

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **24.05.2010**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **07.12.2011**
(Věstník č. 49/2011)

(21) Číslo dokumentu:

2010-399

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl.:

G01N 30/02	(2006.01)
G01N 30/88	(2006.01)
G01N 30/06	(2006.01)
B01D 15/08	(2006.01)

(71) Přihlašovatel:

LABIO a. s., Praha 6, CZ

(72) Původce:

Vozka Stanislav RNDr., Praha 9, CZ

(54) Název přihlášky vynálezu:

Injektor pro nástřik vzorků do plynového chromatografu

(57) Anotace:

Do injektoru pro plynovou chromatografii, do kterého se přímo vkládá termodesorpční kolonka se sorbentem a zachyceným vzorkem, je napojen na náplňovou nebo kapilární kolonu plynového chromatografu. Kolonka se vkládá do injektoru otvorem v jeho horní části, který vznikne po sejmutí víčka a to v protiproudu nosného plynu. Po opětovém uzavření injektoru víčko přitlačí termodesorpční kolonku k těsnění ve spodní části injektoru a horní část kolonky se zároveň nasune na objímky ve víčku injektoru, tak aby ji bylo možno po provedeném nástřiku lehce vyjmout. Víčko je utěsněno a konstruováno tak, aby umožnilo průchod plynu do horní části kolonky. Nosný plyn tedy po vložení kolonky nemůže proudit do kolony chromatografu jinou cestou než přes vloženou kolonku. Injektor je vyhřát na teplotu vyšší než je teplota nutná k desorpci vzorku se sorbentem v kolonce a vlastní chromatografická kolona je s výhodou na počátku analýzy termostatována na tak nízkou teplotu, aby se desorbované látky zachytily a zakoncentrovaly na její vstupní části.

Injektor pro nástřik vzorků do plynového chromatografu

Stanislav Vozka

Oblast techniky:

Vynález se týká měření metodou plynové chromatografie a metody odběru a analýz vzorků pomocí termodesorpce

Dosavadní stav techniky:

V řadě oborů je výhodné připravovat vzorky pro analýzu tak, že se látky, které jsou předmětem zájmu zachytí do kontejneru (kolonky) plněného vhodným materiálem (sorbentem). V nejčastějším případě (termodesorpce) se pak z tohoto kontejneru uvolní působením zvýšené teploty. Uvolněné vzorky je nutno analyzovat. Nejčastější analytickou koncovkou pro termodesorpci je plynová chromatografie. Aby bylo možno tuto koncovku použít, konstruuji se složité aparatury, které zajišťují ohřev termodesorpční kolony, zachycení vzorku do dočasného (většinou chlazeného) zásobníku a uvolnění z tohoto zásobníku do nástřikovacího zařízení (injektoru) plynového chromatografu. Zařízení musí samozřejmě být schopné samočištění pro desorpci dalšího vzorku.

Podstata vynálezu:

Předmětem vynálezu je injektor pro plynovou chromatografii, do kterého se přímo vkládá termodesorpční trubička a který je napojen na nápnovou nebo kapilární kolonu plynového chromatografu. Pro kapilární kolony lze využívat splitrovací techniku nástřiku. Trubička se vkládá do injektoru otvorem v jeho horní části, který vznikne po sejmutí víčka (v protiproudu nosného plynu). Po vložení kolonky a opětném uzavření injektoru víčko přitlačí termodesorpční kolonku k těsnění ve spodní části injektoru a horní část kolonky se zároveň nasune do objímky ve víčku injektoru, tak aby ji bylo možno po provedeném nástřiku vyjmout. Víčko je konstruováno tak, aby umožnilo průchod plynu do horní části kolonky a nosný plyn tedy po vložení kolonky nemůže proudit do kolony chromatografu jinou cestou než přes vloženou kolonku. Injektor je vyhřát na teplotu vyšší než je teplota nutná k desorpci vzorku se sorbentu v kolonce a vlastní chromatografická kolona je na počátku analýzy s výhodou termostatována na tak nízkou teplotu, aby se desorbované látky zachytily a zakonzentrovaly na její vstupní části. Postupným zvyšováním teploty kolony dochází k jejich uvolňování, průchodu kolonou a detektorem, záznamu chromatogramu a jeho vyhodnocení.

