

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

221326

(11)

(B1)



ŘÁD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

(22) Přihlášeno 13 11 81

(21) (PV 8369-81)

(40) Zveřejněno 15 09 82

(45) Vydáno 15 01 86

(51) Int. Cl.³

B 01 J 4/00

G 01 N 31/08

[75]

Autor vynálezu

ŠPAČEK PAVEL ing. CSc., VOZKA STANISLAV RNDr. CSc., ČOUPEK
JIŘÍ ing. CSc., KUBÍN MIROSLAV ing. CSc., PORSCH BEDŘICH ing. CSc.,
PRAHA

(54) Zařízení pro tlakové kontinuální plnění kolon pro vysokotlakou kapalinovou chromatografii

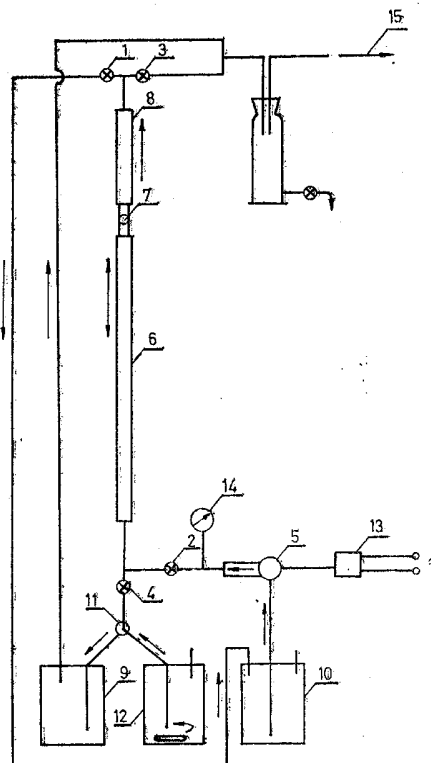
1

2

Vynález se týká zařízení pro kontinuální způsob plnění kolon pro vysokotlakou kapalinovou chromatografii suspenzí sorbentu.

Podstata vynálezu spočívá v tom, že tlaková pumpa je přes první vysokotlaký ventil spojena s jedním koncem plnicí trubky, na jejímž druhém konci je přes průzor připojen jeden konec kolony, jejíž druhý konec je jednak přes druhý ventil připojen k podtlakovému zásobníku odpadní suspenze, jednak přes první ventil k zásobníku plnicí směsi připojeném na vstup tlakové pumpy, přičemž druhý výstup prvního vysokotlakého ventilu je připojen přes druhý vysokotlaký ventil a dvoucestný ventil jednak k zásobníku suspenze sorbentu, jednak k podtlakovému zásobníku odpadní suspenze, přičemž dva a dva ventily mohou být nahrazeny vždy jen jediným dvoucestným ventilem a průzor může být opatřen optickým čidlem pro automatické ovládání činnosti celého zařízení.

Zařízení je výhodné zejména pro plnění skleněných plášťových kolon.



Vynález se týká zařízení pro kontinuální způsob plnění kolon pro vysokotlakou kapalinovou chromatografii.

Při plnění chromatografických kolon se obvykle používá různých způsobů tlakového plnění chromatografických kolon suspenzí používaného sorbentu ve vhodném rozpouštědle, přičemž důležitou podmínkou je, aby plnicí tlak byl vyšší nebo stejný jako nejvyšší tlak přicházející v úvahu při vlastním chromatografování tak, aby nedocházelo k sesedání náplně kolony, tj. řádově několik MPa. U dostatečně mikroparticulárních částic (d_p pod $10 \mu\text{m}$) není přítom nutné pracovat se stejnou hustotou sorbentu a rozpouštědla proto, že v důsledku obvykle krátkých plnicích časů nedochází ke znetelné frakcionaci sorbentu sedimentací. Důležitou podmínkou naopak bývá, aby polarita použité plnicí směsi nezpůsobila agregaci částic suspenze. Důsledkem těchto požadavků, plnění každé kolony se musí rozebírat, čistit zejména vysokého tlaku bývá, že plnicí zařízení je poměrně složité, robustní a po namod usazeného sorbentu a pak znovu kompletovat před plněním další kolony. Doba plnění a jeho reprodukovatelnost se tak stává jednou z nejnáročnějších operací při výrobě plněných chromatografických kolon, což může zejména při jejich sériové výrobě negativně ovlivňovat ekonomiku jejich výroby.

