



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

222846
(11) (B1)

(22) Přihlášeno 07 12 81
(21) [PV 9085-81]

(40) Zveřejněno 30 11 82

(45) Vydáno 15 03 86

(51) Int. Cl.³
G 01 N 27/07
G 01 N 31/08

(75)

Autor vynálezu

GAJDA VLADISLAV, PODOLÁK MIROSLAV ing., PRAHA

(54) Stavebnicový elektrochemický detektor pro kapalinovou chromatografii

1

2

Vynález se týká stavebnicového elektrochemického detektoru pro kapalinovou chromatografii.

Tento detektor má pracovní prostor vytvořen výřezem ve fólii, která je sevřena mezi dvěma bloky, obsahujícími vstup a výstup pracovního média a elektrody a spočívá v tom, že v jednotném držáku, opatřeném vodicím zařízením, jsou pomocí svěrného zařízení přitisknuty k sobě první blok a druhý výměnný blok oddělené výměnnou separační fólií s výřezem, vymezujícím pracovní prostor, přičemž první blok obsahuje šroubení pro vstup a výstup pracovního média a referenční elektrodu a druhý výměnný blok obsahuje pracovní elektrodu a pomocnou elektrodu, zhotoveného ze skelného grafitu nebo grafitové pasty nebo drahého kovu, přičemž druhý výměnný blok je nasazen na vodicí zařízení buď tak, aby pracovní elektroda byla umístěna proti vstupu pracovního média nebo podél tenké vrstvy proudícího pracovního média, popřípadě druhý výměnný blok obsahuje pracovní elektrodu nebo první blok obsahuje pracovní elektrodu a druhý výměnný blok obsahuje referenční elektrodu pro dvoulektrodové zapojení detektoru.

Vynález se týká stavebnicového elektrochemického detektoru s pevnými elektrodami pro kapalinovou chromatografii.

Ze zveřejněných prací (viz například Štulík K., Pacáková V., Elektrochemické detektory v kapalinové chromatografii, Chem. listy, sv. 73/1979 a Pungor E., Fehér Z., Váradí M., Hydrodynamic Voltammetry CRC Critical Reviews in Anal. Chem. July 80) vyplývá, že forma elektrochemických detektorů s pevnými elektrodami se ustálila na dvou základních typech:

- a) uspořádání „wall-jet“, tj. pracovní médium je směrováno tryskou kolmo na povrch pracovní elektrody;
- b) uspořádání „thin-layer“, tenkovrstvý detektor, kde pracovní prostor je vytvořen výřezem ve fólii silné asi 0,05 milimetru, sevřené mezi dvěma bloky, obsahujícími vstup a výstup pracovního média, pracovní, pomocnou a i referentní elektrodu.

Konstrukce komerčních detektorů jsou nejrůznější a pro výběr nejvhodnějšího uspořádání pro řešení konkrétního analytického problému je nutný soubor různých zařízení, což má za následek neúměrné zvyšování pořizovacích nákladů a nejednotnou a složitou montáž jednotlivých čidel.

Řešení rozporu mezi širší požadavků a jednoduchým zařízením nabízí stavebnicový elektrochemický detektor pro kapalinovou chromatografii s pracovním prostorem vytvořeným výřezem ve fólii, sevřené mezi dvěma bloky, obsahujícími vstup a výstup pracovního média a elektrody, jehož podstata spočívá v tom, že v jednotném držáku opatřeném vodicím zařízením jsou pomocí svěrného zařízení přitisknuty k sobě první blok a druhý výměnný blok, oddělené výměnnou separační fólií s výřezem, vymezující pracovní prostor, přičemž první blok obsahuje šroubení pro vstup a výstup pracovního média a referentní elektrodu a druhý výměnný blok obsahuje pracovní elektrodu a pomocnou elektrodu zhotovené ze skelného grafitu nebo grafitové pasty nebo drahého kovu, přičemž druhý výměnný blok je nasazen na vodicí zařízení buď tak, aby pracovní elektroda byla umístěna proti vstupu pracovního média nebo podél tenké vrstvy proudícího pracovního média, popřípadě druhý výměnný blok obsahuje pracovní elektrodu nebo první blok obsahuje pracovní elektrodu a druhý výměnný blok obsahuje referentní elektrodu pro dvuelektrodové zapojení detektoru.

