

RZECZPOSPOLITA
POLSKA



Urząd Patentowy
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY**

(19) **PL**

(11) **236991**

(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **417250**

(51) Int.Cl.

G01N 30/60 (2006.01)

(22) Data zgłoszenia: **18.05.2016**

(54) **Kolumna chromatograficzna o zmiennej pojemności zwłaszcza do pomiarów adsorpcji
metodą inwersyjnej chromatografii cieczowej**

(43) Zgłoszenie ogłoszono:
20.11.2017 BUP 24/17

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:
08.03.2021 WUP 05/21

(73) Uprawniony z patentu:
**UNIwersytet JANA KOCHANOWSKIEGO
W KIELCACH, Kielce, PL**

(72) Twórca(y) wynalazku:
PIOTR M. SŁOMKIEWICZ, Warszawa, PL

PL 236991 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest kolumna chromatograficzna o zmiennej pojemności zwłaszcza do pomiarów adsorpcji metodą inwersyjnej chromatografii cieczowej.

Powszechnie znana i stosowana w inwersyjnej chromatografii cieczowej technika polegająca na dozowaniu adsorbentu do kolumny chromatograficznej, w której znajduje się adsorbent. Na podstawie wyznaczonych parametrów retencyjnych jest możliwe wykonanie charakterystyki fizykochemicznej adsorbentu. Zwykle do pomiarów adsorpcji wykorzystuje się puste handlowe kolumny chromatograficzne. Producenci oferują puste kolumny o określonych wymiarach (długości i średnicy wewnętrznej). Ich stosowanie stwarza trudności pomiarowe, ponieważ często w pomiarach adsorpcji metodą inwersyjnej chromatografii cieczowej jest wymagane użycie złoża o odpowiedniej średnicy i długości.

Celem wynalazku jest usunięcie wymienionych niedogodności i opracowanie konstrukcji kolumny chromatograficznej o zmiennej pojemności. Rozwiązanie konstrukcyjne kolumny polega na zastosowaniu instalowanych w jej wnętrzu wymiennych wkładek o odpowiednio dobranej długości i średnicy do wymagań pomiaru adsorpcji. Wówczas umieszczone w nich złożo adsorbentu będzie miało wymiary (długość i średnicę) dopasowane do warunków pomiaru adsorpcji.

Kolumna chromatograficzna o zmiennej pojemności zwłaszcza do pomiarów adsorpcji metodą inwersyjnej chromatografii cieczowej, składająca się z cylindrycznej komory o zmiennej pojemności z ruchomym tłokiem, charakteryzuje się tym, że w cylindrycznej komorze są zamontowane wymienne wkładki o różnych długościach odpowiadających ułamkowi całkowitej długości L cylindrycznej komory i w zestawie wymiennych wkładek, są dwie wkładki o długości $0,1 L$, dwie o długości $0,2 L$ i jedna o długości $0,4 L$.

Korzystnie jest także umieścić w cylindrycznej komorze kolumny chromatograficznej wymienne wkładki o różnych długościach, które mają średnicę 4 mm (1 d) lub wielokrotności tej średnicy ($1,5\text{ d}$; 2 d i $2,5\text{ d}$).

Zaletą wynalazku jest możliwość wykonywania pomiaru adsorpcji złoża adsorbentu o dowolnie wybranej długości. Możliwe jest także przez zastosowanie wkładek o różnej średnicy badanie adsorbentów o różnej średnicy ziaren. Według wynalazku usprawniono także wymianę złoża adsorbentu w kolumnie, ponieważ można umieszczać w niej wkładki uprzednio wypełnione adsorbentem.

Przedmiot wynalazku w przykładzie realizacji jest odtworzony na rysunku, na którym fig. 1 przedstawia schemat kolumny chromatograficznej o zmiennej pojemności, na fig. 2 schemat wkładek do komory adsorpcyjnej kolumny chromatograficznej o różnych długościach i średnicach wewnętrznych i na fig. 3 schemat połączenia kolumny chromatograficznej o zmiennej pojemności z pozostałymi elementami chromatografu cieczowego w trakcie pomiarów adsorpcji.

