

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

91005

Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 06.03.1974 (P. 169489)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 01.10.1975

Opis patentowy opublikowano: 30.07.1977

MKP G01n 31/08

Int. Cl.² G01N 31/08

Twórcy wynalazku: Jerzy Kowalczyk, Andrzej Pałzewicz, Jan Klawiter,
Marian Kamiński

Uprawniony z patentu: Politechnika Gdańska, Gdańsk (Polska)

Chromatograf cieczowy, zwłaszcza do ciśnieniowej chromatografii cieczowej

1

Przedmiotem wynalazku jest chromatograf cieczowy, zwłaszcza do ciśnieniowej chromatografii cieczowej.

Dotychczas znany chromatograf cieczowy składa się z ciśnieniowego układu przeciwdyfuzyjnego, połączonego elastycznym przewodem z komorą dozowania, do której zamocowana jest kolumna chromatograficzna.

Kolumna chromatograficzna połączona jest z detektorem, z którego sygnał podawany jest na rejestrator. Ciśnieniowy układ przeciwdyfuzyjny stanowi zbiornik o przekroju kołowym, wewnątrz którego znajduje się rurka zamocowana w pokrywie zbiornika, doprowadzająca fazę ruchomą do kolumny chromatograficznej. Rurka usytuowana jest w zbiorniku osiowo i zaopatrzona we wkładki przeciwdyfuzyjne, zaś jej wlot znajduje się nad dnem zbiornika.

Niedogodnością opisanego chromatografu jest uciążliwa regulacja przepływu fazy ruchomej, brak możliwości szybkiego obniżania jej prędkości oraz opróżniania i napełniania zbiornika.

Ponadto, objętość zbiornika nie zapewnia ciągłej pracy chromatografu, a konstrukcja komory dozowania utrudnia dokonywanie powtarzalnych nastaw.

Celem wynalazku jest opracowanie konstrukcji chromatografu cieczowego, zwłaszcza do ciśnieniowej chromatografii cieczowej, który nie będzie posiadał opisanych wyżej niedogodności.

2

Cel ten został osiągnięty przez wyposażenie chromatografu w ciśnieniowy układ przeciwdyfuzyjny, składający się z cylindra z pokrywą, wykonanego korzystnie ze stali kwasoodpornej i umieszczonego w obudowie, wewnątrz którego usytuowany jest przewód z wkładkami przeciwdyfuzyjnymi, wykonanymi korzystnie z teflonu, sięgający do wgłębienia w dnie cylindra i przechodzący przez pokrywę cylindra oraz połączony poprzez zawór odcinający z dozownikiem.

Dozownik składa się z korpusu z otworem, w którym osadzona jest rurka, stanowiąca komorę dozowania. Dolna część komory dozowania połączona jest z kolumną chromatograficzną, korzystnie zaopatrzoną w dwuczęściowy płaszcz termostacyjny, zaś górna część komory dozowania połączona jest poprzez rurkę i membranę z prowadnicą igły. Pokrywa cylindra wyposażona jest w przewód z zaworem zwrotnym, doprowadzający gaz do cylindra, natomiast jego odnoga z zaworem odcinającym odprowadza gaz z cylindra.

Zalety rozwiązania według wynalazku polegają na możliwości szybkiego zatrzymywania przepływu fazy ruchomej, wymiany kolumn bez dekompresji w zbiorniku fazy ruchomej, napełniania i opróżniania cylindra fazą ruchomą bez uciążliwego zdejmowania pokrywy oraz na ciągłej pracy chromatografu w określonym przedziale czasu. Ponadto, chromatograf jest przystosowany do pracy przy ciśnieniu rzędu 100 atm., co zwiększa w sposób

istotny jego użyteczność oraz jest bardziej niezawodny w działaniu w porównaniu z chromatografami pompowymi.

Przedmiot wynalazku pokazany jest w przykładzie wykonania na rysunku, na którym fig. 1 przedstawia ciśnieniowy układ przeciwdyfuzyjny w przekroju wzdłużnym, fig. 2 — dozownik w przekroju wzdłużnym, zaś fig. 3 przedstawia płaszcz termostatyczny w przekroju poprzecznym.

