



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

201 220

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 02 05 78
(21) PV 2788-78

(51) Int. Cl.³ G 01 N 23/22

(40) Zveřejněno 29 02 80
(45) Vydáno 01 03 83

(75)

Autor vynálezu JANDERA PAVEL ing. CSc., PARDUBICE,
ŘÍHA VÁCLAV ing. CSc., CHRUDIM a
CHURÁČEK JAROSLAV doc. ing. DrSc., PARDUBICE

(54) Fluorescenční adaptér pro detekci v kapalinové chromatografii

1

Vynález se týká provedení fluorescenčního adaptéru pro jednopaprskový spektrální fotometr k průtokovému měření fluorescenčního záření například při detekci v kapalinové chromatografii.

Dosud známé a používané fluorescenční detektory pro kapalinovou chromatografii většinou používají čidlo fluorescenčního záření, které je umístěné kolmo na směr budicího záření. V takovém uspořádání lze k měření využít pouze malou část z celkového fluorescenčního záření, které vystupuje z měrné průtokové cely pod úhlem 90° vzhledem ke směru budicího záření.

Jiné známé fluorescenční detektory mají čidlo umístěné ve směru budicího záření, přičemž se k oddělení fluorescenčního záření od budicího záření používá optický filtr, volený s ohledem na budicí záření. Také tyto detektory využívají k měření jen malou část fluorescenčního záření.

Citlivost detekce při fluorescenčním měření, která je úměrná poměru intenzity fluorescenčního záření a rušivého záření jiných vlnových délek, (například rozptylového nebo nedostatečně odděleného budicího záření) bude tím větší, čím větší podíl z celkového fluorescenčního záření bude při měření skutečně využit.

Výše uváděnou nevýhodu dosud užívaných fluorescenčních detektorů, spočívající v rela-

201 220

tivně malém využití fluorescenčního záření při vlastním měření, odstraňuje a výhodu vyšší citlivosti detekce sebou přináší předmětný vynález, který kromě toho také umožňuje jednoduché připojení na běžné jednopaprskové spektrální fotometry.

Podstata fluorescenčního adaptéru pro detekci v kapalinové chromatografii podle vynálezu, kde na vstupu a výstupu záření lze použít několik kombinací zdroje budicího záření a čidla fluorescenčního záření s filtry nebo monochromátory, spočívá v tom, že je vytvořen ve tvaru dvoudílného světlotěsného pouzdra, například válcovitého tvaru, kde v čele jeho vstupní části je osově umístěna obdélníková štěrbina šíře 0,1 až 2 mm pro vstup budicího záření ze zdroje, popřípadě z monochromátoru do adaptéru, a dále jsou v něm provedeny dvě k ose vstupní části symetrické drážky, kolmé k delší straně obdélníkové šterbiny, v nichž je těsně zasunuta sestava dvou rovnoběžných nosných desek, které jsou mezi sebou vázány na jedné straně dvěma distančními svorníky a na druhé straně dvěma konkávními segmenty, přitaženými k nosným deskám a fixovanými do žádaného směru uvnitř sestavy nosných desek pomocí dvojice stahovacích šroubů, přičemž konkávní segmenty jsou na svém vnitřním povrchu opatřeny odrazovými zrcadlovými plochami, přičemž v rovině souměrnosti konkávních segmentů je v nosných deskách pomocí osazených zátek uchycena průtoková cela s výhodou z křemenného skla, s vnitřním kapilárním otvorem, na kterou jsou přes osazené zátky připojeny kapiláry pro přívod a odvod zkoumané kapaliny a za průtokovou celou je s touto rovnoběžně mezi nosnými deskami upevněna absorpční maska pro prošlé budicí záření s matně černým povrchem, přičemž mezi masku a dno výstupní části dvoudílného světlotěsného pouzdra je upevněn optický filtr a osazení výstupní části světlotěsného pouzdra je těsně zasunuto a šrouby pojištěno ve vstupní části světlotěsného pouzdra, přičemž ve vybrání dna výstupní části dvoudílného světlotěsného pouzdra je umístěno čidlo fluorescenčního záření, případně monochromátor, přičemž kapiláry pro přívod a odvod analyzované kapaliny jsou umístěny do dvou protilehlých drážek, provedených na okraji výstupní části, kde jsou světlotěsně kryty příložkami navlečenými na kapiláry.

