



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

(22) Přihlášeno 16 03 87  
(21) PV 1771-87.N

(40) Zveřejněno 15 06 88

(45) Vydáno 15 06 89

(51) Int. Cl.<sup>4</sup>  
G 01 N 30/02

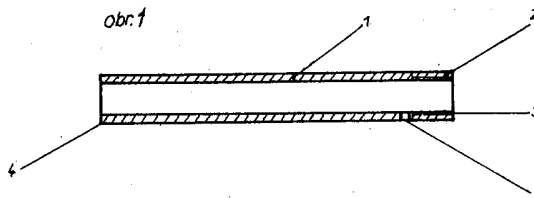
(75)

Autor vynálezu

UCHYTIL BEDŘICH RNDr. CSc., MÜNICH JAN, PRAHA

### (54) Koncentrační mikropatronky

Koncentrační mikropatronka sestává z válcové trubice opatřené na jednom konci upínacím zařízením, s výhodou šroubením, jedním nebo více otvory pro průchod nosného plynu do patronky a na druhém konci ukončené rovným provedením, vnitřním osazením, nebo porézní vložkou. Rozměry koncentrační mikropatronky jsou takové, aby ji bylo možné umístit do nástřikové komůrky použitého plynového chromatografu pomocí zařízení pro vnášení koncentračních mikropatronek. Dosedací plocha v nástřikové komůrce může být rovná, kuželová, zaoblená nebo stupňovitá. Tomu se přizpůsobuje i vnější tvar čelní části koncentrační patronky.



Vynález řeší konstrukci koncentrační mikropatronky vhodné pro zachyt analyzovaných sloučenin a jejich vnášení do nástřikové komůrky plynového chromatografu.

Stoupající požadavky na citlivost analytických metod jsou dnes již tak vysoké, že ani nejcitlivější přístroje svou citlivostí nepostačují. Využívají se proto různé koncentrační metody, při kterých se nejčastěji užívají metody extrakční nebo sorpční. Extrakce se provádí vhodným rozpouštědlem, při sorpčních metodách se používá anorganických nebo organických sorbentů, na kterých se analyzované látky zachytí a oddělí tak od matrice vzorku. Uvolnění (desorpce) látek z povrchu pevného sorbentu lze pak provést elucí vhodným rozpouštědlem nebo tepelnou desorpcí, jedná-li se o látky těkavé.

Využití termické desorpce analyzovaných látek má největší výhodu při spojení s analýzou pomocí plynové chromatografie, neboť páry desorbovaných sloučenin jsou vedeny přímo na chromatografickou kolonu, kde dochází k jejich separaci a posléze detekci vhodným detektorem.

Další výhodou termického způsobu desorpce je skutečnost, že veškeré analyzované látky zachycené na sorbentu jsou převáděny na chromatografickou kolonu a podrobeny analýze. Nedochozí proto ke ztrátě citlivosti tím, že se k analýze použije pouze část vzorku jako je tomu v případech, kdy se desorpce provádí rozpouštědlem.

Doposud byly koncentrační patronky konstruovány tak veliké (běžný vnitřní průměr 6 až 10 mm a délka 5 až 10 cm), že byly umísťovány do zvláštních desorbérů mimo vlastní plynový chromatograf. Prostor koncentrační patronky byl uzavřen ventily (většinou z obou stran) a po vyhřátí na vhodnou desorpční teplotu otočením ventilu byla patronka zařazena do proudu nosného plynu, který analyzované látky nesl na počátek chromatografické kolony. Konstrukce, zhotovení i připojení takového desorbéru k plynovému chromatografu je náročná práce a vyžaduje zkušené řemeslníky a dodržování celé řady bezpečnostních opatření (k ohřívání zařízení pro desorpci je používán elektrický proud).

Výše uvedené nedostatky jsou odstraněny koncentrační mikropatronkou dle vynálezu, jejíž podstata spočívá v tom, že sestává z válcové trubice opatřené na jednom konci upínacím zařízením, s výhodou šroubením, jedním nebo více otvory pro průchod nosného plynu do patronky a na druhém konci ukončené rovným provedením, vnitřním osazením nebo porézni vložkou. Rozměry koncentrační mikropatronky jsou takové, aby jí bylo možné umístit do nástřikové komůrky použitého plynového chromatografu pomocí zařízení pro vnášení koncentračních mikropatronek.

Výhodou navržených koncentračních mikropatronek je možnost využití jako tepelného desorbéru nástřikové komůrky použitého plynového chromatografu, takže odpadá nutnost zhotovení dalšího tepelného desorbéru. Další výhodou je snadné zhotovení mikropatronek i jejich snadná aplikace. Vzhledem k tomu, že analyzované sloučeniny jsou desorbovány přímo v nástřikové komůrce chromatografu, dochází pouze k minimálnímu rozmytí oblaku par, ke kterému nutně dochází jestliže je desorpce provedena mimo chromatograf ve zvláštním zařízení a páry analyzovaných látek vedeny spojovacími kapilárami na kolonu do plynového chromatografu.

Experimentálně bylo ověřeno, že pro zachycení dostatečného množství analyzovaných látek vystačí koncentrační mikropatronka obsahující např. pouze 10 mg sorbentu.