Popsané potíže při sériové výrobě kolon odstraňuje zařízení podle vynálezu, které spočívá v tom, že tlaková pumpa je přes první vysokotlaký ventil spojena s jedním koncem plnicí trubky, na jejímž druhém konci je přes průzor připojen jeden konec kolony, jejíž druhý konec je jednak přes druhý ventil připojen k podtlakovému zásobníku odpadní suspenze, jednak přes první ventil k zásobníku plnicí směsi připojeném na vstup tlakové pumpy, přičemž druhý výstup prvního vysokotlakého ventilu je připojen přes druhý vysokotlaký ventil a dvoucestný ventil jednak k zásobníku suspenze sorbentu, jednak k podtlakovému zásobníku odpadní suspenze.

Zařízení pro kontinuální způsob plnění kolon pro vysokotlakou kapalinovou chromatografii podle vynálezu je znázorněno na výkresu a sestává z ventilů **1, 2, 3, 4**, průzoru **7**, plnicí trubice **6**, manometru **14**, tlakové pumpy **5**, dvoucestného ventilu **11**, zásobníku **10** plnicí směsi, zásobníku **12** plnicí suspenze, zásobníku **9** odpadní suspenze, podtlaku **15**, vypínače **13** a kolony **8**, která se má plnit.

U zařízení podle vynálezu mohou být ventily **1, 3**, případně **2, 4** nahrazeny vždy jen jediným dvoucestným ventilem.

Optický průzor **7** může být opatřen optickým čidlem pro automatické ovládání činnosti celého zařízení.

Zařízení je výhodné zejména pro plnění čs. a. o. 217 255.

Při manipulaci se suspenzí sorbentu vy-

užívá kombinovaného způsobu transportu prostřednictvím tlakové pumpy a podtlaku. Suspenze je tak prakticky v neustálém, střídavě opačném pohybu a zařízení prakticky nevyžaduje rozebírání a čištění během své činnosti. Nároky na kvalitu použitého vakua jsou minimální, obvykle stačí běžná vodní vývěva nebo i podtlak několika metrů vodního sloupce. Způsob plnění pomocí zařízení podle vynálezu, znázorněného na obrázku, je následující.

Na počátku plnění je vypínačem **13** vypnut motor tlakové pumpy **5** a manometr **14** je na nule. Kolona **8** i plnicí trubice **6** jsou prázdné, dvojecestný ventil **11** (beztlakový) je přepnut na zásobník **12** s míchanou suspenzí sorbentu v příslušném rozpouštědle. Je zapnut zdroj podtlaku **15**, ventily **1, 2, 3** jsou zavřeny, ventil **4** je otevřen. Nejprve se otevře ventil **3** tak dlouho, až se suspenze sorbentu objeví v průzoru **7**, ventil **3** a následně i ventil **4** se zavřou a celé zařízení je připraveno k vlastnímu tlakovému plnění. Nejprve se otevře ventil **1** pro odtok rozpouštědla z hlavy kolony **8** do zásobníku **10** plnicí směsi. Pak se vypínačem **13** zapne tlaková pumpa **5** tak dlouho, až manometr **14** ukazuje požadovaný plnicí tlak, například 40 MPa a otevře se ventil **2** (suspenze sorbentu je například při 40 MPa tlakově plněna z trubice **6** do kolony **8**) tak dlouho, až v průzoru **7** je vidět spodní konec sloupce sorbentu naplněného v koloně **8**, načež se vypínačem **13** zastaví tlaková pumpa **5**. Když tlak v systému klesne asi na $20-10 \text{ MPa}$ (manometr **14**), otevře se ventil **4** a zbývajícím tlakem se zbytky sedimentovaného gelu v okolí ventilu **4** uvolní a částečně vytlačí do zásobníku **12** s míchanou suspenzí. Následuje uzavření ventilu **2**, pak **1** a demontuje se naplněná kolona **8**. Ventil **11** se přepne na zásobník **9** s odpadní suspenzí a rozpouštědlem, kam v důsledku existujícího podtlaku **15** se zbytky suspenze a rozpouštědla z trubice **6** odsají. Ventil **11** se pak opět přepne na zásobník **12**, napojí se další prázdná kolona **8** a po otevření ventilu **3** se celá operace opakuje.

