



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

242190

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴
G 01 N 30/56

[22] Prihlášené 26 11 84

[21] [PV 9046-84]

[40] Zverejnené 22 08 85

[45] Vydané 15 09 87

[75]

Autor vynálezu

BEREK DUŠAN ing. CSc., BRATISLAVA; BUSZEWSKI BOGUSLAV Mgr.,
LUBLIN; MACKO TIBOR ing.; NOVÁK IVAN ing. CSc., BRATISLAVA

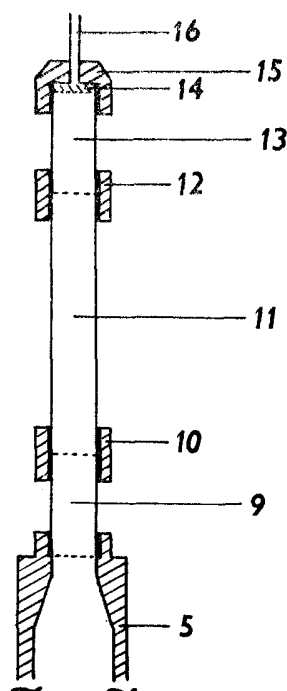
[54] Spôsob plnenia kolón pre vysokotlakovú kvapalinovú chromatografiu
a zariadenie na jeho prevádzkanie

1

Spôsob a zariadenie je určené na plnenie chromatografických kolón suspenziou sorbenta. Podstata spôsobu spočíva v tom, že po tlakovopulznom naplnení kolóny a pomocných kolón suspenziou v jednom smere sa pokračuje v tlakovopulznom plnení v smere, ktorý je opačný vzhľadom na smer predchádzajúceho plnenia kolóny.

Podstata zariadenia pozostávajúceho z vysokotlakového čerpadla spojeného so zásobníkom suspenzie a kolónou spočíva v tom, že kolóna je na oboch koncoch predĺžená pomocnými kolónami.

2



Obr. 2

Vynález sa týka spôsobu plnenia kolón pre vysokotlakovú kvapalinovú chromatografiu časticami menšími ako 20 μm a zariadenia na jeho prevádzanie.

Doteraz treba za účelom dosiahnutia vysokej separačnej schopnosti chromatografickej kolóny naplniť kolónu časticami sorbenta tak, aby vznikla stabilná, homogénna, kompaktná štruktúra usporiadaných častíc. Pritom treba vytvoriť podmienky, ktoré zabraňujú nerovnomernému rozdeleniu sa častíc v kolóne podľa ich rozmerov a predísť vzájomnej agregácii častíc v priebehu plnenia kolóny. Agregácia častíc menších ako 20 μm sa najúčinnnejšie potlačí použitím kvapalného plniaceho média pri plnení kolóny, odpynením suspenzie častíc sorbenta a dispergovaním suspenzie pomocou ultrazvuku. Protiagregačný účinok sa niekedy zväčšuje tým, že do suspenzie sa pridá látka sorbujúca sa na povrch častíc tak, že častice sa následkom toho odpudzujú. Sediementácii častíc v priebehu plnenia kolóny, to je rozdeleniu častíc podľa ich rozmerov a hmotnosti sa zabraňuje použitím takej kvapaliny, ktorá má hustotu totožnú s hustotou matrice sorbenta alebo použitím vysokoviskózne kvapaliny. Všeobecne sa uplatňujú dva spôsoby plnenia kolóny suspenziou častíc sorbenta. Pri plnení kolóny zhora nadol sa suspenzia čerpá do prázdnej alebo kvapalinou naplnenej kolóny v smere gravitácie, pričom tlak alebo prietok kvapaliny sa udržiava konštantný. Pri plnení kolóny zdola nahor sa suspenzia čerpá do kolóny v smere proti gravitácii. Pritom sa používa zariadenie, ktoré pozostáva z vysokotlakového čerpadla spojeného so zásobníkom suspenzie, na ktorý sa pripojí pred plnením kolóna. Ako zásobník suspenzie sa niekedy používa nástavná kolóna. Po naplnení sa kolóna odpojí, uzavrie a testuje sa jej separačná účinnosť. Používané zariadenia a spôsoby plnenia kolón sa odlišujú konštrukciou, druhom použitých kvapalín a hodnotami tlaku a prietoku, pri ktorých sa kolóna plní. Nevýhodou používaných zariadení a spôsobov plnenia chromatografických kolón je, že náplň kolóny má nedostatočne stabilnú štruktúru. Uvedený nedostatok má za dôsledok dodatočné usadzovanie lôžka sorbenta pri mechanických otrasoch kolóny, ako aj pri tlakových pulzoch eluenta, napríklad pri dávkovaní vzorky do kolóny a pri výmenách eluenta.

