



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

267 993

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴
G 01 N 30/56

(21) PV 421-87.H
(22) Přihlášeno 20 01 87

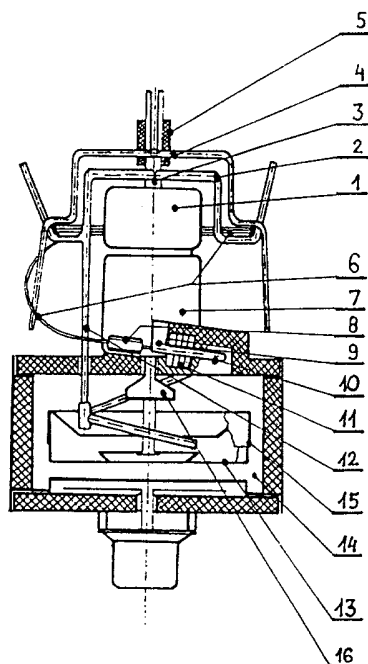
(40) Zveřejněno 13 06 89
(45) Vydáno 31 07 90

(75)
Autor vynálezu

ROZPRÁVKA JAROSLAV ing. CSc., PRAHA (CS)
MISTRJUKOV ELEKTRON ALEXANDROVIČ RNDr. DrCs.,
MOSKVA (SU)

(54) Zařízení pro nanášení kapalinové fáze
na kapilární chromatografické kolony

(57) Zařízení slouží k nanášení stacionární fáze na skleněné a křemenné chromatografické kolony. Svým konstrukčním uspořádáním podstatně zlepšuje přechod z podávací do přijímací kazety, což má za následek výrazně nižší procento poškození kapilár vzhledem ke stávajícím zařízením. Zařízení je tvořeno elektrickým motorkem pro otáčení přijímací kazety uložené v termostatu, na jehož vstupu je vytvořena předehřívací zóna a upevněn podávací mechanismus kapiláry a dále vibrátorem, jehož jádro je spojeno s podávací kazetou. Podávací kazeta je opatřena víkem, které je zavěšeno na tlumiči vibrací, upevněném na jádru vibrátoru, zatímco do přijímací kazety, jejíž základní díl je spojen přes ložisko s hřídelí elektrického motoru je zaveden výstup vodící trubky, jejíž vstup opatřený zásobníkem mazacího média je upevněn v předehřívací zóně, přičemž podávací kazeta a vodící trubka pro vedení kapiláry jsou spojeny tyčí.



Vynález se týká zařízení pro nanášení kapalinové fáze na kapilární chromatografické kolony.

Je známo zařízení pro nanesení kapalinové fáze na vnitřní povrch skleněné kapilární chromatografické kolony, které se skládá z podávacího mechanismu a termostatu, do kterého přes boční otvor se postupně zavádí podávacím mechanismem kapilární chromatografická kolona, která je už naplněna roztokem s kapalinovou stacionární fází. Rychlé vypařování rozpouštědla způsobí ve vnitřní části kapiláry vznik vysokého tlaku, což má za následek postupné nanášení kapalinové stacionární fáze na vnitřní plochu kapiláry. Hlavním nedostatkem uvedeného způsobu je nerovnoměrný přechod rozpouštědla z kapalně do plynné fáze, v důsledku čehož se kapalinová stacionární fáze nanáší na vnitřní povrch kapiláry nerovnoměrně. Kapilární chromatografické kolony, vyrobené při použití uvedeného způsobu mají nízkou efektivnost a vysoké kolísání pracovních parametrů.

Dále je známo zařízení, které je tvořeno termostatem s přehřívacím topným článkem, podávacím mechanismem pro posouvání kapiláry z podávací kazety do topné zóny, vibrátorem, spojeným s podávací kazetou a pohonem pro otáčení přijímací kazety. Kapilární kolona se nejprve naplní roztokem stacionární kapalinové fáze a umístí se do podávací kazety. Z té je podávacím mechanismem posouvána do přehřívací zóny a z ní dále do termostatu, čímž se zabrání možné kondenzaci rozpouštědla a tím i poškození vytvořené vrstvy stacionární fáze. Posouvání kapiláry usnadňují vibrace podávací kazety, které snižují tření kapiláry o vodící plochy zařízení. Vibrace podávací kazety dále způsobují axiální kmitání kapiláry, čímž se zvyšuje rovnoměrnost rozdělení stacionární kapalinové fáze na vnitřním povrchu kapiláry a zabráňuje se jejímu přehřívání a možnému poškození. Kapilární kolona je ukládána do otáčející se přijímací kazety.

Nedostatek popsaného zařízení spočívá v tom, že jeho použití je omezeno pouze na skleněné kapiláry se stálým poloměrem zakřivení. Pro nanášení kapalinové fáze na ohebné křemenné kapiláry popsané zařízení nelze použít. Problémy vznikají i se skleněnými kapilárami, kde především v počátečním stadiu nanášení vzniká v zóně podávání mezi žebrem podávací kazety a podávacím mechanismem značné vnitřní pnutí, které často způsobuje přelomení kapiláry.

Výše uvedené nedostatky odstraňuje zařízení pro nanášení kapalinové fáze na kapilární chromatografické kolony, podle vynálezu. Zařízení je tvořeno elektrickým motorkem pro otáčení přijímací kazety, termostatem s přehřívací zónou a podávacím mechanismem, vibrátorem a přijímací kazetou. Podstatu vynálezu tvoří podávací kazeta, která je opatřena víkem, které je uloženo na tlumiči vibrací, upevněném na jádru vibrátoru. Do přijímací kazety, spojené s hřídelí elektrického motoru je přes ložisko vyveden výstup směrovací trubky pro vedení kapiláry, jejíž vstup, opatřený zásobníkem mazacího média je upevněn v přehřívací zóně. Podávací kazeta a směrovací trubka jsou spolu spojeny spojovací tyčí.