Kolumna chromatograficzna o zmiennej pojemności (fig. 1), ma postać walca (1), wewnątrz którego znajduje się cylindryczna komora o zmiennej pojemności (2), w której porusza się tłok (3). W cylindrycznej komorze o zmiennej pojemności można instalować wymienne wkładki (4) o różnych długościach i średnicach wewnętrznych (fig. 2). Poszczególne wkładki mają długości odpowiadające ułamkowi całkowitej długości L cylindrycznej komory. W zestawie są dwie wkładki o długości $0,1 L$, dwie o długości $0,2 L$ i jedna o długości $0,4 L$. Jest możliwa zmiana pojemności kolumny przez stosowanie różnych kombinacji wkładek o różnych długościach, co jedną jednostkę jej długości od $0,1 L$ do $1 L$. Pojemność kolumny można zmieniać stosując także wkładki o średnicy 4 mm (1 d) i wkładki o wielokrotnościach tej średnicy ($1,5\text{ d}$, 2 d , i $2,5\text{ d}$). W ten sposób zmienia się średnicę kolumny chromatograficznej, co jest przydatne w przypadku pomiarów adsorpcji adsorbentów o różnych średnicach ziarna. Wkładki (4) o różnych długościach i średnicach wewnętrznych, (fig. 1) są dociskane do dna cylindrycznej komory tłokiem (3).

Tłok przesuwa się po prowadnicach (5) zamocowanych w górnej płaszczyźnie walca dozownika. Przesuwu tłoka dokonuje się przy pomocy śruby regulacyjnej (6) z pokrętłem (7) połączonej z kołnierzem tłoka (8). Pokrętło (7) jest osadzone na podstawie (9) połączonej z prowadnicami tłoka. Uszczelki (10) zapewniają niezbędną szczelność pomiędzy poszczególnymi wkładkami, pomiędzy wkładką a dnem komory i pomiędzy wkładką a tłokiem. Ciekłą fazę do kolumny doprowadza się wlotem (11). Następnie faza przepływa przez sitko (12), przez adsorbent (13) we wkładkach i sitko (14) do kanalika (15) wewnątrz tłoka i wypływa przez wylot (16). Tłok (3) jest uszczelniany przez system uszczelnień teflonowych (17) dociśniętych nakrętką (18).

Pomiaru adsorpcji z użyciem kolumny chromatograficznej o zmiennej pojemności dokonuje się tak, jak w przypadku zwykłej kolumny chromatograficznej wypełnionej adsorbentem. Faza ciekła ze

zbiornika (19) przez pompę (20) zasila sześciodrożny zawór dozujący (21) z kapilarą dozowniczą (22). Próbkę adsorbentu do kapilary dozowniczej wprowadza się za pomocą strzykawki (23). Przesłanie sześciodrożnego zaworu dozującego w drugą pozycję roboczą sprawia, że próbka z kapilary wraz ze strumieniem fazy ciekłej przez wlot (11) wpływa kolumny chromatograficznej o zmiennej pojemności i przepływa przez złożę adsorbentu (13) umieszczonego we wkładkach (4). Następnie strumień fazy ciekłej przez wylot (16) przepływa przez detektor UV (24). Sygnał z detektora jest rejestrowany przez komputer (25) z odpowiednim oprogramowaniem.

Zastrzeżenia patentowe

1. Kolumna chromatograficzna o zmiennej pojemności zwłaszcza do pomiarów adsorpcji metodą inwersyjnej chromatografii cieczowej, składająca się cylindrycznej komory o zmiennej pojemności z ruchomym tłokiem, **znamienna tym**, że w cylindrycznej komorze (2) są zamontowane wymienne wkładki (4) o różnych długościach odpowiadających ułamkowi całkowitej długości L cylindrycznej komory i w zestawie wymiennych wkładek, są dwie wkładki o długości 0,1 L, dwie o długości 0,2 L i jedna o długości 0,4 L.
2. Kolumna chromatograficzna o zmiennej pojemności zwłaszcza do pomiarów adsorpcji metodą inwersyjnej chromatografii cieczowej według zastrz. 1, **znamienna tym**, że wymienne wkładki (4) o różnych długościach mają średnicę 4 mm (1 d) lub wielokrotności tej średnicy (1,5 d; 2 d i 2,5 d).