Uvedený nedostatok odstraňuje spôsob plnenia kolón pre vysokotlakovú kvapalinovú chromatografiu a zariadenie na jeho prevádzanie. Podstata spôsobu spočíva v tom, že po tlakovopulznom naplnení kolóny a pomocných kolón suspenziou v jednom smere sa pokračuje v tlakovopulznom plnení v smere, ktorý je opačný vzhľadom na smer predchádzajúceho plnenia kolóny. Podstata

zariadenia pozostávajúceho z vysokotlakového čerpadla spojeného so zásobníkom suspenzie a kolónou spočívajúca v tom, že kolóna je na oboch koncoch predĺžená pomocnými kolónami.

Vynález spôsobu plnenia kolón pre vysokotlakovú kvapalinovú chromatografiu a zariadenia na jeho prevádzanie umožňuje získať chromatografickú kolónu so zvýšenou odolnosťou voči tlakovým nárazom a stabilnejšou štruktúrou náplne.

Na pripojenom výkrese je na obr. 1 bloková schéma zariadenia a na obr. 2 je znázornené spojenie kolóny s pomocnými kolónami a so zásobníkom suspenzie. Na obr. 2 sú závitové spojenia vyznačené hrubšou čiarou.

Nádoba 1 pre kvapalinu je spojená podľa obr. 1 s vysokotlakovým čerpadlom 2 (tlak do 100 MPa), tlakomerom 3, vysokotlakovým ventilom 4, zásobníkom 5, predĺženou kolónou 6 a so zbernou nádobou 7 pomocou kovových kapilár 8. Predĺžená kolóna 6 pozostáva z kolóny 11 a z pomocných kolón 9, 13, ktoré sú pripevnené ku kolóne 11 pomocou spojok 10, 12. Pomocná kolóna 9 je pripojená ku zásobníku 5 a k pomocnej kolóne 13 je pripojená koncovka 15.

Koncovka 15 obsahuje filter 14 s otvormi menšími ako je veľkosť častíc plnených do kolóny 11 a vývod 16, ktorým sa kvapalina odvádza do zbernej nádoby 7. Pred plnením kolóny 11 sa zásobník 5 naplní suspenziou. Prívod kvapaliny do zásobníka 5 sa uzatvorí vysokotlakovým ventilom 4 a vysokotlakovým čerpadlom 2 sa zvýši tlak kvapaliny. Po otvorení vysokotlakového ventilu 4 prúd kvapaliny premiestni suspenziu do kolóny 11 a do pomocných kolón 9, 13. Po ustálení tlaku v systéme sa vysokotlakový ventil 4 viacnásobne, po prestávkach otvorí a zatvorí, čím sa generujú tlakové pulzy pôsobiace na náplň kolóny 11. Obdobne možno tlakové pulzy generovať občasným vypínaním pohonu čerpadla 2. Po uzatvorení vysokotlakového ventilu 4 a po poklese tlaku v kolóne 11 sa odpojí pomocná kolóna 9 od zásobníka 5 a koncovka 15 od pomocnej kolóny 13. Kolóna 11 ostáva pritom stále spojená s pomocnými kolónami 9, 13. Po otočení kolóny 11 s pomocnými kolónami 9, 13 sa pomocná kolóna 13 spojí so zásobníkom 5, pomocná kolóna 9 sa spojí s koncovkou 15 a pokračuje sa v plnení kolóny 11 už opísaným postupom generovania tlakových pulzov. Naplnená kolóna 11 sa odpojí od pomocných kolón 9, 13 a uzatvorí sa z oboch strán koncovkami 15.