Jak je patrné z obr. 1 až 3, je navržená koncentrační mikropatronka válcová trubice 1 opatřená na jednom konci 2 upínacím zařízením 3, s výhodou šroubením pro vodící tyč zařízení pro vnášení koncentračních mikropatronek do nástřikové komůrky plynového chromatografu, dále ukončením 4 trubice 1 s výhodou rovného provedení a jedním, nebo více otvory 5 pro průchod nosného plynu. Ukončení 4 trubice 1 může být též opatřeno vnitřním osazením 6 pro lepší udržení smotku křemenné vaty sloužící jako dno pro sorbent, nebo může být opatřeno porézni vložkou 7 mající stejný účel. Velikost koncentrační mikropatronky se zásadně řídí velikostí nástřikové komůrky.

Při práci se s mikropatronkou postupuje tak, že mikropatronka se naplní používaným sorbentem, našroubuje na vodící tyč zařízení pro vnášení koncentračních mikropatronek do nástřikové komůrky plynového chromatografu a pomocí tohoto zařízení se umístí do nástřikové komůrky plynového chromatografu pro vykondicionování. Potom se patronka na vodící tyči vyjme, vyšroubuje z vodící tyče a průchodem vzorku se provede záchyt analyzovaných látek na sorbentu.

Mikropatronka se opět našroubuje na vodící tyč, vloží a upevní do zařízení pro vnášení koncentračních mikropatronek do nástřikové komůrky plynového chromatografu a po otevření ventilu tohoto zařízení se vsune na vodící tyči do prostoru nástřikové komůrky plynového chromatografu tak daleko, až narazí buď na osazení v této komůrce nebo na chromatografickou kolonu. Tím dojde k uzavření proudu nosného plynu, který nyní musí procházet otvory v těle koncentrační mikropatronky a odnášet tak teplem desorbované analyzované látky na chromatografickou kolonu.

Nemá-li použitý plynový chromatograf samostatnou nástřikovou komůrku a používá se technika přímého nástřiku vzorku do chromatografické kolony, vloží se do kolony na horní konec sorbentu vložka sloužící pro dosednutí zavedené koncentrační mikropatronky.

Dosedací plocha v nástřikové komůrce může být rovná, kuželová, zaoblená nebo stupňovitá; tomu se přizpůsobuje i tvar čelní části koncentrační mikropatronky.

Materiál koncentrační mikropatronky je s výhodou z nerezové ocele, může však být též z jiného inertního materiálu, nebo z materiálu, který je opatřen inertní vrstvičkou např. inertního kovu nebo polymerní látky.

Popsaná koncentrační mikropatronka byla použita pro stanovení stopových koncentrací par látek obsažených ve vzduchu tak, že odměřený vzorek vzduchu byl prosáván přes koncentrační mikropatronku, která pak byla upravena do nástřikové komůrky plynového chromatografu k provedení analýzy. Např. při použití koncentrační mikropatronky délky 20 mm a vnitřního průměru 1 mm obsahující pouze 10 mg příslušného sorbentu bylo možné při prosátí 10 ml vzorku vzduchu provést bez obtíží kvantitativní stanovení toluenu nebo acetonu v koncentračním rozmezí 0,001 až 1 mg/litr vzduchu.

Dále byla popsaná koncentrační patronka použita ke stanovení stop těkavých sloučenin ve vodách, kdy těkavé sloučeniny byly z vody desorbovány proudem inertního plynu a vedeny do kolony obsahující sorbent. Po skončení desorpce byla patronka opět vpravena do nástřikové komůrky plynového chromatografu a provedena analýza. Citlivost analýzy byla cca 0,01 mg/litr vody analyzovaných látek a umožnila tak jejich stanovení v koncentracích nižších než jaké jsou vyžadovány hygienickými předpisy.

Koncentrační mikropatronku lze použít i pro analýzu málo těkavých organických sloučenin ve vodě takovým způsobem, že se přes ní prosaje zvolené množství vzorku vody. Nadbytek kapaliny se odstraní prosátím vzduchem a mikropatronka se opět zavede do nástřikové komůrky plynového chromatografu k vlastní analýze.

Použití koncentračních mikropatronek umožňuje zvýšení citlivosti analytických metod do té míry, že není nutné používat speciálních detektorů. Jako příklad lze uvést stanovení organochlorových sloučenin, jež lze za pomoci koncentračních patronek provést v požadovaných koncentracích i za použití plamenoionizačního detektoru a není nutné používat specifický, vysoce citlivý detektor záchytu elektronů.

## P R E D M Ě T   V Y N Á L E Z U

1. Koncentrační mikropatronka pro stopové analýzy látek, vyznačená tím, že sestává z válcové trubice (1), opatřené na jednom konci (2) upínacím zařízením (3), s výhodou šroubením, dále ukončením (4) trubice (1), s výhodou v rovném provedení, a jedním, nebo více průchodovými otvory (5).

2. Koncentrační mikropatronka dle bodu 1, vyznačená tím, že ukončení (4) trubice (1) je opatřeno vnitřním osazením (6).

3. Koncentrační mikropatronka dle bodu 1, vyznačená tím, že ukončení (4) trubice (1) je opatřeno porézní vložkou (7).

1 výkres