Rysunki

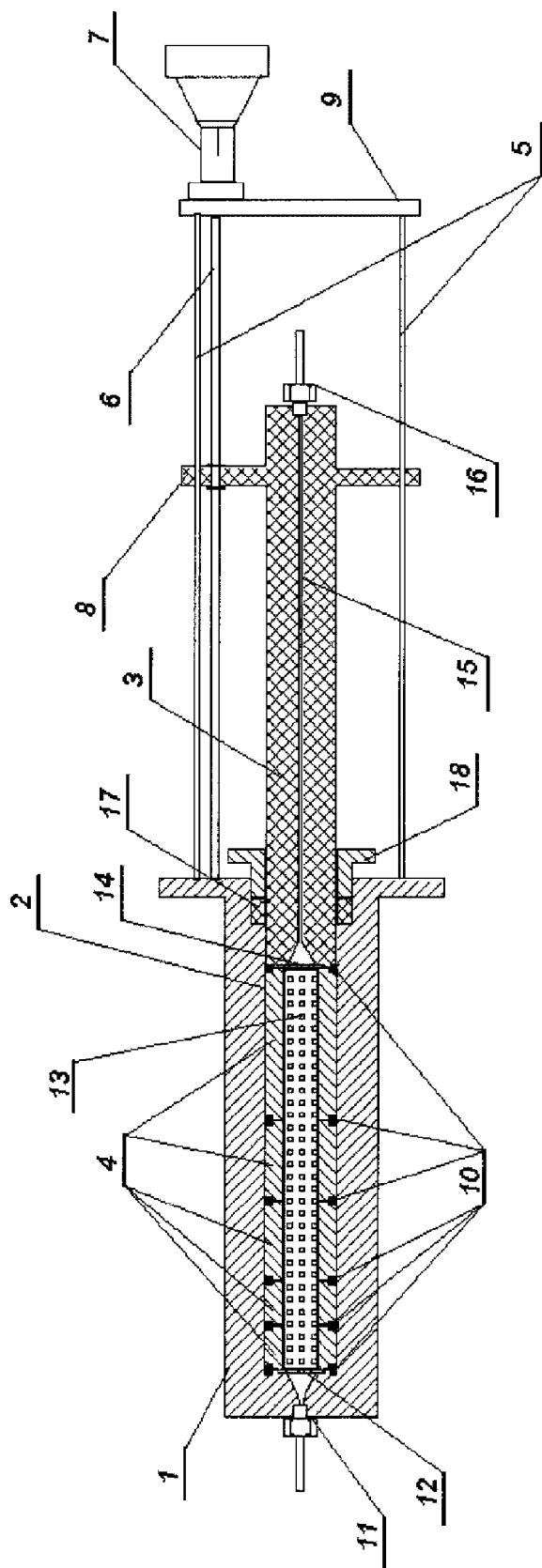
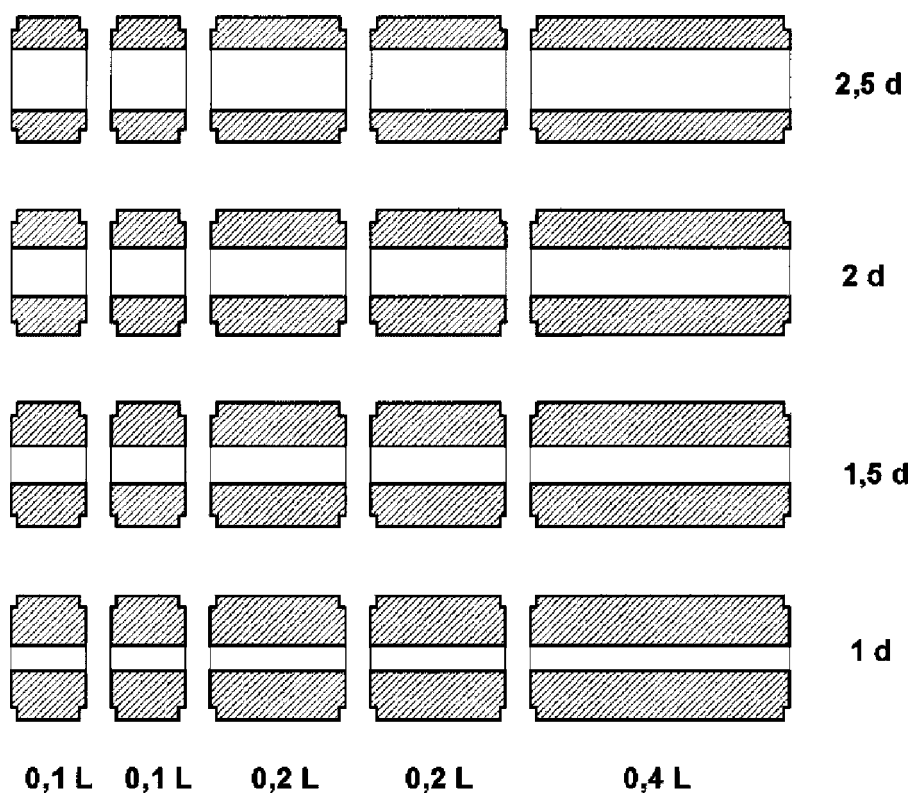


fig. 1

*fig. 2*

