

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

245292

(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴

G 01 N 30/16

(22) Přihlášeno 28 12 82
(21) PV 9889-82
(89) 1 120 170, SU

(40) Zveřejněno 13 06 85

(45) Vydáno 15 06 87

(75)
Autor vynálezu

KALJURAND ENDEL TĚTOVIČ; VEJSSERIK JURIJ ARTUROVIČ;
SYMER TOOMAS EDGAROVICH, TALIN (SU)

(54) Automatický dávkovač pro kapalinový chromatograf

Řešení se týká automatického dávkovače pro kapalinový chromatograf. Dávkovač je opatřen uzlem pro kompenzaci objemu systému eluování, provedeným jako dvojice pístů, jejichž pístnice jsou uspořádány pro synchronní a protilehlý pohyb přemístování kapilární trubice v bodě jejího vstupu do rozdělovací kolony.

Изобретение относится к области приборостроения и может быть использовано, в частности, для автоматического отбора и ввода проб жидкости в анализаторы состава, например, в жидкостной хроматограф.

Известно устройство для отбора и ввода проб жидкости в анализатор состава, содержащее корпус, полую иглу, газовый эжектор, управляемый запорный клапан и регулируемый дроссель (1).

Недостатком известного устройства является появление пиков давления при вводе иглы в узел подачи пробы и при выводе иглы из последнего, что вызывает погрешности определения состава анализируемой жидкости.

Наиболее близким к изобретению по технической сущности и достигаемому положительному эффекту является устройство для автоматического ввода жидкой пробы в хроматографическую колонку, содержащее всасыватель, систему элюирования, манипулятор с капиллярной трубкой (иглой), узел ввода капиллярной трубки в разделительную колонку, блок промывки капиллярной трубки, поворотный стол с емкостями для анализируемой жидкости и систему управления (2).

Однако известное устройство обладает повышенной

погрешностью из-за наличия резких пиков давления при вводе капиллярной трубки в узел ввода пробы и при выводе капиллярной трубки из узла ввода пробы.

Целью изобретения является расширение области применения устройства и повышение качества работы дозатора путем устранения резких изменений скорости тока элюента, вызываемых резкими изменениями давления в системе элюирования.

Эта цель достигается тем, что дозатор снабжен узлом компенсации объема системы элюирования, выполненным преимущественно в виде плунжерной пары, шток которой перемещается синхронно и противоположно перемещению капиллярной трубки в узле ее ввода в разделительную колонку.

На прилагаемых фигурах приведены:

на фиг.1- общий вид дозатора;

на фиг.2- положение манипулятора в позиции промывания конца капилляра;

на фиг.3- положение манипулятора над емкостью с пробой;

на фиг.4- положение манипулятора при всасывании пробы;

на фиг.5- положение манипулятора перед узлом ввода (до и после ввода пробы в колонку);

на фиг.6- положение манипулятора перед переключением заслонки в узле ввода;

на фиг.7- положение манипулятора после переключения заслонки в узле ввода;

на фиг.8- положение манипулятора при дозировании пробы в разделительную колонку;

на фиг.9- положение узла изменения емкости системы элюирования при увеличении объема.

Автоматический дозатор для жидкостного хроматографа содержит всасыватель 1, манипулятор 2 с капиллярной трубкой 3 для отбора и ввода пробы, узел ввода 4

конца капиллярной трубки 3, поворотный стол 5 с сосудами 6 для пробы, узел промывания 7 конца капиллярной трубки 3, источник 8 жидкости для промывания, узел 9 изменения емкости системы элюирования, управляемый пневмоцилиндром, распределитель 10 элюента от насоса II, пневмораспределители 12, 13, 14, 15, пневмоцилиндр 16 поворачивания манипулятора, пневмоцилиндр 17 перемещения капиллярной трубки, привод 18 для поворота заслонки в узле 4 ввода, привод 19 для поворота конвейера с пробами, блок управления 20 дозатором, основание 21. Всасыватель I состоит из цилиндра 22, внутри которого расположен шток 23. Длина хода штока 23 определяется положением микрометрического винта 24. Шток 23 держится в нижнем положении при помощи пружины 25 и выполнен перемещающимся вверх при подаче сжатого газа от распределителя 15. Камера всасывания 26 соединена с насосом элюента через распределитель 10. Манипулятор 2 состоит из цилиндра 17, который перемещается по штоку 27. Шток 27 прикреплен к кронштейну 28, который поворачивается вокруг оси 29. Вокруг этой оси поворачивается также и рычаг 30, одно плечо которого жестко соединено с кронштейном 28. Рычаг 30 связан через шарнир 31 со штоком пневмоцилиндра 16, который шарнирно прикреплен к основанию 21 дозатора. В штоке 27 имеются каналы 32 и 33 для подачи сжатого газа в разные полости цилиндра 17. Поворачивание кронштейна 28 вокруг оси 29 управляется распределителем 13, который допускает перемещение поршня в обе стороны и его установку в среднем положении. Перемещение цилиндра 17 по штоку 27 управляется распределителем 14. Капиллярная трубка 3 прикреплена к цилиндру 17 с возможностью продольной настройки для регулировки точного положения конца капиллярной трубки 3, которая для поворачивания через ось 29 имеет спиральную часть 34. Узел ввода 4 пробы в колонку состоит из корпуса 35, в котором расположе-

