

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

249113
(11) (B2)



ÚRAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

(22) Přihlášeno 27 05 81

(21) (PV 3918-81)

(32) (31) (33) Právo přednosti od 06 06 80
(P 30 21 366.2)
Německá spolková republika

(40) Zveřejněno 17 07 86

(45) Vydáno 15 03 88

(51) Int. Cl.⁴
B 01 D 15/08

(72)

Autor vynálezu

GUNKEL WERNER, DARMSTADT (NSR)

(73)

Majitel patentu

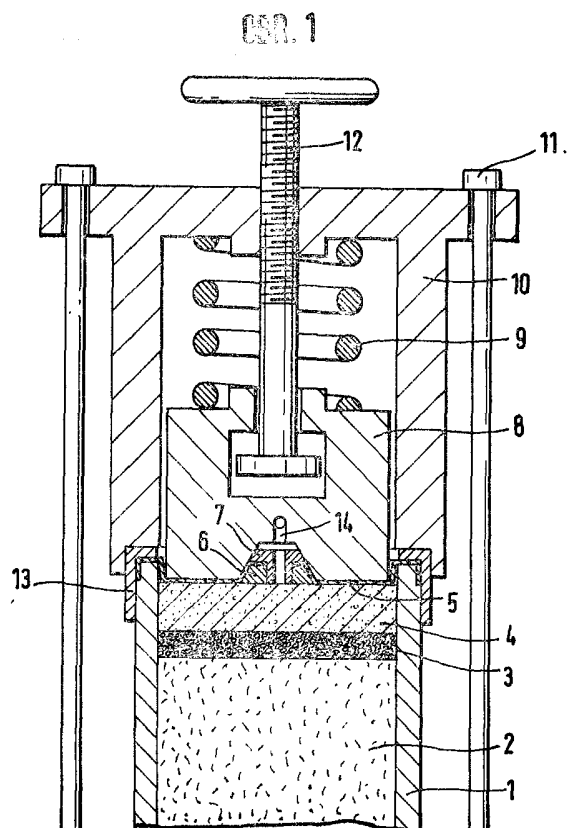
MERCK PATENT GESELLSCHAFT MIT BESCHRÄNKTER HAFTUNG,
DARMSTADT (NSR)

(54) Dělicí sloupec pro kapalinovou chromatografii

1

Řešení spočívá v tom, že na horní konec trubkového tělesa (1) sloupce je upevněna upínací kroužek (13) pružná membrána (5), na kterou dosedá osově pohyblivý píst (8), opatřený středovým přívodním kanálem (14).

2



Vynález se týká dělicího sloupce pro kapalinovou chromatografii.

Dělicí sloupec pro kapalinovou chromatografii, zejména sloupec menšího průměru, se zpravidla po vložení náplně do trubkového tělesa sloupce pevně uzavřou fritou, přičemž má ve sloupci zůstat co možná nejmenší neúčinný prostor. U chromatografických dělicích sloupců s větším průměrem se však až dosud nepodařilo provést náplň tak, aby měla úplně konstantní objem. Obvykle se náplň při čerpání elučního činidla podle druhu materiálu a způsobu plnění zpravidla komprimuje asi o 0,5 až 2 % délky sloupce. Nezávisle na rozměrech sloupce však dochází, zejména při použití polárních rozpouštědel, následkem sice nepatrné, v trvalém provozu však znatelné rozpustnosti sorbentů v elučním činidle, ke smršťování náplně. Všechny tyto jevy vedou u sloupců, které jsou z obou čelních stran pevně uzavřeny fritou, ke zvětšení mrtvého prostoru mezi náplní a fritou, čímž klesá dělicí účinnost; při vyschnutí sloupce, kterému se v praxi prakticky nedá vyhnout, pak může docházet ve spojení s nárazy ke vzniku trhlin a tedy k úplnému zničení náplně.

Aby se odstranil mrtvý prostor dělicího sloupce, bylo již navrženo uzavřít konec sloupce výškově nastavitelnými zátkami. Zejména u sloupců většího průměru je však utěsnění zátek na obvodu sloupce problematické, protože sloupec musejí mít velice úzké tolerance průměru. Zejména tehdy, když pro dobrou chemickou odolnost mají být sloupce ze skla a zátky s těsněním z polytetrafluorethylenu, je tento návrh vzhledem k nebezpečí popraskání v praxi neuskutečnitelný.

Z patentu DOS čís. 2 655 650 jsou známé dělicí sloupce, u kterých se má radiálním stlačením sloupce zabránit vzniku mrtvého prostoru v náplni. K tomuto účelu však musí být sloupec z elastického materiálu. Pro běžné sloupce z kovu, skla nebo nestlačitelné plastické hmoty je tento návrh nepoužitelný.

Z uvedeného vyplývá potřeba vytvořit dělicí sloupec tak, aby bylo možné vyrovnávat objemové smršťování náplně, aniž by bylo třeba používat speciálních materiálů pro samotný sloupec nebo vyrábět sloupce s velice přesným rozměrem a tedy velice drahé.