Jak pokazano na fig. 1 ciśnieniowy układ przeciwdyfuzyjny składa się z cylindra 1 z pokrywą 2, wykonanego ze stali chromoniklowej z dodatkiem tytanu i umieszczonego w obudowie 3. Wewnątrz cylindra 1 usytuowany jest przewód 4 z teflonowymi wkładkami przeciwdyfuzyjnymi 5, zamocowanymi przy pomocy krążków stalowych 6 i tulejek dystansowych 7, dociskanych nakrętką 8.

Średnica wkładek przeciwdyfuzyjnych 5 jest równa średnicy wewnętrznej cylindra 1, zaś średnica krążków stalowych 6 jest mniejsza od średnicy cylindra 1. W dnie 9 cylindra 1 znajduje się wgłębienie 10, służące do odprowadzania całej fazy ruchomej z cylindra 1, do którego sięga przewód 4.

Przewód 4, przechodzący przez pokrywę 2, połączony jest poprzez zawór odcinający 11 z dozownikiem 12, który połączony jest z kolumną chromatograficzną 13. Pokrywa 2 wyposażona jest w przewód 14 z zaworem zwrotnym 15, doprowadzający gaz, natomiast jego odnoga 16 z zaworem odcinającym 17 odprowadza gaz z cylindra 1. Pokrywa 2 zamocowana jest do cylindra 1 przy pomocy śrub 18. Połączenie to uszczelnione jest uszczelką teflonową 19.

Dozownik 12 (fig. 2) składa się z korpusu 20 z otworem 21, w którym znajduje się rurka, stanowiąca komorę dozowania 22, zamocowana przy pomocy pasowanej suwliwie tulejki 23 i lekko włożonej tulejki 24.

Komora dozowania 22 w dolnej części łączy się bezpośrednio z kolumną chromatograficzną 13, zaś jej górna część, poprzez rozwalowaną rurkę 25 i membranę 26 łączy się z prowadnicą igły 27, zamocowaną przy pomocy tulejki mocującej 28 w otworze 29 korpusu 30 prowadnicy igły 27. Korpus 30 wkręcony jest w korpus 20 dozownika 12 i przy pomocy membrany 26 do jej stożkowatego gniazda 31. Z przewodu 4, otworem 32 doprowadza się fazę ruchomą do komory dozowania 22.

Jak pokazano na fig. 3, płaszcz termostatyczny 33 składa się z dwóch półkolistych części 34, połączonych zawiasami 35. Każda z części 34 wyposażona jest w warstwę izolacyjną 36 i zbiornik 37, zaopatrzone w dolnej części w króciec wlotowy 38, zaś w górnej części w króciec wylotowy 39 oraz w otwór 40, do osadzania w nim kolumny chromatograficznej 13.

Przez zbiornik 37 przepływa czynnik termostatyczny, a obie części 34 płaszcza 33 po osadzeniu w nim kolumny chromatograficznej 13 łączy się przy pomocy zatrzasków 41.

Działanie chromatografu według wynalazku polega na tym, że z cylindra 1 zdejmujemy się pokrywą 2 z przewodem 4 i wkładkami przeciwdyfuzyjnymi 5, a cylinder 1 napełnia się fazą ruchomą do około 90% jego objętości, wkłada do niego przewód 4 z wkładkami 5 oraz zamyka pokrywą 2. Do sieci włącza się detektor i rejestrator, a do zaworu zwrotnego 15 przykręca się przewód, doprowadzający gaz z butli poprzez butlowy reduktor ciśnienia.

Na reduktorze ciśnienia nastawia się żądane ciśnienie i odkręca przewód łączący kolumnę chromatograficzną 13 z detektorem. Na przewodzie 4 odkręca się zawór odcinający 11 i przez świeżo wypełnioną kolumnę 13 przepuszcza się fazę ruchomą aż do jej odpowietrzenia, a po połączeniu kolumny 13 z detektorem nakłada się na nią płaszcz termostatyczny 33.