на вращающаяся заслонка 36. Между заслонкой 36 и крышкой 37 установлено уплотнение 38. Канал в колонку проходит через заслонку 36, уплотнение 38, уплотнение 39 и колпак 40. Уплотнения 38 и 39 выполнены из эластичного, химически стойкого материала. Заслонка 36 получает вращение от привода 18. Поворотный стол 5 представляет собой поворачиваемый от привода 19 барабан, в котором размещены емкости 6 для пробы. Узел 7 промывания конца капиллярной трубки 3 состоит из корпуса 41, где имеется продольное отверстие 42, диаметр которого лишь немного больше диаметра конца капиллярной трубки 3. Источник 8 жидкости промывания иглы может быть насосом любой конструкции. Узел 9 изменения емкости системы элюирования состоит из корпуса 43, в котором от пневмоцилиндра 44 перемещается плунжер 45, уплотненный втулкой 46 из эластичного, химически стойкого материала. Втулка 46 находится под колпаком 47. Диаметр плунжера 45 желательно подобрать равным сечению конца капиллярной трубки 3, а ход поршня пневмоцилиндра 44 равным ходу конца капиллярной трубки 3 в узле 4 ввода. Элюент подается от насоса II в один конец узла 9 и вытекает из другого конца, таким образом обеспечивается непрерывное промывание узла элюентом. Подачу сжатого газа через распределитель 12 нужно отрегулировать таким образом, чтобы обеспечивалась одинаковая линейная скорость перемещения плунжера 45 и конца капиллярной трубки 3. Продольные оси В-В конца капиллярной трубки 3, А-А канала в колонку в узле 4 ввода, Б-Б отверстия 42 в узле промывания 7 и Е-Е емкости 6 пробы в положении отбора выполнены в одной плоскости.

Автоматический дозатор для жидкостного хроматографа работает следующим образом.

В начале рабочего цикла манипулятор 2 находится в положении по фиг.2- конец капиллярной трубки 3 в узле 7 промывания. Хроматограф в это время осуществляет

промывание колонки или элюирование предыдущей пробы. После команды от блока управления 20 переключается распределитель 15 и элюент вытесняют из всасывателя I. Количество вытесняемого элюента, то есть и значение отбираемой пробы, устанавливают в начале работы микрометрическим винтом 24. Затем включают насос источника 8 жидкости для промывания и промывают конец капиллярной трубки 3 в потоке элюента или в каком-нибудь другом растворителе, хорошо растворяющем возможные следы пробы. Так как отверстие 42 в корпусе 41 лишь немного больше диаметра капиллярной трубки 3, получается поток с высокой линейной скоростью и, следовательно, эффективное промывание. Еще до окончания промывания манипулятор 2 по команде блока 20 переключением распределителя 14 начинает передвигаться вверх и занимает положение по фиг. 1. После этого манипулятор 2 поворачивают при помощи пневмоцилиндра 16 на 45° в положение по фиг. 3. Переключением распределителя 14 пневмоцилиндр 17 опускается вниз и конец капиллярной трубки 3 углубляется в пробу. Если применяются загерметизированные при помощи эластичных пробок сосуды, то при перемещении вниз конец капиллярной трубки 3 прокалывает пробку. Когда цилиндр 17 доходит до нижнего крайнего положения, распределитель 15 переключают и шток 23 всасывателя I под воздействием пружины 25 перемещается назад, всасывая пробу в капиллярную трубку 3. Внутренний диаметр капиллярной трубки 3 выбирается так, что предусмотренная максимальная доза размещается от ее торца на расстоянии нескольких сантиметров. Тем самым разрежение, необходимое для всасывания пробы, остается незначительным и не вызывает испарения легко улетучивающихся проб. После этого распределитель 14 переключает цилиндр 17 вверх в положение по фиг. 3. Теперь манипулятор 2 поворачивают при помощи пневмоцилиндра 16 на 45° в положение по фиг. 1 - торец капиллярной трубки 3 остается над узлом 7 промывания.