Podstata dělicího sloupce pro kapalinovou chromatografii sestávajícího z trubkového tělesa s náplní spočívá podle vynálezu v tom, že na horní konec trubkového tělesa přiléhá pružná membrána, která je na obvodu z horní strany upevněna upínacím kroužkem a uprostřed dvoudílným připojovacím kuželem, přičemž na membránu dosedá osově pohyblivý píst, opatřený středovým přívodním kanálem.

Výhoda dělicího sloupce podle vynálezu spočívá v tom, že spojitým stejnoměrným tlakem pístu na povrchovou plochu sorbentu se náplň stabilizuje a ani při delší době pro-

vozu sloupce se nemohou vytvořit mrtvé prostory. Pružná membrána, například z polytetrafluorethylenu, přebírá funkci těsnění čelní plochy dělicího sloupce, takže vnitřní průměr sloupce nemusí ležet v úzkých tolerančních mezích. Píst, který slouží pouze k přenášení tlaku, nemá naproti tomu žádnou těsnicí funkci a může být tedy přizpůsoben průměru sloupce s většími tolerancemi. Použitím pružné membrány je utěsnění sloupců i většího průměru a sloupců pracujících s vyššími tlaky zcela bez problémů.

Vynález bude vysvětlen v souvislosti s příklady provedení znázorněnými na výkresech, kde obr. 1 ukazuje řez hlavou dělicího sloupce s částí upínacího zařízení a obr. 2 ve zvětšeném měřítku samotnou hlavu kolony.

V trubkovém tělese 1 dělicího sloupce je uložena náplň 2, která je zakryta shora vrstvou 3 kuliček, na níž spočívá fritu 4. Na fritu 4 dosedá pružná membrána 5, která je připojena dvoudílným připojovacím kuželem 6, 7 k pístu 8 a upevněna na trubkovém tělese 1 sloupce upínacím kroužkem 13. Horní příruba 10 upínacího zařízení dělicího sloupce je uchycena upínacími šrouby 11. Ke zdvihání pístu 8 od trubkového tělesa 1 slouží závitové vřetenno 12, na kterém je nasunuta tlačná pružina 9. Přívodním kanálem 14 se do sloupce přivádí eluční činidlo.

Jako materiálu dělicího sloupce lze použít všech běžných dělicích sloupců, to znamená z oceli, skla nebo plastické hmoty. Volba materiálu se řídí především podle toho, jaké zatížení, to znamená jaký přetlak musí sloupec vydržet. Vynález je použitelný zejména u preparativních kolon, to znamená takových, které mají průměr 50 až 500 mm nebo i větší, není však omezen na dělicí sloupce tohoto průměru, nýbrž je vhodný pro všechny technicky realizovatelné průměry dělicích sloupců. Podle vynálezu mohou být velmi výhodně vyrobeny zejména preparativní dělicí sloupce pro průmyslovou výrobu, které mají značně velké průměry a v nichž stabilita náplně je mnohem problematičtější než v analytických sloupcích. Aby byla zajištěna spolehlivá funkce sloupce, má být pouze průměr sloupce větší než asi 0,1 délky sloupce.

Dělicí sloupec podle vynálezu mohou být plněny všemi obvyklými sorbenty, jako je např. silikagel, křemelina nebo kysličník hlinitý. Po naplnění trubkového tělesa 1 se na náplň 2 nanese tenká vrstva 3 z netečného materiálu, např. ze skleněných kuliček, která má tloušťku asi 5 až 10 mm. Tato vrstva 3 má zejména ten účel, aby stejnoměrně rozdělovala tlak vyvozaný pístem 8. Vrstva 3 kuliček se pak zakryje fritou 4 z pórovitého netečného materiálu, s výhodou keramického. Fritu 4 má za úkol rovnoměrně rozdělovat látky přiváděné přívodním kanálem 14 po ploše sorbentu. K tomuto úče-

lu mohou být na povrchu frity 4 vytvořeny neznázorněné rozváděcí kanálky. Dělicí sloupec má být pokud možno naplněn tak vysoko, aby horní strana frity 4 byla přibližně ve stejné rovině jako čelní plocha trubkového tělesa 1.

Na naplněný dělicí sloupec se pak položí pružná membrána 5 s dvojdílným připojovacím kuželem 6, 7, která se upevní upínacím kroužkem 13. Po nasazení sloupce do upínacího zařízení se horní příruba 10 přitiskne pomocí upínacích šroubů 11. Tím je pružná membrána 5 udržována spolehlivě na čelní straně trubkového tělesa 1 a sloupec je současně bezpečně utěsněn.

Pružná membrána 5, která má za úkol zajistit spolehlivé utěsnění hlavy sloupce vůči směsí látek a elučním činidlům přiváděným přívodním kanálem 14, musí být schopná plnit tuto úlohu spolehlivě i při silné deformaci, například až asi 18 mm ve směru osy pístu 8. Jako materiály vhodné pro tuto

membránu lze proto uvést například silikonový kaučuk nebo butylkaučuk. V důsledku velmi dobré odolnosti vůči působení rozpouštědel při současné schopnosti deformace se však dává přednost zejména polytetrafluorethylenu.