Výhodou zařízení podle vynálezu je možnost nanášení stacionární fáze jak na skleněné kapiláry se stálým poloměrem zakřivení, tak i na ohebné křemenné kapiláry, přičemž pravděpodobnost jejich poškození je minimální.

Na přiloženém výkresu je v řezu znázorněno jedno z možných provedení zařízení podle vynálezu.

Je tvořeno termostatem 14 na jehož vstupu je vytvořena přehřívací zóna 11. Na tělese termostatu 14 je upevněn elektrický motorek 7, který otáčí základním dílem 13 přijímací kazety, uzavřené krytem 15, a uložené v termostatu 14. Na motorku 7 je upevněn vibrátor 1, jehož jádro 2 je spojeno s podávací kazetou 2. Na jádru 2 vibrátoru 1 je dále upevněn elastický tlumič 5 vibrací a na něm je zavěšeno víko 4. Kapilára 6 je z podávací kazety 2 vedena přes podávací mechanismus 8 do vodící trubky 10, jejíž

vstup, opatřený zásobníkem 2 mazacího média je upevněn v předeřívací zóně 11. Vodící trubka 10 je tvarovaná se stálým poloměrem zakřivení, mechanicky spojená tyčí 12 přes podávací kazetu 2 s jádrem 3 vibrátoru 1, je vedena do přijímací kazety. Základní díl 13 přijímací kazety je k řídící elektrického motorku 7 připojen pomocí ložiska 16.

Do podávací kazety 2 tvořené nejlépe křížově uspořádanými žebry, se ukládá skleněná nebo křemenná kapilára 6, naplněná roztokem stacionární kapalinové fáze. Jeden konec je zataven a druhý je vyveden z podávací kazety 2 přes podávací mechanismus 8 do vodící trubky 10, upevněné v předeřívací zóně 11. Proti vypadnutí z podávací kazety 2 je kapilára 6 zajištěna víkem 4, vytvořeným opět z žebér, která jsou v klidovém stavu zavěšena nejvýše několik milimetrů nad svazkem kapiláry 6. Vodící trubka 10 je z předeřívací zóny 11 vedena do termostatu 14, kde krytem 15 přijímací kazety prochází do jejího vnitřního prostoru. Základní díl 13 přijímací kazety je přes ložisko 16 spojen s hřídelí elektrického motorku 7 a ve své střední části má vytvořen výstuppek, který zajišťuje správné zavedení kapiláry 6. Kryt 15 má na vnitřní straně vytvořen konusový výstuppek, který spolu s výstupkem základního dílu 13 vymezuje v přijímací kazetě prostor pro uložení kapiláry 6. Aby nedocházelo k přehřívání kapiláry 6 je přijímací kazeta spojena s prostředním termostatem 14 otvory, vytvořenými ve výstupcích základního dílu 13 nebo krytu 15 přijímací kazety.

Před nanášením kapalinové fáze se nastaví teploty předeřívací zóny 11 a termostatu 14. Pak se zapne vibrátor 1, elektrický motorek 7 a podávací mechanismus 8. Kapilára 6 se začne posouvat z podávací kazety 2 do předeřívací zóny 11 a dále do přijímací kazety v termostatu 14. Její plynulý pohyb zajišťuje vibrátor 1, který rozkmitává podávací kazetu 2 a tím snižuje třecí síly vznikající při pohybu kapiláry 6. Pomocí tlumiče vibrací se víko 4 ohvřeje v protifázi k pohybu podávací kazety 2 a tím vzniká dostatečný prostor k uvolnění kapiláry 6. Prodloužená žebra víka 4 napomáhají vedení odebírané kapiláry 6 a současně ji před vstupem do vodící trubky 10 dostatečně rozkmitávají, čímž usnadňují její průchod. U flexibilních křemenných kapilár 6 se tento dostatečný zdroj vibrace neuplatňuje, a proto je spojovacím dílem 12 zprostředkován přenos vibrace přímo na vodící trubku 10. Hladký průchod kapiláry 6 vodící trubicí 10 dále usnadňuje práškový grafit dodávaný do vodící trubky 10 ze zásobníku 9 mazacího média. Snižování třecího odporu při ukládání kapiláry 6 do přijímací kazety se dosahuje otočením základního dílu 13 přijímací kazety, jejíž otáčivý pohyb je v případě zvýšeného odporu jištěn ložiskem 16.

P R Ě D M Ě T V Y N Á L E Z U

Zařízení pro nanášení kapalinové fáze na kapilární chromatografické kolony, tvořené elektrickým motorkem pro otáčení přijímací kazety, uložené v termostatu, na jehož vstupu je vytvořena předeřívací zóna a upevněn podávací mechanismus kapiláry a vibrátorem, jehož jádro je spojeno s podávací kazetou, se vyznačuje tím, že podávací kazeta (2) je opatřena víkem (4), které je zavěšeno na tlumiči (5) vibrací, upevněném na jádru (3) vibrátoru (1), zatímco do přijímací kazety, jejíž základní díl (13) je spojen přes ložisko (16) s hřídelí elektrického motorku (7) je vyveden výstup vodící trubky (10), jejíž vstup opatřený zásobníkem (9) mazacího média je upevněn v předeřívací zóně (11), přičemž podávací kazeta (2) a vodící trubka (10) pro vedení kapiláry (6) jsou spojeny tyčí (12).