Během činnosti je v popsáném zařízení tlakově namáhán pouze ventil **2, 4**, přičemž pouze ventil **4** přichází do styku se suspenzí sorbentu, a je tedy třeba věnovat pozornost jeho výběru a občasně kontrole jeho stavu. Ventily **1, 3** jsou beztlakové a mohou být skleněné. Celé zařízení je tlakově namáháno pouze v části ohraničené ventily **4, 2** a horním koncem kolony **8**; v této části je vhodné použít nerezavějící ocel, zbytek aparatury může být ze skla, plastu a podobně. Celé zařízení pro plnění kolon tvoří uzavřený systém, který vyžaduje pouze občasně doplnit suspenzi v zásobníku **12**, popřípadě regenerovat zbytky sorbentu odsáté do zásobníku **9**. Kolona **8** může být uchycena buď na závit obdobně jako v chromatografu (ovšem bez spodní sítky), nebo na odpru-

žená teflonová sedla dotahovaná na určitý moment pákou, což může zároveň sloužit jako pojistka maximálního přetlaku. Průzor 7 může být s výhodou doplněn fotočidlem, jehož odezvy lze využít pro automatické ovládání celé plnicí operace.

V dalším se předmět vynálezu a funkce zařízení blíže ukáže na několika příkladech použití.

Příklad 1

Na zařízení podle vynálezu bylo plněno 15 skleněných kolonek určených pro aplikaci v kovovém plášti pro chromatografii v reverzní fázi. Pro plnění byla použita suspenze silikagelu modifikovaného oktadecylovým alifatickým řetězcem. Sorbent byl suspendován v ethylacetátu tak, že na 1 díl jeho sypaného objemu bylo použito 9 obj. dílů esteru; kolonky měly vnitřní průměr 3,3 mm a délku 150 mm, trubice 6 měla objem 30 ml. Při plnění byl použit tlak 40 MPa a podtlak 15 vodní vývěvy. Tlaková pumpa 5 byla modifikovaný typ Orlita, vyrobená v

dílnách ústavu. Naplněné kolony měly 5000 až 6000 teoretických pater/10 cm měřeno toluenem ve směsi metanol—voda (70 : 30) při průtoku 0,5 ml/min.

Příklad 2

Na zařízení podle vynálezu obdobně jako v příkladu 1 bylo naplněno 20 chemicky zpevněných skleněných kolon (podle čs. a. o. 217 255) při aplikaci plnicího tlaku 50 MPa. Sorbentem byl silikagel o středním průměru částic 5 μm a měrném povrchu 450 m^2/g suspendovaný ve směsi metanol—dioxan (50 : 50) tak, že na 1 díl sypaného objemu silikagelu bylo použito 15 obj. dílů uvedené směsi. Skleněné kolony měly objem 1 ml, objem plnicí trubice 6 byl 50 ml, zdrojem tlaku, resp. podtlaku 15 byla opět modifikovaná Orlita, resp. vodní vývěva. Účinnost kolon se pohybovala mezi 6—7 tisíci teoretických pater/10 cm délky kolony, měřeno toluenem v n-heptanu při průtoku 0,75 ml/min.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Zařízení pro tlakové kontinuální plnění kolon pro vysokotlakou kapalinovou chromatografii suspenzí sorbentu, vyznačené tím, že tlaková pumpa (5) je přes první vysokotlaký ventil (2) spojena s jedním koncem plnicí trubky (6), na jejímž druhém konci je přes průzor (7) připojen jeden konec kolony (8), jejíž druhý konec je jednak přes druhý ventil (3) připojen k podtlakovému zásobníku (9) odpadní suspenze, jednak přes první ventil (1) k zásobníku (10) plnicí směsi připojenému na vstup tla-

kové pumpy (5), přičemž druhý výstup prvního vysokotlakého ventilu (2) je připojen přes druhý vysokotlaký ventil (4) a dvoucestný ventil (11) jednak k zásobníku (12) suspenze sorbentu, jednak k podtlakovému zásobníku (9) odpadní suspenze, přičemž ventily (1 a 3), případně ventily (2 a 4) jsou popřípadě nahrazeny vždy jen jediným dvoucestným ventilem a průzor (7) je popřípadě doplněn optickým čidlem pro automatické ovládání činnosti celého zařízení.