Переключением распределителя 14 цилиндр 17 перемещается параллельно оси Б-Б в положение по фиг.2 и конец капиллярной трубки 3 проходит в отверстие 42 узла 7 промывания. Когда перемещение прекратится, насосом 8 подается жидкость промывания. Цилиндр 17 перемещается назад только после выключения потока от насоса 8 и занимает положение по фиг.1. После этого пневмоцилиндром 16 после переключения распределителя 13 манипулятор 2 поворачивают в положение по фиг.5 - торец капиллярной трубки 3 остается перед каналом в колонку в узле 4 ввода. Переключением распределителя 14 цилиндр 17 перемещается вперед в положение по фиг.6. Конец капиллярной трубки 3 проходит при этом через отверстие в уплотнении 39, после чего перемещение прекратится. Для обеспечения герметичности отверстие в уплотнении 39 выбрано таким, что капиллярная трубка 3 проходит очень плотно. Следующей операцией заслонка 36 узла ввода поворачивается при помощи привода 18 в положение по фиг.7, в котором образуется прямой канал в колонку. Затем цилиндр 17 перемещается вперед до отказа в положение по фиг.8. В это же время включением распределителя 12 при помощи пневмоцилиндра 44 перемещают плунжер 45 узла 9 назад (вниз) в положение по фиг.9. Так как сечение плунжера 45 равно сечению капиллярной трубки 3, ход плунжера 45 равен ходу конца капиллярной трубки 3 при перемещении от положения по фиг.7 в положение по фиг.8 и скорость обоих перемещений одинакова, то генерируемый перемещением конца капиллярной трубки 3 пик давления и подачи сглаживается. Следующей операцией переключают распределитель 10 и элюент проходит через камеру всасывателя 26 и капиллярную трубку 3, промывая пробу в колонку. Если под напором элюента, за счет эластичности системы всасывания, проба перемещается в капиллярной трубке 3 в сторону всасывателя 1, то она все-таки остается в капиллярной трубке 3. Но

так как капиллярная трубка 3 выбрана небольшого диаметра, то перемещение пробы в ней в ту или иную сторону заметного размывания пробы не вызывает. Таким образом обеспечивается способ ввода пробы, гарантирующий наилучшую эффективность колонки. Продолжительность вымывания пробы из капилляра 3 определяется блоком 20 управления и в зависимости от подачи насоса II может быть перенастроена. После вымывания пробы распределитель 10 переключается в положение по фиг.1. Переключением распределителя 14 цилиндр 17 перемещается назад, пока конец капиллярной трубки 3 не выйдет из заслонки 36, но останется в уплотнении 39(фиг.7). В это же время переключением распределителя 12 при помощи пневмоцилиндра 44 перемещают плунжер 45 узла 9 вперед (вверх) в положение по фиг.1. Этим генерируемый перемещением конца капиллярной трубки 3 спад давления и подачи сглаживается, так как оба перемещения осуществляют синхронно и в противоположные стороны. После этого заслонку 36 переключают в положение по фиг.6 и перемещают цилиндр 17 назад до отказа в положение по фиг.5. Теперь манипулятор 2 поворачивают при помощи пневмоцилиндра 16 в положение по фиг.1, опускают в узел 7 промывания (фиг.2) и промывают конец капиллярной трубки 3, как это уже описывалось в начале цикла. Этим один рабочий цикл автоматического дозатора закончен и дозатор остается в положении ожидания до начала следующего цикла. В конце цикла по команде от блока 20 управления приводом 19 перемещается поворотный стол 5 на один шаг и в положении отбора находится следующая проба.

Изобретение позволяет расширить область применения автоматического дозатора для совместной работы с расположенными горизонтально разделительными колонками и повысить качество работы дозатора за счет устранения резких изменений скорости элюента в колонке и в детекторе, что уменьшит погрешность определения состава анализируемой жидкости.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

Автоматический дозатор для жидкостного хроматографа, содержащий всасыватель, систему элюирования, манипулятор с капиллярной трубкой, узел ввода капиллярной трубки в разделительную колонку, блок промывки капиллярной трубки, поворотный стол с емкостями для анализируемой жидкости и систему управления, отличающийся тем, что, с целью расширения области применения и повышения качества работы дозатора путем устранения резких изменений скорости тока элюента, он снабжен узлом компенсации объема системы элюирования, выполненным преимущественно в виде плунжерной пары, шток которой перемещается синхронно и противоположно перемещению капиллярной трубки в узле ее ввода в разделительную колонку.

А Н Н О Т А Ц И Я

Изобретение относится к области приборостроения, а именно к хроматографии .

Целью изобретения является расширение области применения и повышения качества работы дозатора путем устранения резких изменений скорости тока элюента.