Příklady provedení:

Příklad 1

Injektor podle vynálezu byl nainstalován do prototypu plynového chromatografu CHROM G10 (Labio a.s. Praha). Injektor byl tvořen silnostěnou trubicí z nerezové oceli, která byla umístěna ve vyhřívacím kovovém bloku nástřiku chromatografu. Vnitřní průměr trubice injektoru byl 3,6 mm a jeho délka 40 mm. Na dolním konci byla trubice zúžena na průměr 2 mm a osazena plochým těsněním z polyetheretherketonu (PEEK). Na spodní část injektoru byla napojena křemenná kapilární kolona vnitřního průměru 0,32 mm a délky 30 m uložena v termostatu chromatografu. Těsně před připojovací armaturou kolony byla vyvedena odbočka pro splitrovací kapiláru, která byla napojena na splitrovací systém chromatografu. Víčko injektoru i jeho vstupní část byly opatřeny závitem M8x1 a v dolní válcové části víčka byla vytvořena pružná čtyřčelistová kleština s možností průchodu nosného plynu do její vnitřní části. Horní část víčka byla osazena tepelným stíněním a plastovou rukověti. Pod závitem

pro našroubování víčka v tělese injektoru bylo umístěno těsnění víčka (o-kroužek z vysokoteplotního silikonu). Nosný plyn byl přiváděn z boku do těla injektoru těsně pod těsnění víčka. Termodesorpční kolonka byla vyrobena z kovové kapiláry vnějšího průměru 3,3 mm (1/8") s vnitřním průměrem 2,1 mm a vnitřními závity M2,5 na obou koncích. Kolonka byla plněna sorbentem TENAX v zrnění 120 mesh. Sorbent byl v kolonce uzavřen vrstvou skelné silanizované vaty a dvěma šrouby M 2,5 s centrálním otvorem o průměru 0,8 mm. Na vstupní straně byla kolonka opatřena zápichem pro uchycení v kleštině víčka. Injektor byl vyhříván na pracovní teplotu 180 °C, na koloně umístěné v chromatografu byl použit teplotní program 40 °C – 320 °C. Průtok plynu činil 5 ml/min. Do kolonky byly modelově sorbována směs alifatických uhlovodíků (C6 – C12).

Příklad 2

Injektor popsaný v příkladu 1 byl upraven tak, že mezi kapilární kolonu a injektor byla zařazena předkolona – křemenná kapilára 0,53 mm vnitřní průměr, délka 1,5 m, silanizovaná.

Příklad 3

Injektor popsaný v příkladu 1 byl instalován do prototypu chromatografu CHROM G11 a použit s náplňovou kolonou vnitřního průměru 2,1 mm, délky 1,2 m, která byla plněna silanizovaným silikagelem v zrnění 40 µm a přímo vyhřívána průchodem elektrického proudu. Injektor byl termostatován na teplotu 180 °C a pro kolonu byl použit teplotní program 40 °C – 220 °C.

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Injektor pro plynovou chromatografii, tvořený vyhřívanou trubicí, vyznačený tím, že trubice je ve spodní části opatřena dorazem, těsnicí vložkou a armaturou pro připojení chromatografické kolony a v horní části vstupem nosného plynu a utěsněným víčkem, přičemž mezi víčko a spodní těsnění je vložena kolonka tvořená trubicí vhodné délky a průměru, která je naplněna sorbentem.
2. Injektor podle bodu 1 vyznačený tím, že ve víčku injektoru je vytvořena kleština nebo jiný typ upínacího zařízení ve kterém je kolonka uchycena.
3. Injektor podle bodu 1 vyznačený tím, že ve spodní části pod těsnicí vložkou opatřen otvorem, který umožňuje odvádění části nosného plynu mimo kolonu.
4. Injektor podle bodu 1 vyznačený tím, že je mezi injektor a armaturu k připojení chromatografické kolony vložena předkolona.