Z výhod fluorescenčního adaptéru pro detekci v kapalinové chromatografii podle předmětného vynálezu lze uvést alespoň tyto

- adaptér umožňuje relativně vysoké využití fluorescenčního záření, vybuzeného v kapalině v kapilární trubici průtokové cely, při současném zachování malých rozměrů (například o délce 10 mm a vnitřním průměru cca 1 mm), které jsou nezbytné při požadavku účinné kapalinové chromatografie k zamezení nadbytečného rozmývání elučních zón chromatografovaných látek, kde pak adaptér podle vynálezu ve spojení s jednopaprskovým spektrofotometrem umožňuje dosažení meze detekce 8 ppb danzyl-beta-naftolu v takové průtokové kapiláře;
- závislost signálu na koncentraci látky, fluoreskující v průtokové cele je lineární, což je důležité pro kvantitativní měření;
- signál je jen málo ovlivněn charakterem použitého rozpouštědla (eluentu), pokud toto neabsorbuje budicí záření, což umožňuje fluorescenční detekci při gradientové eluci;
- adaptér podle vynálezu je možno po konstrukční úpravě dvoudílného světlotěsného pouzdra použít u většiny běžných typů jednopaprskových spektrofotometrů, případně s jiný-

mi zdroji monochromatického UV-záření;

- průtokovou celu s kapilárami pro přívod a odvod zkoumané kapaliny lze zhotovit z odolných materiálů, které umožňují práci s agresivními kapalinami jako jsou organická rozpouštědla, roztoky kyselin, zásad a agresivních solí;

- průtokovou celu a kapiláry pro přívod a odvod zkoumané kapaliny lze dimenzovat tak, že umožňují práci při přetlaku, což je výhodné v řadě případů měření v oboru kapalinové chromatografie.

Příklad provedení adaptéru podle vynálezu je znázorněn na přiložených výkresech, kde - obr. 1 - znázorňuje řez adaptéru v půdorysné projekci s vyznačením směru budicího a fluorescenčního záření,

obr. 2 - znázorňuje adaptér v detailním rozložení.

Dle obou těchto zobrazení pak budou v dalším popsány jak statické provedení, tak také funkce adaptéru.

Fluorescenční adaptér podle vynálezu je vytvořen ve formě dvoudílného světlotěsného pouzdra, například válcovitého tvaru a to vstupní částí 1 a výstupní částí 24.

Vstupní část 1, s pomocí které se adaptér připojuje na nevyznačený zdroj budicího záření s filtrem nebo monochromátorem, je osově opatřeno úzkou obdélníkovou štěrbinou 2, kterou ze zdroje prochází budicí záření a dále kolmo k ní je opatřeno dvěma rovnoběžnými, k ose symetrickými drážkami 3, 4.

Do těchto drážek je těsně zasunuta sestava dvou rovnoběžných nosných desek 5, 6, které jsou mezi sebou vázány jednak dvěma distančními svorníky 7, 8 a podruhé dvěma konkávními segmenty 9, 10 a to tak, že strana segmentů navazuje na obdélníkovou štěrbinu 2. Segmenty jsou k nosným deskám 5, 6 přitaženy pomocí dvojic stahovacích šroubů 11, 12. Konkávní segmenty 9, 10 jsou na vnitřním povrchu opatřeny zrcadlovými plochami 13, 14 a lze je po uvolnění stahovacích šroubů 11, 12 jednotlivě natočit do potřebného směru odrazu svazků fluorescenčních paprsků.

V rovině symetrie segmentů 9, 10 je dále umístěna a v nosných deskách 5, 6 s pomocí osazených zátek 15, 16 uchycena průtoková cela 17 s výhodou z křemenného skla, s vnitřním kapilárním otvorem 18, která je přes osazené zátky propojena s kapilárami 19, 20 pro přívod a odvod zkoumané kapaliny.

Za průtokovou celou 17 je souběžně s ní mezi nosnými deskami 5, 6 upevněna maska 21, která jednak absorbuje prošlé budicí záření a jednak rozděluje prostory obou svazků fluorescenčních paprsků, odražených od zrcadlových ploch 13, 14 konkávních segmentů 9, 10.

Za maskou 21 je umístěn optický filtr 22, přes který pak dopadají oba svazky fluorescenčních paprsků na nezakreslené čidlo fluorescenčního záření, které je uchyceno ve vybrání dna 23 výstupní části 24 světlotěsného pouzdra adaptéru, případně je místo filtru 22 mezi výstupní část 24 pouzdra adaptéru a čidlo fluorescenčního záření zařazen monochromátor.

