



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

254 820

(11) (B1)

(61)
(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 19 12 85
(21) PV 9554-85

(51) Int. Cl.⁴
G 01 N 30/24

(40) Zveřejněno 11 06 87
(45) Vydáno 01 05 89

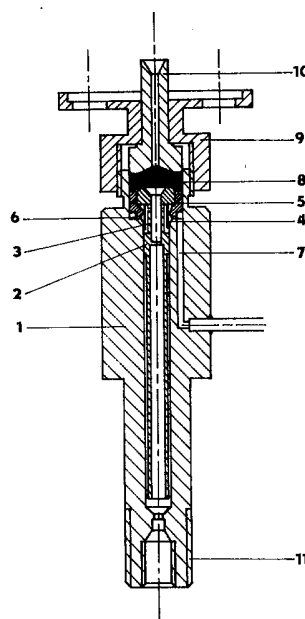
(75)
Autor vynálezu

TEPLÝ JIŘÍ prom. chem., BRNO,
PÍŠA LADISLAV ing., PRAHA

(54)

Injektor plynového chromatografu se zpětným
ventilem v přívodu mobilní fáze

V tělese injektoru je zasunuta vložka, která je ve vstupní části opatřena příčně provrtaným krčkem, na němž je nasunuta pružná objímka dosedající vnějším pláštěm na styčnou spáru mezi distančním kroužkem a osazením v tělese injektoru, přičemž v distančním kroužku jsou vytvořeny drážky navazující na přívodní kanálek, zatímco na vstupním hrdle vložky a distančním kroužku je septum přitlačené maticí s vodičkem. Popsané uspořádání injektoru umožňuje zavést injekční stříkačkou do kolony plynového chromatografu velký objem vzorku, aniž by došlo k nežádoucímu styku par vzorku s potrubím přivádějícím mobilní fázi a k neúměrnému rozšíření zony par vzorku vstupujících do chromatografické kolony. Umožňuje až řádové snížení mezi stavitelností, což má význam zejména při přímé chromatografické analýze těkavých látek ve velmi zředěných roztocích.



254 820

Vynález se týká uspořádání injektoru plynového chromatografu, t.j. místa pro injekční nástřik vzorku do chromatografické kolony, a zpětného ventilu v přívodu mobilní fáze, který brání expanzi par zavedeného vzorku do potrubí přivádějícího mobilní fázi.

Požaduje se, aby vzorek plynného nebo kaplného skupenství, zavedený jehlou injekční stříkačky skrze septum injektoru ke vstupu do chromatografické kolony, vytvořil rychle co nejkratší koncentrovanou zónu par všech svých složek. K tomu účelu jsou injektory obvykle separátně termostatovány na dostatečně vysokou teplotu. Při odpaření vzorků kapalného skupenství dochází, podle zvolené teploty injektoru a tlaku mobilní fáze na vstupu chromatografické kolony, až k tisícinásobnému zvětšení jejich objemu. Při větších poměrech objemu par vzorků k volnému objemu v injektoru a při menších objemových průtocích mobilní fáze injektorem je reálné nebezpečí expanze části par vzorku do potrubí přivádějícího mobilní fázi. Nástřik vzorku v takovém případě způsobí tak velké zvýšení tlaku plynné fáze v injektoru, že překoná tlak přiváděné mobilní fáze a přechodně změni směr jejího toku

přívodním potrubím. V důsledku toho dochází k rozšíření zóny par vzorku vstupujících do chromatografické kolony, k možnosti ztratit některých složek vzorku interakcí s nevyhřívaným potrubím přivádějícím mobilní fázi, a tedy k významnému snížení separační účinnosti chromatografického procesu a ke zhoršení vlastností kvantitativních výsledků chromatografické analýzy.

Dosavadní uspořádání injektorů omezuje uvedené nežádoucí jevy tím, že mezi septem a začátkem chromatografické kolony je ponecháván dostatečně veliký volný objem tlumící tlakový ráz při zavedení vzorku, že potrubí přivádějící mobilní fázi je tvořeno úzkou kapilárou z nerezavějící oceli v koncovém úseku vyhřívanou na teplotu injektoru nebo ojediněle improvizovaným zařazením zpětného ventilu do tohoto přívodu. Nevýhodou známých uspořádání komerčně dostupných injektorů, z nichž žádný není opatřen zpětným ventilem, je z uvedeného hlediska to, že umožňují bez problémů jen nástřik malých objemů vzorků - s obvyklou analytickou kolonou nejvýše 1,0 ml plynu, nebo 2 až 3 μ l kapaliny. Ojedinělé individuální pokusy o dodatečné opatření injektoru zpětným ventilem nebyly dosud zcela úspěšné a proto ani nebyly v literatuře podrobně popsány.