Po ustaleniu równowagi i nastawieniu odpowiedniej czułości detektora do dozownika 12 wstrzykuje się roztwór analizowanych substancji, prowadząc dalej badania znanym sposobem.

Analizę można wykonywać także wówczas, gdy kolumna chromatograficzna 13 nie posiada płaszcza termostatycznego 33.

Opróżnianie cylindra 1 z fazy ruchomej następuje po odkręceniu kolumny 13 od dozownika 12, po uprzednim zamknięciu zaworu odcinającego 11, podstawieniu pod wylot dozownika 12 naczynia i ostrożnym otwarciu zaworu odcinającego 11. W podobny sposób można również cylinder 1 napełniać fazą ruchomą.

Zastrzeżenie patentowe

Chromatograf cieczowy, zwłaszcza do ciśnieniowej chromatografii cieczowej, składający się z ciśnieniowego układu przeciwdyfuzyjnego, dozownika, kolumny chromatograficznej, detektora i rejestratora, **znamienny tym**, że ciśnieniowy układ przeciwdyfuzyjny stanowi cylinder (1) z pokrywą (2), wykonany korzystnie ze stali kwasoodpornej, umieszczony w obudowie (3), wewnątrz którego usytuowany jest przewód (4) z wkładkami przeciwdyfuzyjnymi (5), wykonanymi korzystnie z teflonu, sięgający do wgłębienia (10) w dnie (9) cylindra (1) i przechodzący przez pokrywę (2) oraz połączony poprzez zawór odcinający (11) z dozownikiem (12), składającym się z korpusu (20) z otworem (21) z osadzoną w nim rurką, stanowiącą komorę dozowania (22), której dolna część połączona jest z kolumną chromatograficzną (13), zaopatrzoną korzystnie w dwuczęściowy płaszcz termostatyczny (33), zaś górna część komory dozowania (22) połączona jest poprzez rurkę (25) i membranę (26) z prowadnicą igły (27), przy czym pokrywa (2) cylindra (1) wyposażona jest w przewód (14) z zaworem zwrotnym (15), doprowadzający gaz do cylindra (1), natomiast jego odnoga (16) z zaworem odcinającym (17) odprowadza gaz z cylindra (1).