Výstupní část 24 světlotěsného pouzdra adaptéru je pak s pomocí osazení 25 těsně zasunuta a pojistnými šrouby 26 uchycena ve vstupní části 1. Přitom kapiláry 19, 20 pro přívod

201 220

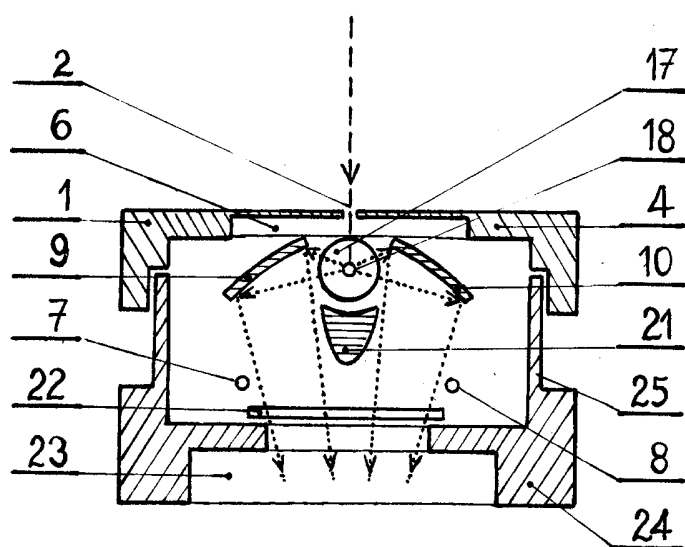
a odvod zkoumané kapaliny procházejí otevřenými drážkami 27, 28, provedenými na okraji závěru 24 světlotěsného pouzdra a jsou na nich kryty dvěma příločkami 29, 30 navlečenými na kapiláry.

Funkce adaptéru podle vynálezu je znázorněna na obr. 1 a spočívá v tom, že budicí zařízení, které prochází úzkou obdélníkovou štěrbinou 2, projde průtokovou celou 17 a přitom v kapilárním otvoru 18 vybudí fluorescenční záření. Prošlé budicí zařízení je pak absorbováno na masce 21.