Uvedené nevýhody odstraňuje uspořádání injektoru se zpětným ventilem podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že v tělese injektoru je zasunuta vložka lícovaná k válcové dutině tělesa, přičemž vložka je ve vstupní části opatřena příčně provrtaným krčkem, na němž je nasunuta pružná objímka dosedající svým vnějším pláštěm na styčnou spáru

mezi distančním kroužkem a osazením v tělese injektoru, přičemž v distančním kroužku jsou vytvořeny drážky navazující na přívodní kanálek, zatímco na vstupním hrdle vložky a distančním kroužku je septum přitlačené maticí s vodítkem.

Výhodou uspořádání injektoru se zpětným ventilem podle vynálezu je, že ventil má těsnou pneumatickou vazbu s volným objemem injektoru, takže každé zvýšení tlaku plynné fáze v injektoru nad ustálenou hodnotu vstupního tlaku mobilní fáze způsobí okamžité uzavření cesty z vložky injektoru do kanálku přivádějícího mobilní fázi. I velký objem zavedeného vzorku plynu nebo par vzniklých odpařením zavedeného vzorku kapaliny, je tedy nucen vstoupit do chromatografické kolony v nerozmyté koncentrované zóně, a to i při relativně malém volném objemu mezi septem a začátkem chromatografické kolony a při nízkém objemovém průtoku mobilní fáze, aniž by přišel do styku s potrubím přivádějícím mobilní fázi. Jeho konstrukce je jednoduchá, spolehlivost jeho funkce je experimentálně ověřena, pracuje reprodukovatelně v teplotním intervalu daném vlastnostmi materiálu použitého k výrobě pružné těsnicí objímky.

Příklad praktického provedení injektoru plynového chromatografu se zpětným ventilem v přívodu mobilní fáze, uspořádaného podle vynálezu, je v osovému řezu znázorněn na přiloženém výkrese. Do tělesa 1 injektoru je zasunuta vložka 2 lícovaná k válcové dutině tělesa 1. Vložka 2 je ve vstupní části opatřena příčně provrtaným krčkem 3, na němž je nasunuta pružná objímka 4, zhotovená např. ze silikonového kaučuku, která dosedá svým vnějším pláštěm na styčnou spáru mezi dis-

tančným kroužkem 5 a osazením v tělese 1. V distančním kroužku 5 jsou vytvořeny drážky 6 navazující na přívodní kanálek 7 k potrubí pro přívod mobilní fáze. Na vstupním hrdle vložky 2 a distančním kroužku 5 je septum 8 přitlačené maticí 9 s vodítkem 10. Na výstupním konci tělesa 1 jsou závity 11 pro připojení chromatografické kolony.

Mobilní fáze vstupuje do tělesa 1 injektoru z přívodního potrubí přívodním kanálkem 7, prochází drážkami 6 v distančním kroužku 5, odtlačí pružnou objímku 4, obtéká ji a vrtáním v příčně provrtaném krčku 3 vložky 2 vstupuje do vložky, případně naplněné např. skleněnou vatou, inertním chromatografickým nosičem, vhodným sorbentem a pod. Odtud vstupuje do chromatografické kolony připojené např. převlečnou maticí na závit 11. Vzorek se zavádí injekční stříkačkou, jejíž jehla prochází vodítkem 10, proniká septem 8 a její hrot dosahuje do střední části vložky 2. V tomto místě je do protékající mobilní fáze injektován vzorek plynu, nebo kapaliny rychle přecházející do plynného skupenství. Zvýšené množství plynů a par ve vložce 2 je odváděno chromatografickou kolonou jen omezenou rychlostí a proto zde dochází k přechodnému zvýšení tlaku. Mobilní fáze ve vstupní části vložky 2 je tímto tlakem vrácena zpět do otvorů v příčně provrtaném krčku 3 a přitlačí pružnou objímku 4 vnějším pláštěm ke spáře mezi distančním kroužkem 5 s drážkami 6 a osazením v tělese 1 injektoru. Tím je cesta z vložky 2 injektoru k přívodnímu kanálku 7 uzavřena až do okamžiku, kdy tlak plynů a par ve volném objemu injektoru opět poklesne

jejich odtokem do chromatografické kolony a tlak mobilní fáze opět odtlačí plášť pružné objímky 4 od uzavírané spáry.