Vynález spôsobu plnenia kolón pre vysokotlakovú kvapalinovú chromatografiu a zariadenia na jeho prevádzanie možno využiť na plnenie chromatografických kolón v analytických a výskumných laboratóriách.

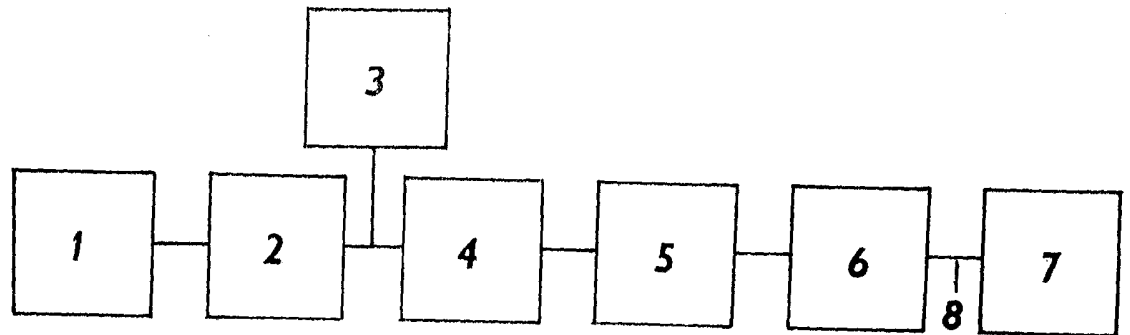
PREDMET VYNÁLEZU

1. Spôsob plnenia kolón pre vysokotlakovú kvapalinovú chromatografiu suspenziou sorbenta, vyznačujúci sa tým, že po tlakovopulznom naplnení kolóny a pomocných kolón suspenziou v jednom smere sa pokračuje v tlakovopulznom plnení v smere, ktorý je opačný vzhľadom na smer predchádzajúceho plnenia kolóny.

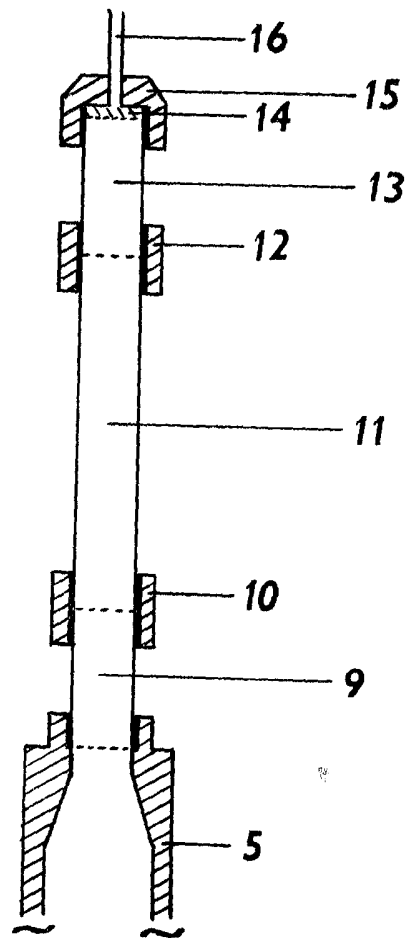
2. Zariadenie pre vykonávanie spôsobu podľa bodu 1 pozostávajúce z vysokotlakového čerpadla spojeného so zásobníkom suspenzie a kolónou, vyznačujúce sa tým, že kolóna [11] je na oboch koncoch predĺžená pomocnými kolónami [9, 13].

1 list výkresov

242190



Obr. 1



Obr. 2