

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY

125 625

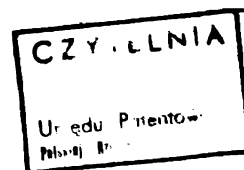
Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 29.04.80 (P. 223906)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 30.10.81

Opis patentowy opublikowano: 30.03.1985



Int. Cl.³

B01D 15/08

G01N 31/08

Twórcy wynalazku: Andrzej Lech Dawidowicz, Andrzej Waksmundzki

Uprawniony z patentu: Uniwersytet Marii Curie-Skłodowskiej,
Lublin (Polska)

Łączy kolumn, zwłaszcza do wysokosprawnej chromatografii cieczowej

Przedmiotem wynalazku jest łączy kolumn, zwłaszcza do wysokosprawnej chromatografii cieczowej.

Jak wiadomo, jednym z czynników wpływających na rozmycie pasma stężeniowego jest rodzaj zastosowanego łączy, którego celem jest szczelne, wytrzymałe i bezpieczne połączenie kolumny z kapilarą doprowadzającą fazę ruchomą i dozowaną próbkę od strony dozownika lub z kapilarą odprowadzającą fazę ruchomą z rozdzielanymi składnikami do następnej kolumny bądź detektora. Wielkość rozmycia uzależniona jest przede wszystkim od objętości martwej w łączy, na którą wpływa między innymi rodzaj przeciwdziałania upływowi cząsteczek wypełnienia z kolumny. Na wielkość rozmycia wpływa także kształt drogi jaką przebywa eluowany komponent lub mieszanina komponentów w łączy.

Zasadniczo, istnieją dwa typy łączy: tak zwane swagelock oraz siemens. Konstrukcję łączy typu swagelock można przedstawić następująco: stalowy korpus posiadający wewnątrz pionowe, połączone przewężkami otwory, z których górny służy do zamontowania kolumny, a dolny do połączenia korpusu z rurką kapilarną. W celu zapobiegnięcia przedostawaniu się ziaren wypełnienia chromatograficznego do kapilary i komór detektora oraz dostawanie się zanieczyszczeń powstałych w pracy (iniekcji) dozownika do kolumny, stosuje się filtry w postaci spieku metalicznego, specjalnej tkaniny metalowej, teflonu porowatego lub zwyczajne z waty szklanej, bądź korzystniej teflonowej.

Stosowane filtry bądź posiadają zbyt dużą grubość, a przez to dużą jak dla wysokosprawnej chromatografii cieczowej, objętość porów przy znacznym rozkładzie ich wielkości, jak na przykład spieki metalowe lub teflonowe, bądź też są zbyt mało odporne mechanicznie jak wata szklana, co powoduje dość często ich wypływanie z kolumny do celi detektora.

Omawiane łączy, produkowane przez różne firmy, różnią się między sobą szczegółami konstrukcyjnymi, takimi jak na przykład rodzaj stożków zaciskowych czy kształt gwintów łączących. Różnią się także objętością martwą. W żadnym z dostępnych łączy nie rozwiązano natomiast w sposób zadowalający problemu optymalnego opuszczania kolumny przez pasmo stężeniowe.

Drugim rodzajem łączy, są łączy typu siemens posiadające przyspawany do końca kolumny kołnierz z gwintem zewnętrznym oraz umieszczoną na końcu kolumny wkładkę, wewnątrz której znajduje się stożkowo-zwęża-

jący się, od wymiaru równego wewnętrznej średnicy kolumny do średnicy 0,5 mm, otwór. Szczelność połączenia wkładki z kolumną zapewnia teflonowa uszczelka zaciskana poprzez nakrętkę. W stożkowym otworze umieszczona jest wata zapobiegająca wypływowi wypełnienia z kolumny chromatograficznej. Wkładka połączona jest ponadto z zaopatrzoną w kołnierz kapilarą detektora poprzez silne skręcenie dwóch płaszczyzn (kołnierza i wkładki) pomiędzy którymi umieszczona jest jedna lub dwie srebrne uszczelki. Płynne przeniesienie próbki z kolumny do kapilary zapewnia dodatkowy element ze stożkowo zwężającym się otworem umieszczony wewnątrz na końcu kolumny.