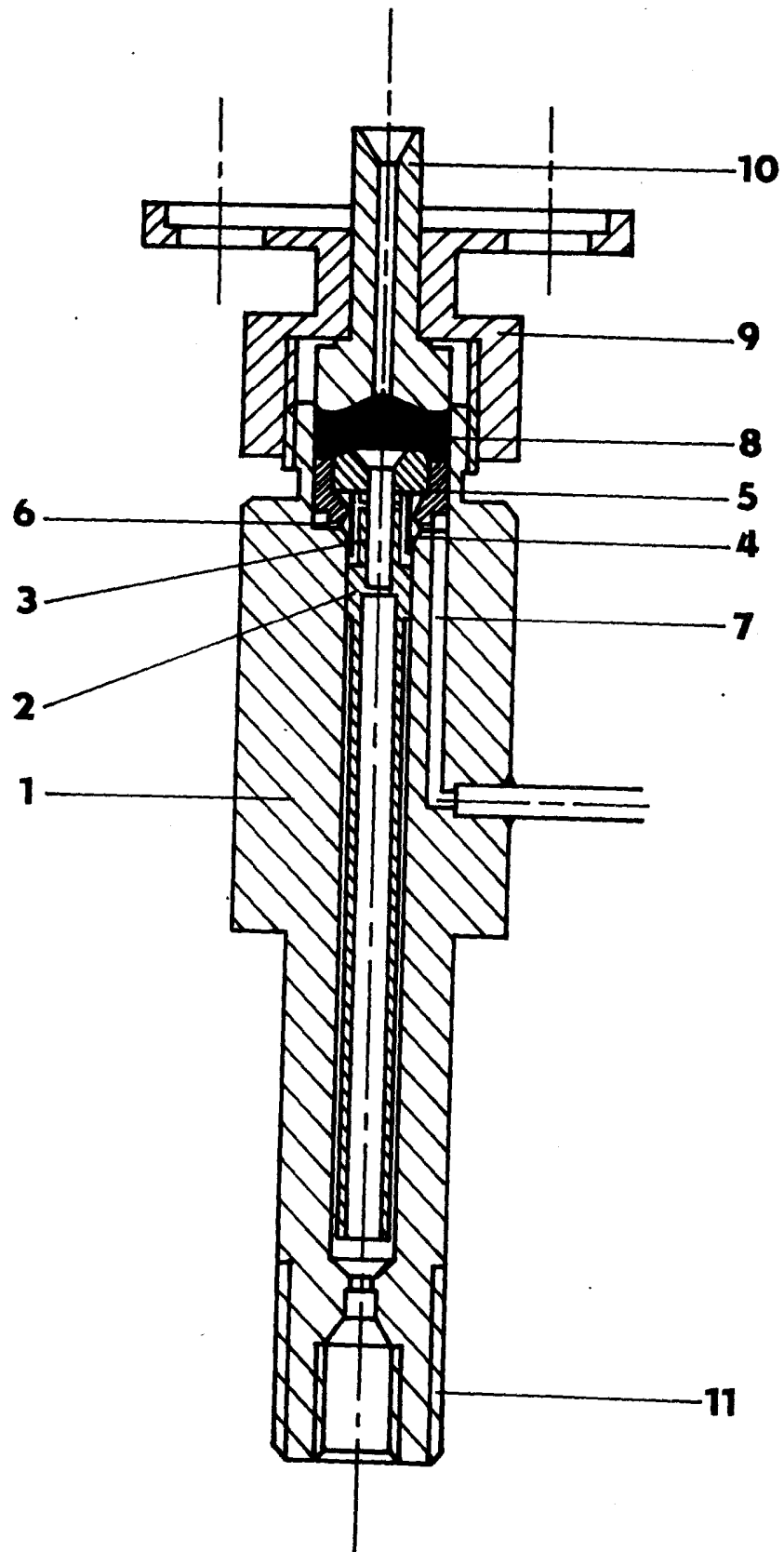
Popsané uspořádání umožňuje zvýšit objem vzorku, který lze zavést do chromatografické kolony bez výše zmíněných problémů 3 až 10-krát. Jeho využitím lze tedy dosáhnout až řádového snížení mezí stanovitelnosti bez zhoršení chromatografického dělení a úbytku některých složek vzorku, což má význam zejména při chromatografické analýze těkavých látek ve velmi zředěných roztocích.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Injektor plynového chromatografu se zpětným ventilem v přívodu mobilní fáze, vyznačený tím, že v tělese (1) injektoru je zasunuta vložka (2) lícovaná k válcové dutině tělesa (1), přičemž vložka (2) je ve vstupní části opatřena příčně provrtaným krčkem (3), na němž je nasunuta pružná objímka (4) dosedající svým vnějším pláštěm na styčnou spáru mezi distančním kroužkem (5) a osazením v tělese (1), přičemž v distančním kroužku (5) jsou vytvořeny drážky (6) navazující na přívodní kanálek (7), zatímco na vstupním hrdle vložky (2) a distančním kroužku (5) je septum (8) přitlačené maticí (9) s vodítkem (10).

1 výkres

254 820



Vytiskly Moravské tiskařské závody,
střed. 11 100, tř.Lidových milicí 3, Olomouc

Cena: 2,40 Kčs