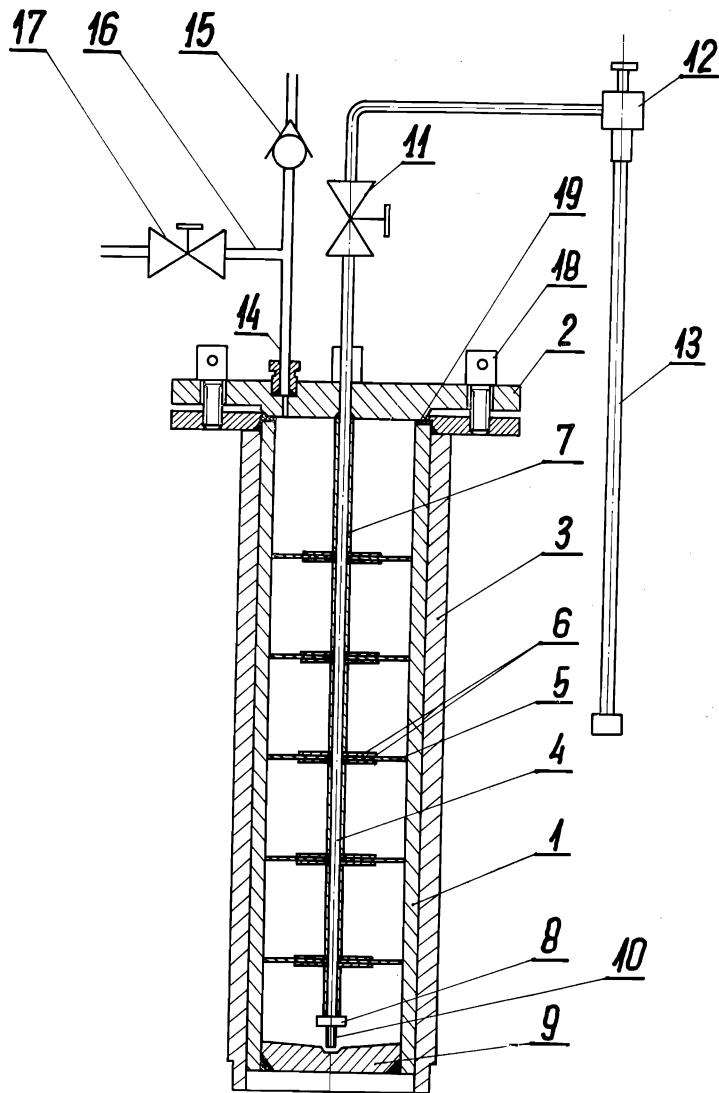


fig. 1

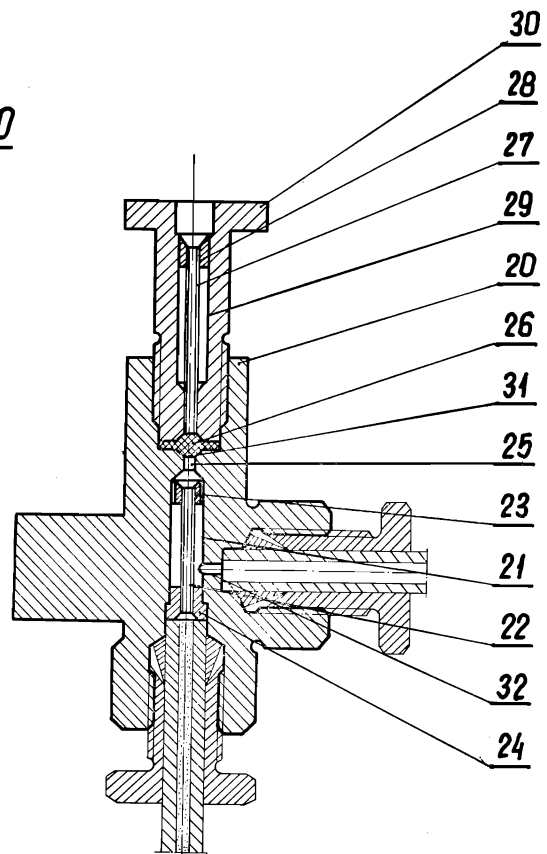


fig. 2.

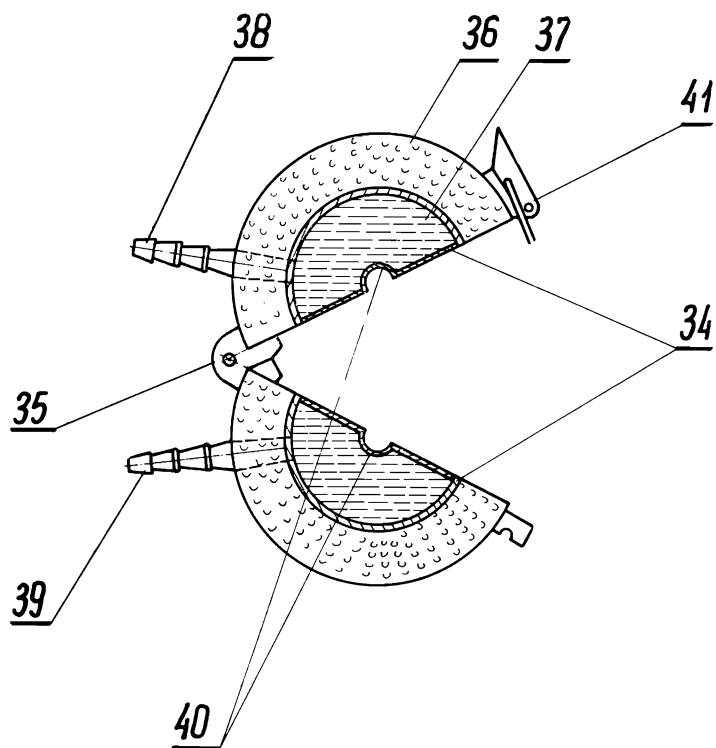


Fig. 3