W połączeniach tych, zasadniczą niedogodnością jest brak stabilnych filtrów. W tym przypadku stanowi je wata szklana, która niejednokrotnie wypływa z kolumny krótkimi włókienkami dostając się do detektora. Poza tym powoduje dużą przestrzeń martwą.

Wynalazek eliminuje opisane niedogodności zarówno w zakresie zmniejszenia objętości martwych w obydwu rodzajach łącz poprzez zastosowanie odpowiedniego filtru, jak też w zakresie kształtowania drogi eluatu w łączach typu swagelock, poprzez zastosowanie dodatkowych wkładek uszczelniających. Filtr według wynalazku jest siatka o wymiarze oczek mniejszych od średnicy ziaren wypełnienia, uzyskana przez sprasowanie dwóch lub więcej siatek o przemiennie ułożonych włóknach. W łączach typu swagelock, filtr umieszczony jest korzystnie pomiędzy dwiema uszczelkami najlepiej teflonowymi, z których górna posiada kształt walca o średnicy równej średnicy wewnętrznej kolumny, ze stożkowym wgłębieniem wzdłuż osi, zakończonym otworem o średnicy zbliżonej do średnicy kapilary. Wkładka dolna posiada kształt walca z kołnierzem. Średnica walca równa jest średnicy wewnętrznej kolumny, natomiast średnica kołnierza równa się średnicy zewnętrznej kolumny, przy czym wkładka ta posiada umieszczony współosiowo otwór równy średnicy kapilary.

W łączach typu siemens, filtry stanowiące przedmiot wynalazku, umieszcza się pomiędzy srebrnymi uszczelkami znajdującymi się między płaszczyzną kołnierza kapilary a płaszczyzną wkładki, lub w przypadku stosowania jednej srebrnej uszczelki pomiędzy płaszczyzny wkładki a uszczelkę.

Wynalazek w przykładzie wykonania uwidoczniony jest na rysunku, na którym fig. 1 przedstawia łącze kolumn typu swagelock a fig. 2 przedstawia łącze typu siemens.

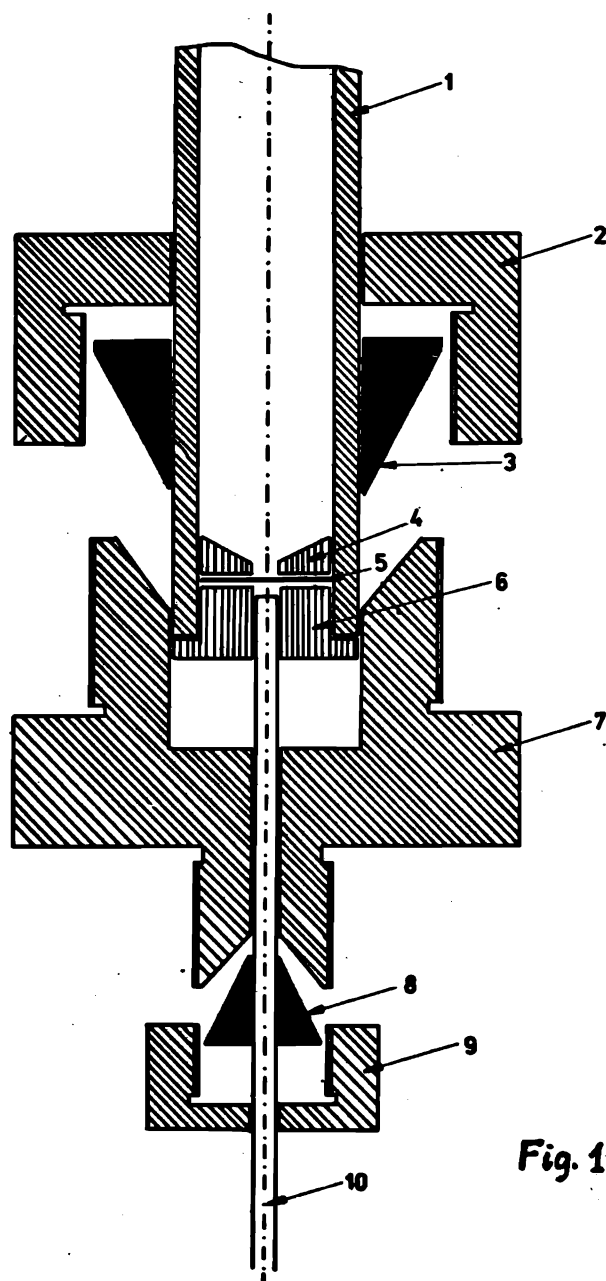
Jak uwidoczniono na fig. 1, kolumna 1 umieszczona jest w gnieździe znajdującym się w bloku 7. Nierozłączność kolumny z blokiem zapewnia się przez zaciśnięcie stożka 3 za pomocą nakrętki 2. W końcowej części kolumny umieszczone są teflonowe elementy uszczelniające 4 i 6, pomiędzy którymi znajduje się siatka 5 o wymiarach oczek 0,5–1,5 μm . Element 4 zapewnia nierozmywalne przejście pasma stężeniowego z kolumny do kapilary 10. Element 6 przytrzymuje siatkę 5 dociskając ją do elementu 4 i równocześnie uszczelnia kapilarę 10. Bezpośrednie zetknięcie kapilary 10 z siatką 5 likwiduje do zera przestrzeń martwą. Dodatkowe, mechanicznie wytrzymałe połączenie, zapobiegające wypadnięciu kapilary z teflonowego elementu 6 uzyskuje się przez zaciśnięcie na kapilarze 10 stożka 8 za pomocą nakrętki 9.