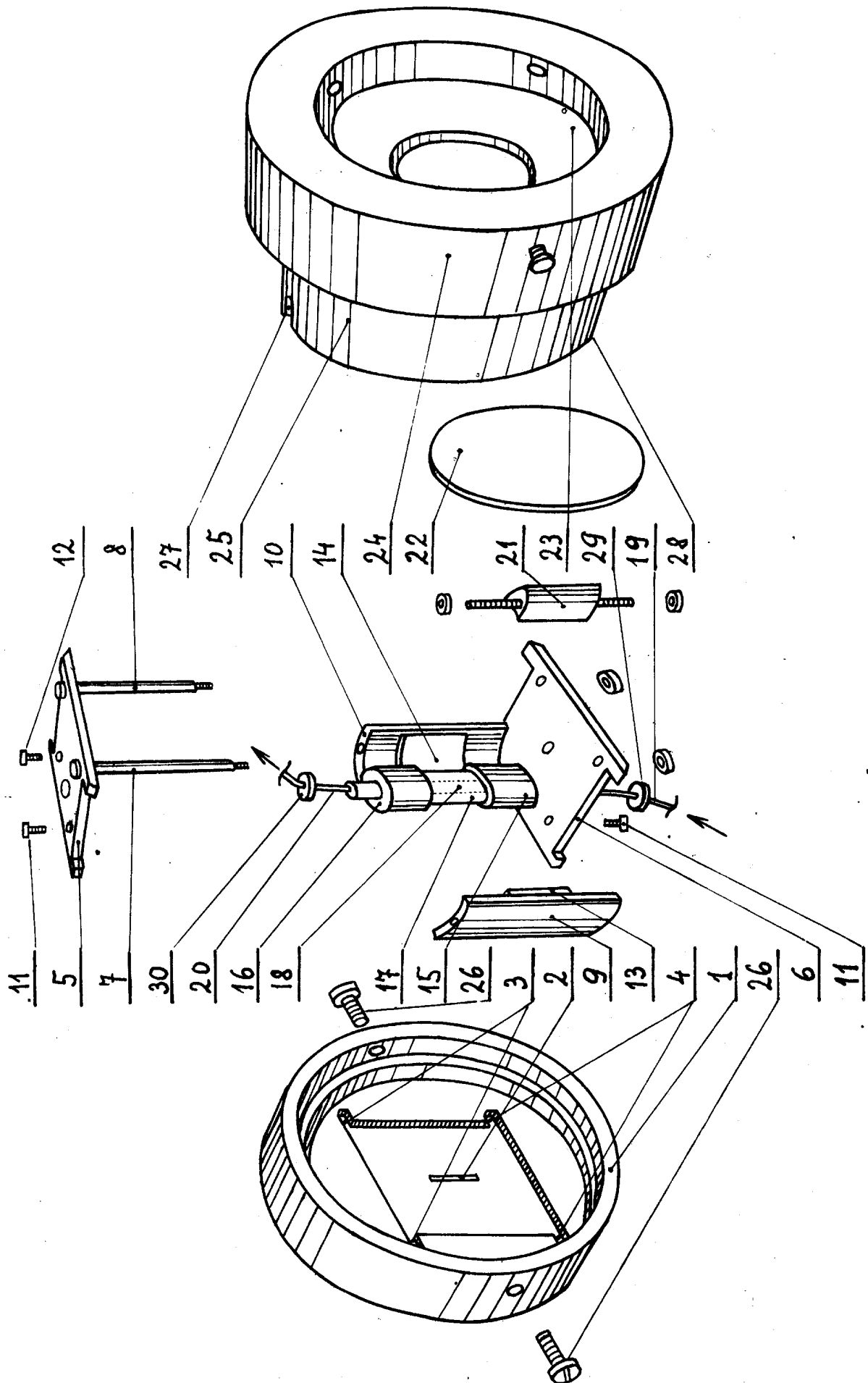
Paprsky fluorescenčního záření po dopadu na zrcadlové plochy 13, 14 konkávních segmentů 9, 10 se od nich odrazí a podél masky 21 projdou na filtr 22 a přes něj pak vybudí čidlo fluorescenčního záření.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Fluorescenční adaptér pro detekci v kapalinové chromatografii v y z n a č e n ý t í m , že je vytvořen ve tvaru dvoudílného světlotěsného pouzdra například válcovitého tvaru, kde v čele jeho vstupní části /1/ je osově umístěna obdélníková štěrbinu /2/ šíře 0,1 až 2 mm pro vstup budicího záření ze zdroje, popřípadě z monochromátoru do adaptéru, a dále jsou v něm provedeny dvě k ose vstupní části /1/ symetrické drážky /3 a 4/, kolmé k delší straně obdélníkové štěrbinu /2/, v nichž je těsně zasunuta sestava dvou rovnoběžných nosných desek /5 a 6/, které jsou mezi sebou vázány na jedné straně dvěma distančními svorníky /7 a 8/ a na druhé straně dvěma konkávními segmenty /9 a 10/, přitaženými k nosným deskám /5 a 6/ a fixovanými do žádaného směru uvnitř sestavy nosných desek pomocí dvojice stahovacích šroubů /11 a 12/, přičemž konkávní segmenty /9 a 10/ jsou na svém vnitřním povrchu opatřeny odrazovými zrcadlovými plochami /13 a 14/, a v rovině souměrnosti konkávních segmentů /9 a 10/ je v nosných deskách /5 a 6/ pomocí osazených zátek /15 a 16/ uchycena průtoková celá /17/ s výhodou z křemenného skla, s vnitřním kapilárním otvorem /18/, na kterou jsou přes osazené zátky /15 a 16/ připojeny kapiláry /19 a 20/ pro přívod a odvod zkoumané kapaliny a za průtokovou celou /17/ je s touto rovnoběžně mezi nosnými deskami /5 a 6/ upevněna absorpční maska pro prošlé budicí zařízení /21/ s matně černým povrchem, přičemž mezi masku /21/ a dno /23/ výstupní části /24/ dvoudílného světlotěsného pouzdra je upevněn optický filtr /22/ a osazení /25/ výstupní části /24/ světlotěsného pouzdra je těsně zasunuto a šrouby /26/ pojištěno ve vstupní části /1/ světlotěsného pouzdra, přičemž ve vybrání dna /23/ výstupní části /24/ dvoudílného světlotěsného pouzdra je umístěno čidlo fluorescenčního záření, případně monochromátor, přičemž kapiláry /19 a 20/ pro přívod a odvod analyzované kapaliny jsou umístěny do dvou protilehlých drážek /27 a 28/, provedených na okraji výstupní části /24/, kde jsou světlotěsně kryty příločkami /29 a 30/ navlečenými na kapiláry /19 a 20/.



Obr. 1



Obr. 2