzáveru, nasunutého na injekčný blok, do ktorého je vsunutý válčok s vertikálnym vrtaním a septum, ktoré je utesnené podložkou, pričom uzáver je opatrený centrálnym umiestneným otvorom pre dávkovanie vzorky a šikmo umiestneným otvorom, do ktorého je vsunutá kapilára, zhotovená s výhodou z injecknej ihly.

Zariadenie pracuje tým spôsobom, že nežiadúce zložky uvoľňované septom sú odvádzané

kapilárrou mimo dávkovací priestor plynového chromatografu, pričom válček s tenkým vrtáním zamedzuje ich vniknutia do kolóny plynového chromatografu.

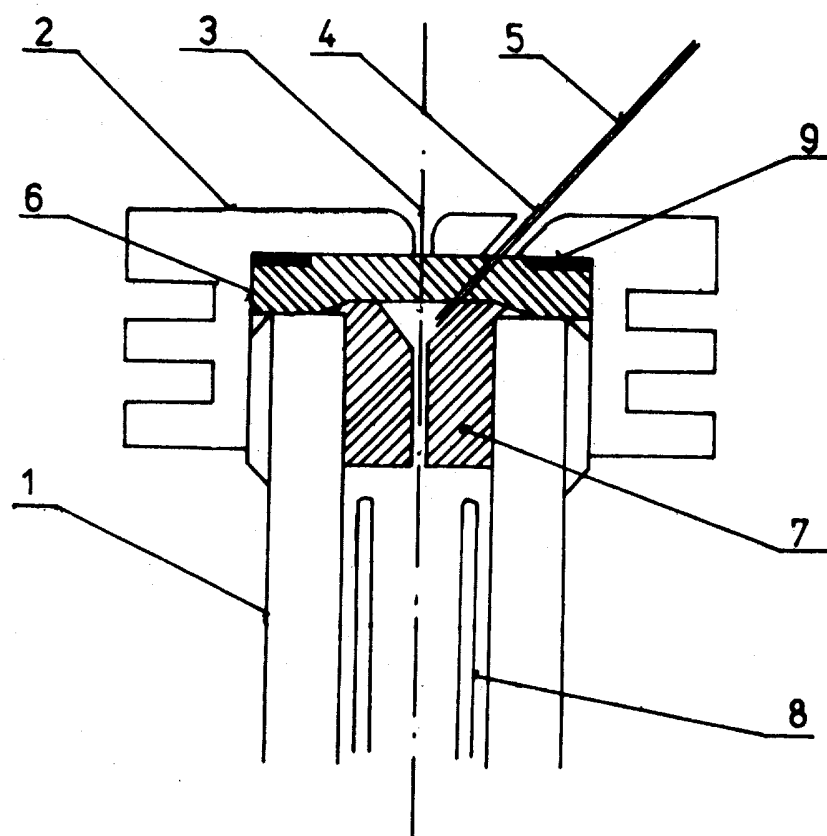
Na priložených výkresoch je na obr. 1 znázornené zariadenie podľa vynálezu a na obr. 2 chromatografický záznam nosného plynu. Uzáver 2 zariadenia podľa vynálezu, znázorneného na obr. 1, je nasunutý na injekčný blok 1, v ktorom je válček 7, s vrtáním na zamedzenie vniknutia nežiadúcich zložiek do kolony 8 a septum 6, ktoré je utesnené podložkou 9, pričom uzáver 2 je opatrený centrálne umiesteným otvorom 3 pre dávkovanie vzorky a šikmým otvorom 4 pre vsunutie kapiláry 5.

Účinnok zariadenia podľa vynálezu je uvedený v príklade. Na obr. 2 je zobrazený chromatografický záznam nosného plynu, /krivka A/ chromatografovaného na sklenej kapilárnej kolóne /18 m x 0,20 mm/ zmáčaný s SE-52 pri programovaní teploty 80 do 220°C rychlosťou 5°C/min., teplota injekčného bloku bola 225°C a citlivosti 32 x 1. Na porovnanie je na obr. 2 zobrazený ten istý nosný plyn a za tých istých podmínok, ale na zariadení podľa vynálezu.