Detektor podle vynálezu má následující výhody:

- lze jej přizpůsobit požadavku experi-

mentu. Umožňuje záměnu systému „Wall-jet“ na „thin-layer“ pootočením druhého výměnného bloku o 180°;

- změnu tloušťky pracovního prostoru lze provést použitím několika výměnných separačních fólií;

- změna geometrického uspořádání systému použitím druhého výměnného bloku je možná pouze s pracovní nebo pouze s referenční elektrodou;

- výrazně zjednodušuje obsluhu, neboť jednotný držák s vodicím zařízením usnadňuje nutnou častou demontáž a montáž bloků při čištění detektoru a přeleštování a výměně pastových elektrod;

- je podstatně výrobně levnější než sada detektorů poskytujících obdobné pracovní možnosti.

Na připojeném výkrese je znázorněn realizovaný příklad zařízení podle vynálezu. Na obr. 1 je průřez detektorem. Na obr. 2 je průřez detektorem pootočený o 90°. Na obr. 3 je pohled shora na detektor.

Na obr. 1 je znázorněno vodicí zařízení 2 realizované dvěma kolíky a svěrné zařízení 3 tvořené šroubem.

Na obr. 2 je průřez detektorem, kde v jednotném držáku 1 z nerezavějící oceli jsou na vodicím zařízením 2 navlečeny první blok 5, výměnná separační fólie 4 a druhý výměnný blok 8. Výměnné separační fólie 4 a bloky 5 a 8 jsou vyrobeny z teflonu. Ve fólii 4 silné 0,05 mm je výřez široký 3 mm a dlouhý 18 mm, vymezující pracovní prostor detektoru. Vzdálenost vstupu a výstupu pracovního média je 16 mm. V prvním bloku 5 jsou šroubení 6 pro utěsnění přívodní a odtokové kapiláry a referentní elektroda 7 chloridostříbrná se solným mostem. Pracovní elektroda 9 a pomocná elektroda 10 mají průměr 3 mm a jsou ze skelného grafitu, alternativně grafitové pasty a jsou umístěny v druhém výměnném bloku 8 a opatřeny svorkami pro připojení k elektronické části detektoru. Oba bloky 5 a 8 jsou sevřeny svěrným zařízením 3.

Na obr. 3 je pohled shora na jednotný držák 1 se šroubeními 6.

Na detektoru byly při zkouškách změřeny například pro adrenalin následující hodnoty:

„thin-layer“-uspořádání:

detekční limit 0,5 μg ,
časová konstanta 1,7 s;

„wall-jet“-uspořádání:

detekční limit 0,5 μg ,
časová konstanta 1,3 s.