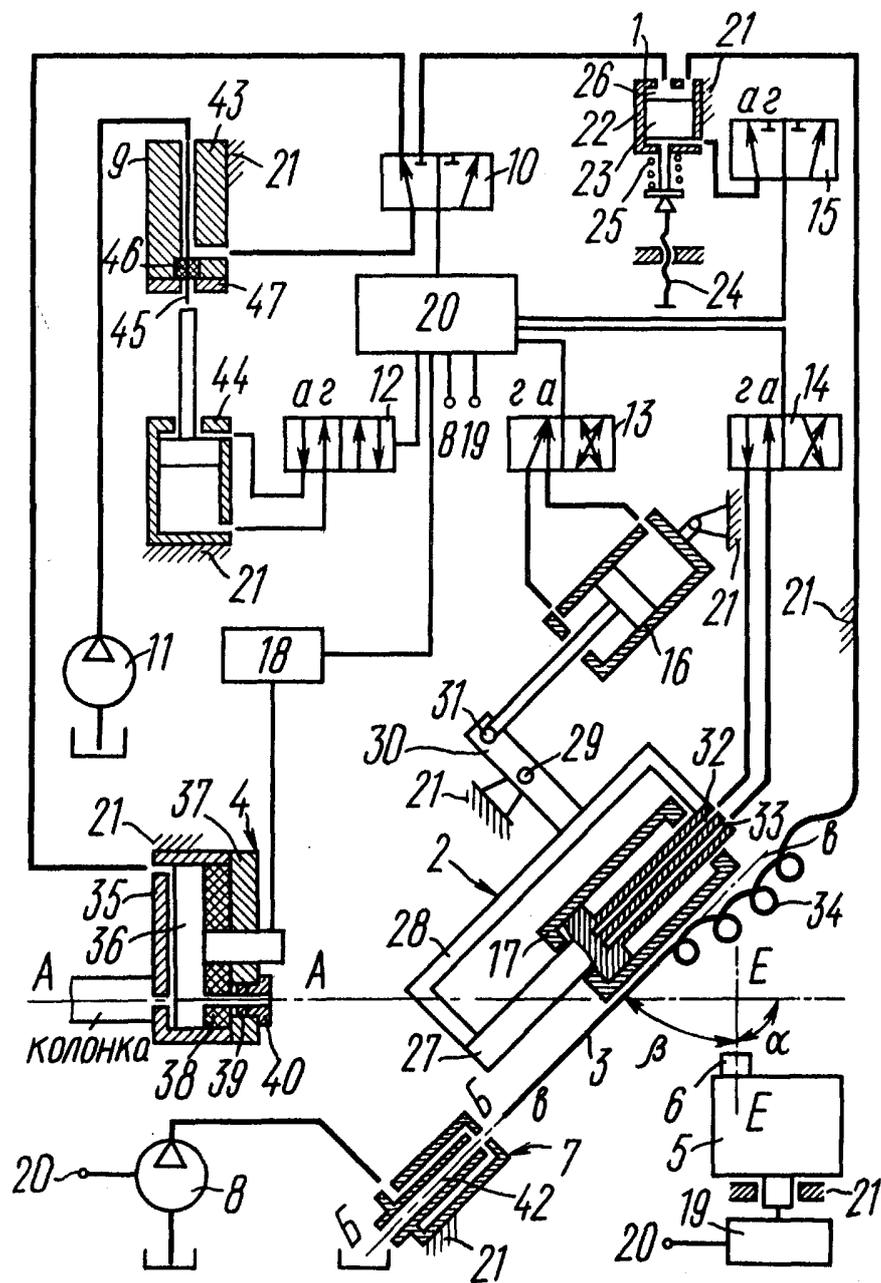
Цель достигается тем, что дозатор снабжен узлом компенсации объема системы элюирования, выполненным преимущественно в виде плунжерной пары, шток которой перемещается синхронно и противоположно перемещению капиллярной трубки в узле ее ввода в разделительную колонку.

P R Ě D M Ě T V Y N Á L Ě Z U

Automatický dávkovač pro kapalinový chromatograf, obsahující nasávač, systém eluování, manipulátor s kapilární trubicí, bod vstupu kapilární trubice do rozdělovací kolony, blok promývání kapilární trubice, pohyblivý stolek s jímkami pro analyzovanou kapalinu a systém řízení, vyznačující se tím, že je opatřen uzlem /7/ pro kompenzaci objemu systému eluování provedeným jako dvojice pístů, jejichž tyč je uspořádána pro synchronní a protiběžný pohyb k pohybu kapilární trubice /3/ v bodě jejího vstupu /4/ do rozdělovací kolony.

Uznáno vynálezem na základě výsledků expertizy, provedené Státním výborem pro vynálezy a objevy SSSR, Moskva, SU.

3 výkresy



ОБР. 1