Uwidocznione na fig. 2 łącze typu siemens składa się z przyspawanego do kolumny 1 kołnierza 11 z gwintem zewnętrznym. Na końcu kolumny znajduje się metalowa wkładka 12 ze stożkowo zwężającym się otworem. Połączenie wkładki 12 z kolumną 1 uzyskuje się przez dokręcenie nakrętki 14 zaopatrzonej w gniazdo na kołnierz 15 kapilary 10 i zewnętrzny gwint do nakrętki 16. Szczelność połączenia zapewnia teflonowa uszczelka 13. Wkładka 12 połączona jest ponadto z zaopatrzoną w kołnierz 15 kapilarą detektora 10. Pomiędzy płaszczyzną wkładki 12 oraz płaszczyzną kołnierza 15 znajdują się dwie srebrne uszczelki 17, między którymi umieszczony jest filtr siatkowy 5 o wymiarach oczek 0,5–1,5 μm .

Zastrzeżenia patentowe

1. Łącze kolumn, zwłaszcza do wysokosprawnej chromatografii cieczowej, które stanowi stalowy korpus posiadający wewnątrz pionowe, połączone przewężkami otwory, z których górny służy do montowania kolumny i zaopatrzony jest w filtr zapobiegający przedostawaniu się ziaren wypełnienia chromatograficznego, natomiast otwór dolny służy do połączenia korpusu z rurką kapilarną, z n a m i e n n e t y m, że filtr (5) stanowi siatka o wymiarach oczek mniejszych od średnicy ziaren wypełnienia, uzyskana przez sprasowanie dwóch lub więcej siatek o przemiennie ułożonych włóknach, przy czym siatka (5) umieszczona jest korzystnie między dwoma elementami (4) i (6) wykonanymi najlepiej z teflonu, z których element górny (4) posiada kształt walca o średnicy równej średnicy wewnętrznej kolumny (1) ze stożkowym wgłębieniem wzdłuż osi zakończonym otworem o średnicy zbliżonej do średnicy kapilary (10), natomiast wkładka dolna (6) ma kształt walca z kołnierzem, którego średnica równa jest średnicy zewnętrznej kolumny, przy czym wkładka (6) posiada umieszczony współosiowo otwór równy średnicy kapilary (10).