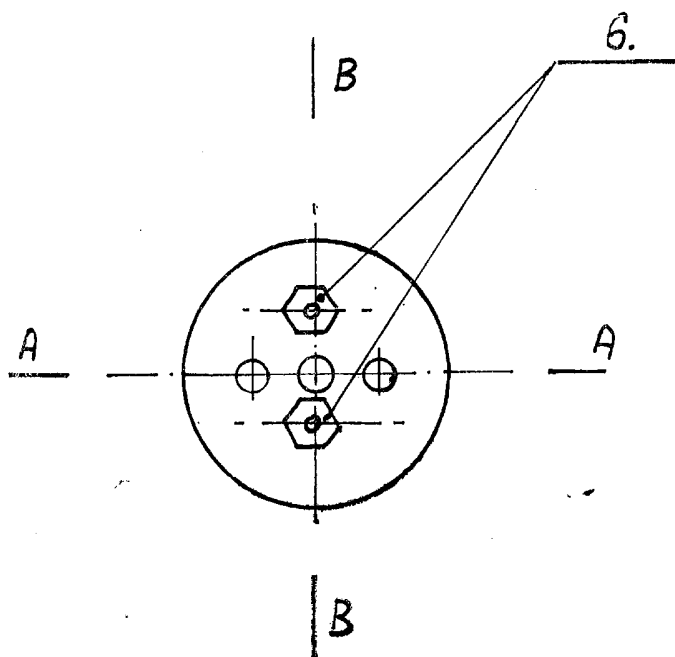
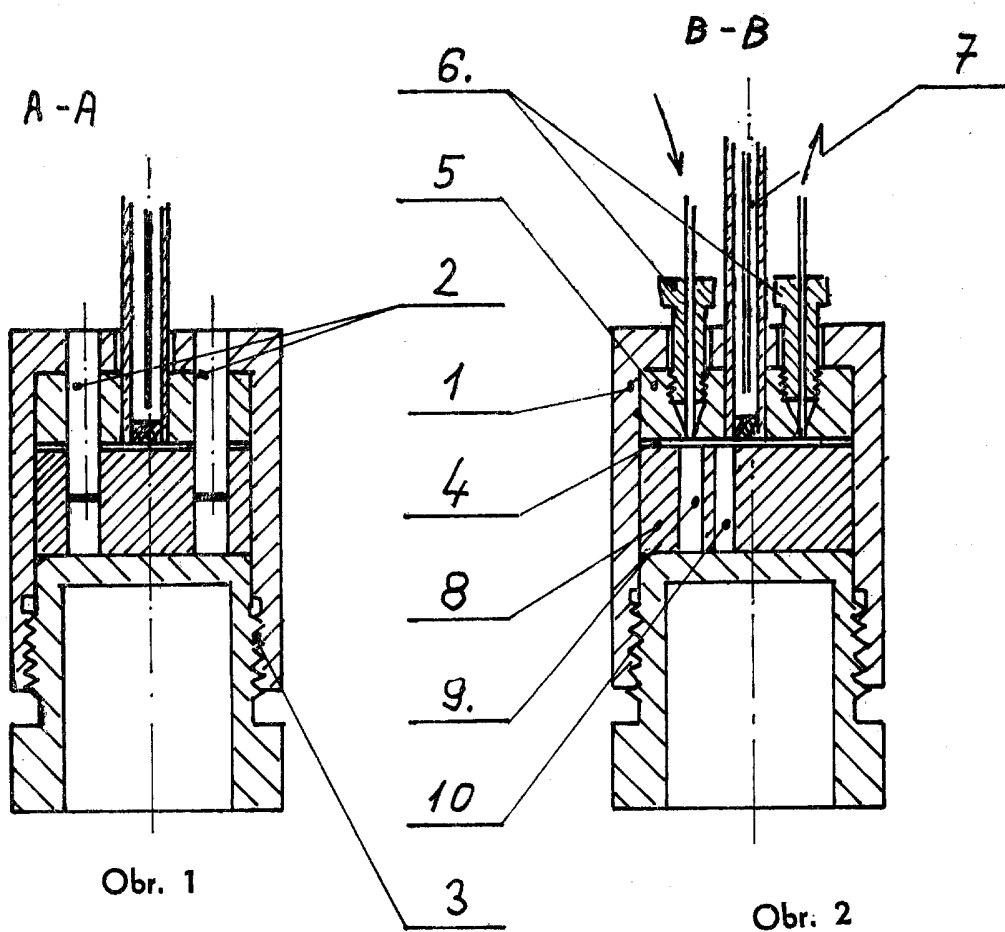
Vlastnosti detektoru lze přizpůsobit podle požadavku analytické metody sestavením jednotlivých prvků stavebnice.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Stavebnicový elektrochemický detektor pro kapalinovou chromatografii s pracovním prostorem vytvořeným výřezem ve fólii, sevřené mezi dvěma bloky, obsahujícími vstup a výstup pracovního média a elektrody, vyznačený tím, že v jednotném držáku (1), opatřeném vodicím zařízením (2), jsou pomocí svěrného zařízení (3) přitisknuty k sobě první blok (5) a druhý výměnný blok (8) oddělené výměnnou separační fólií (4) s výřezem, vymezujícím pracovní prostor, přičemž první blok (5) obsahuje šroubení (6) pro vstup a výstup pracovního média a referentní elektrodu (7) a druhý

výměnný blok (8) obsahuje pracovní elektrodu (9) a pomocnou elektrodu (10), zhotovené ze skelného grafitu nebo grafitové pasty nebo drahého kovu, přičemž druhý výměnný blok (8) je nasazen na vodicí zařízení (2) buď tak, aby pracovní elektroda (9) byla umístěna proti vstupu pracovního média, nebo podél tenké vrstvy proudícího pracovního média, popřípadě druhý výměnný blok (8) obsahuje pracovní elektrodu (9) nebo první blok (5) obsahuje pracovní elektrodu (9) a druhý výměnný blok (8) obsahuje referentní elektrodu (7) pro dvoelektrodové zapojení detektoru.

1 list výkresů



Obr. 3