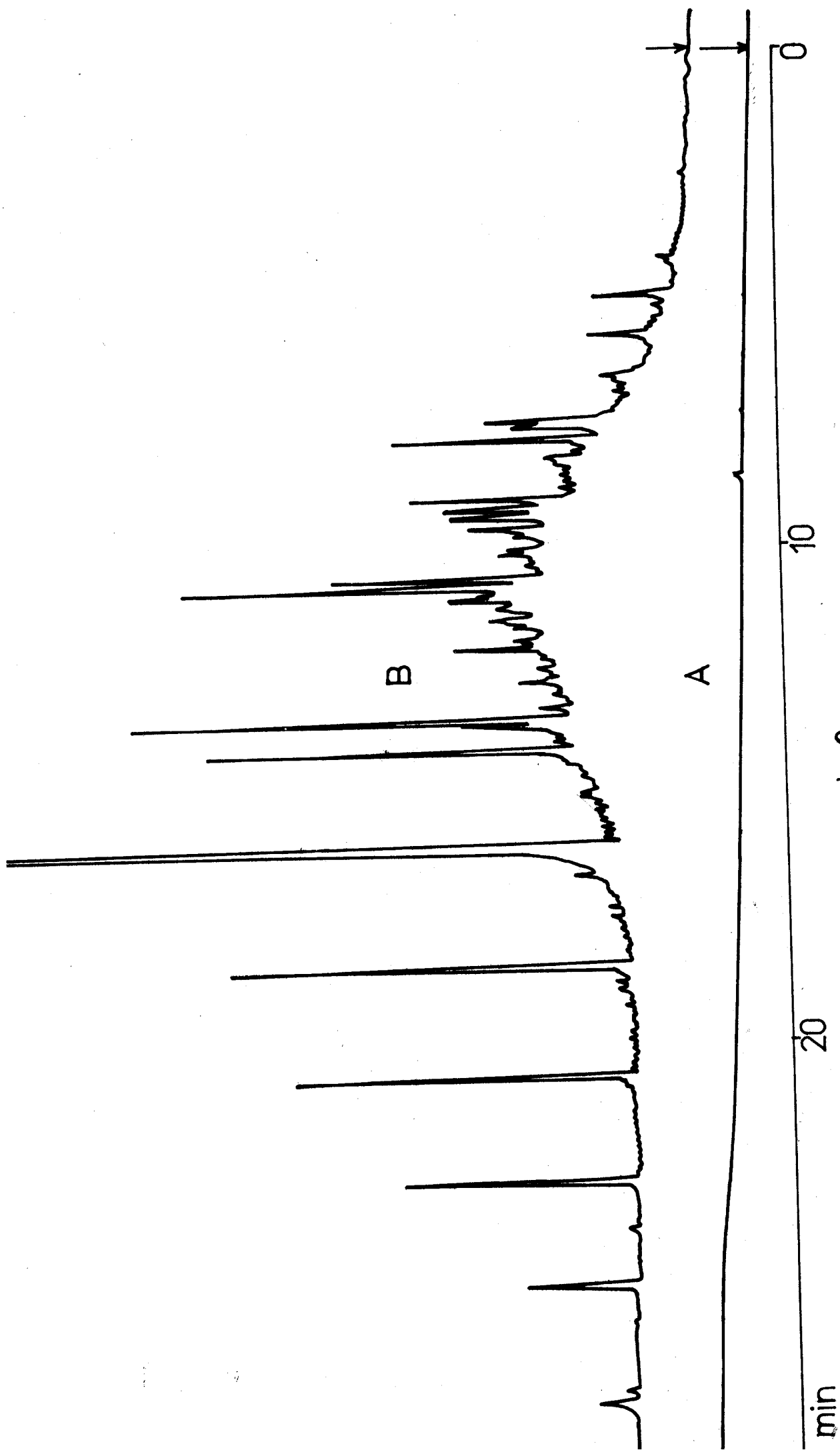
Sposob odstraňovania prchavých zložiek uvoľňovaných septom podľa vynálezu je jednoduchý, nenákladný.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Zariadenie na odstraňovanie prchavých zložiek uvoľňovaných septom z dávkovacieho priestoru plynového chromatografu vyznačený tým, že pozostáva z uzáveru (2) nasunutého na injekčný blok /1/, do ktorého je vsunutý válček /7/ s vertikálnym vrtáním a septum /6/, ktoré je utesnené podložkou /9/, pričom uzáver /2/ je opatrený centrálne umiesteným otvorom /3/ pre dávkovanie vzorky a šikmo umiesteným otvorom /4/, do ktorého je vsunutá kapilára /5/.



obr. 1



abr. 2