2. Łącze kolumn, zwłaszcza do wysokosprawnej chromatografii cieczowej, które stanowi przyspawany do kolumny kołnierz z gwintem zewnętrznym połączony poprzez uszczelkę z metalową wkładką posiadającą stożkowo-zwężający się otwór, połączoną poprzez jedną lub dwie srebrne uszczelki z kołnierzem kapilary detektora, z n a m i e n n e t y m, że pomiędzy płaszczyzną wkładki (12) a srebrną uszczelką (17) lub pomiędzy dwiema uszczelkami (17) posiada filtr (5), który stanowi siatka o wymiarze oczek mniejszych od średnicy ziaren wypełnienia, uzyskana przez sprasowanie dwóch lub więcej siatek o przeciwnie ułożonych włóknach.

**Fig. 1**

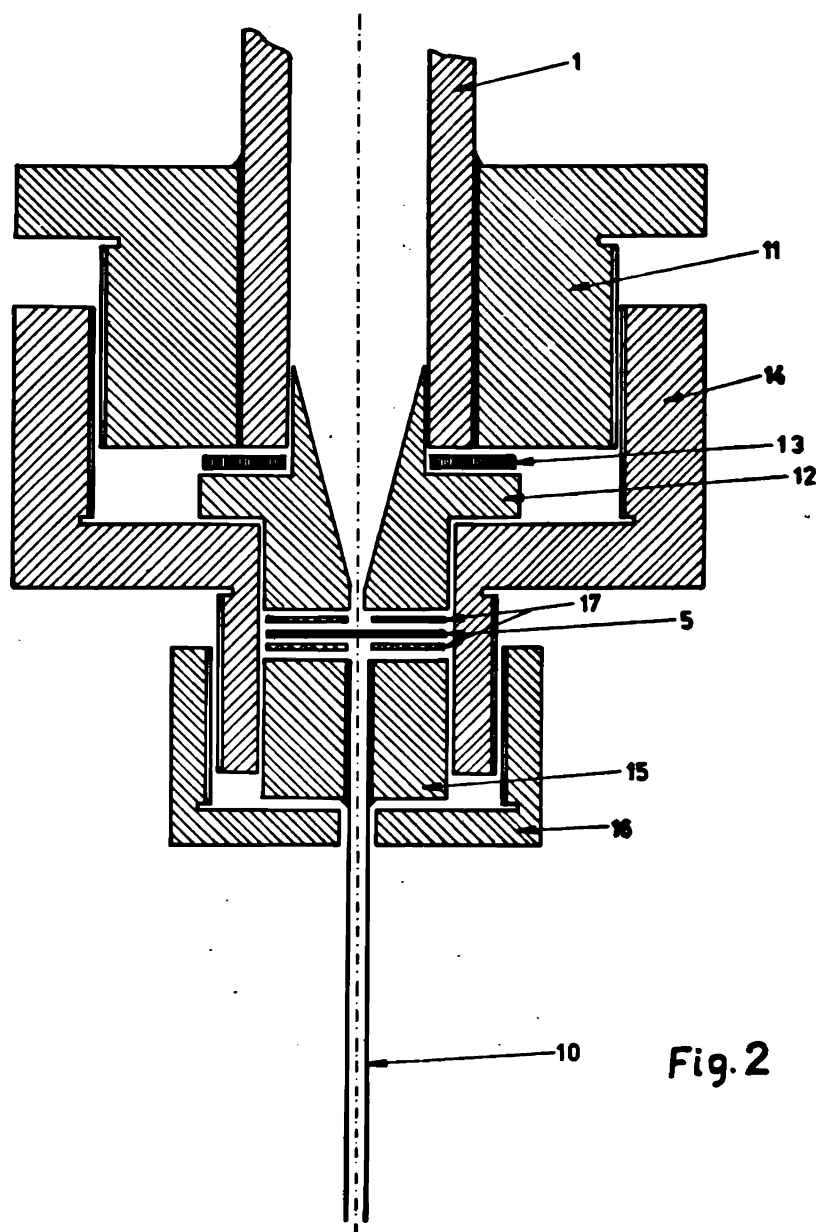


Fig. 2