Aby se vyrovnalo objemové smrštění náplně 2 dělicího sloupce, ke kterému dochází během provozu, stačí pouze posunout píst 8 pomocí vhodného neznázorněného zařízení, čímž se pružná membrána 5 zdeformuje do tvaru znázorněného na výkrese. Velmi účelné je provedení, kdy je píst 8 trvale přitisknut předem stanovenou silou na povrch sorbentu. Toho lze dosáhnout podle vynálezu tím, že mezi přírubou 10 a pístem 8 je umístěna tlačná pružina 9. Pomocí závitového vřetena 12 lze píst 8 zdvihnout od trubkového tělesa 1 proti síle tlačné pružiny 9, což je nutné například při sestavování a rozebírání dělicího sloupce.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Dělicí sloupec pro kapalinovou chromatografii, sestávající z trubkového tělesa s náplní, vyznačený tím, že na horní konec trubkového tělesa (1) přiléhá pružná membrána (5), která je na obvodu z horní strany upevněna upínacím kroužkem (13) a uprostřed dvoudílným připojovacím kuželem (6, 7), přičemž na membránu (5) dosedá osově pohyblivý píst (8), opatřený středovým přívodním kanálem (14).

2. Dělicí sloupec podle bodu 1, vyznačený

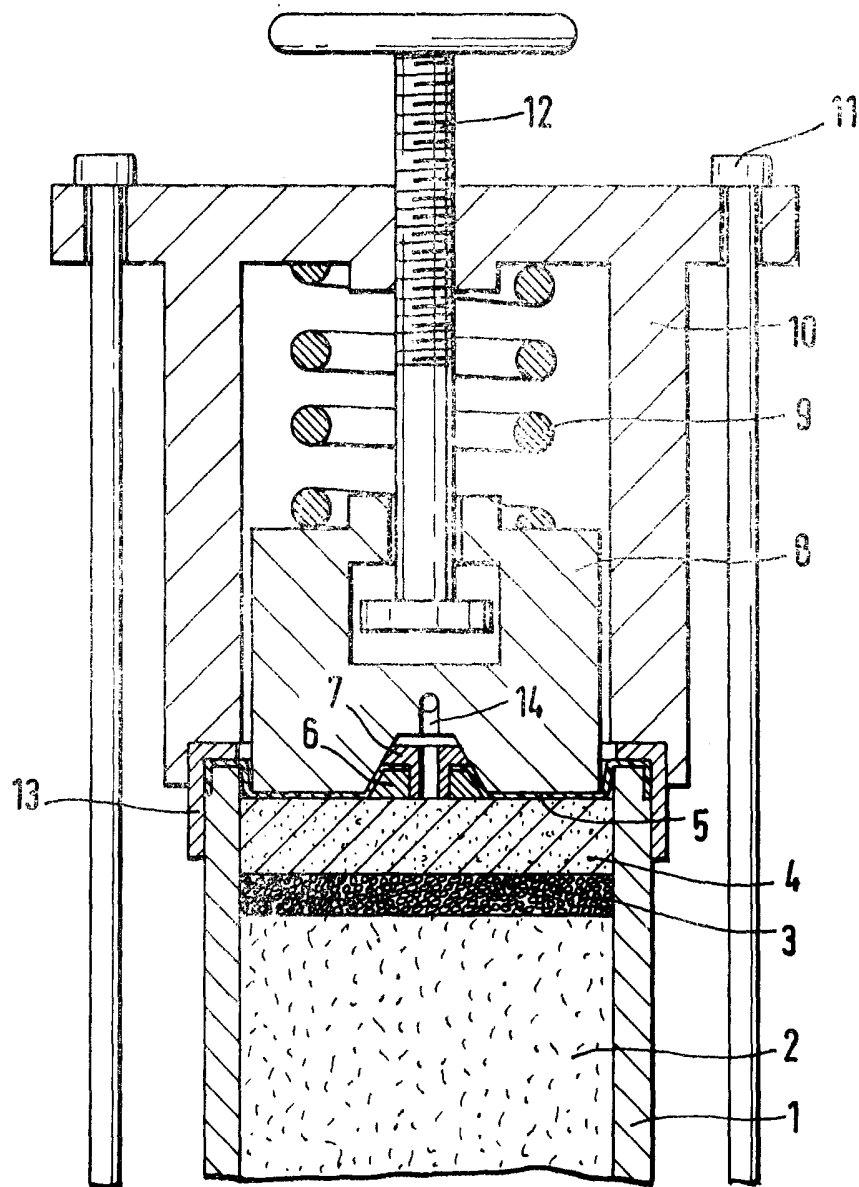
tím, že pružná membrána (5) je z polytetrafluorethylenu.

3. Dělicí sloupec podle bodu 1, vyznačený tím, že na píst (8) dosedá tlačná pružina (9), opřená svým horním koncem o horní přírubu (10).

4. Dělicí sloupec podle bodu 1, vyznačený tím, že pod membránou (5) je v trubkovém tělese (1) uložena pórovitá frit (4), která spočívá na vrstvě (3) kuliček z netečného materiálu, nesené náplní (2).

2 listy výkresů

OBR. 1



OBR. 2

