(19) **Bundesrepublik Deutschland**
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 101 52 657 B4** 2007.07.05

(12) **Patentschrift**

(21) Aktenzeichen: **101 52 657.1**
(22) Anmeldetag: **16.10.2001**
(43) Offenlegungstag: **27.06.2002**
(45) Veröffentlichungstag der Patenterteilung: **05.07.2007**

(51) Int Cl.[8]: ***G01N 30/02*** (2006.01)

Innerhalb von drei Monaten nach Veröffentlichung der Patenterteilung kann nach § 59 Patentgesetz gegen das Patent Einspruch erhoben werden. Der Einspruch ist schriftlich zu erklären und zu begründen. Innerhalb der Einspruchsfrist ist eine Einspruchsgebühr in Höhe von 200 Euro zu entrichten(§ 6 Patentkostengesetz in Verbindung mit der Anlage zu § 2 Abs. 2 Patentkostengesetz).

(30) Unionspriorität:
691601 **18.10.2000** **US**

(73) Patentinhaber:
Agilent Technologies, Inc. (n.d.Ges.d.Staates Delaware), Palo Alto, Calif., US

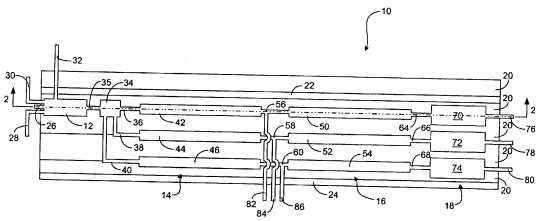
(74) Vertreter:
Schoppe, Zimmermann, Stöckeler & Zinkler, 82049 Pullach

(72) Erfinder:
Abdel-Rahman, Mahmoud Farid, Newark, Del., US;
Myerholtz, Carl A., Cupertino, Calif., US

(56) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht gezogene Druckschriften:
US 59 97 708
US 59 33 357

(54) Bezeichnung: **Mehrschichtgaschromatograph**

(57) Hauptanspruch: Gaschromatograph (10) mit folgenden Merkmalen:
einem Einlaß (12), der eine Probe, die analysiert werden soll, aufnimmt;
mehreren Säulen (14, 16, 42, 44, 46, 50, 52, 54), die jeweils einen Teil der Probe aufnehmen und jeweils in einer von einer Mehrzahl von Schichten angeordnet sind, wobei jede Säule folgende Merkmale umfasst:
eine Vorsäule (14, 42, 44, 46), die in Fluidkommunikation mit dem Einlaß steht, wobei die Vorsäule eine stationäre Phase aufweist, die ihre inneren Oberflächen bedeckt;
eine Hauptsäule (16, 50, 52, 54), die in Fluidkommunikation mit der Vorsäule steht und sich stromabwärts von derselben befindet, wobei die Hauptsäule eine stationäre Phase aufweist, die ihre inneren Oberflächen bedeckt; und
einen Detektor (18), der in Fluidkommunikation mit der Hauptsäule steht und sich stromabwärts von derselben befindet; und
eine Spülungsleitung (82, 84, 86), die in direkter Fluidkommunikation mit jeder Vorsäule und der Hauptsäule steht, wobei die Spülungsleitung konfiguriert...



Beschreibung

[0001] Die vorliegende Offenbarung bezieht sich allgemein auf einen Gaschromatographen. Insbesondere bezieht sich die Offenbarung auf einen Mehrschichtgaschromatographen, mit dem Probenanalysen schnell mit einer minimalen Stillstandszeit zwischen Analysezyklen durchgeführt werden können.

[0002] Die Gaschromatographie ist ein Gebiet, das sich mit einem Analysieren von Proben von Interesse beschäftigt, die einen oder mehrere Analyte umfassen können, um qualitativ die Identität der Analyte zu bestimmen, als auch, um quantitativ die Konzentration jedes Analyts in der Probe zu bestimmen. Die Gaschromatographie ist sehr empfindlich und wird deshalb üblicherweise verwendet, wenn eine sehr genaue Analyse einer Probe benötigt wird. Die Analyse kann die Identifizierung der verschiedenen einzelnen Analyte oder einen Vergleich der gesamten Probenantwort (z.B. Chromatogramm) mit vorher analysierte Proben zum Zweck der Klassifizierung der Probe aufweisen.

[0003] Die Gaschromatographie beinhaltet üblicherweise eine Trennung der Analyte eines Probenmaterials durch die Verwendung eines Gaschromatographen. Normalerweise weisen Gaschromatographen einen Einlaß, in den die Probe eingespritzt wird, eine Säule, in der die Analyte getrennt werden, und einen Detektor, in dem die verschiedenen Analyte erfaßt und, falls erwünscht, quantitativ ausgewertet werden, auf. Die Säule besteht üblicherweise aus Quarzglas, das zu einem schmalen, länglichen Rohr geformt ist. Als Beispiel kann die Chromatographensäule einen inneren Durchmesser in der Größenordnung von etwa 50 bis 530 Mikronen (μm) und eine Länge von etwa 1 bis 30 m aufweisen. Um die Größe des Chromatographenapparates zu verkleinern, ist die Säule üblicherweise in einer spiralförmigen Konfiguration angeordnet.

[0004] Als Beispiel kann die Spirale einen Durchmesser von etwa 8 Zoll (in) aufweisen, derart, daß die Säule z.B. in einen Raum von einem Kubikfuß gepackt werden kann.

[0005] Die inneren Wände der Gaschromatographensäule sind mit einem Material beschichtet, das üblicherweise als eine stationäre Phase bezeichnet wird. Die stationäre Phase behält die verschiedenen Analyte der eingespritzten Probe und läßt durch die Anwendung von Wärme die Analyte derart ab, daß dieselben von dem Detektor zeitlich getrennt aufgenommen werden. Mit einer Kenntnis der Temperatur der Säule und der Zeitdauer, die zwischen der Einspritzung und der Erfassung vergeht, können die einzelnen Analyte, die durch den Detektor geleitet werden, identifiziert werden.

[0006] Wie dies in der Technik bekannt ist, benötigen schwerere Verbindungen mehr Wärme und/oder mehr Zeit, um aus der Säule zu eluieren, als dies bei leichteren Verbindungen der Fall ist. Bei einer relativ niedrigen Temperatur (z.B. bei 100°C) könnten die leichteren Analyte z.B. bereits nach ein paar Sekunden aus der stationären Phase der Säule eluieren, während die schwereren Analyte mehrere Minuten oder sogar Stunden benötigen, um sich zu trennen. Deshalb ist es ersichtlich, daß, je größer die Wärme ist, desto schneller die schwereren Analyte aus der Säule eluieren können. Wenn die Probe komplex ist und z.B. mehrere leichte und schwere Komponenten aufweist, bewirken höhere Temperaturen (z.B. 300°C) jedoch, daß die leichteren Analyte sofort eluieren, derart, daß viele unterschiedliche Analyte gleichzeitig an dem Detektor ankommen. Diese gleichzeitige Ankunft verkompliziert die Analyse der Probenanalyte dahingehend, daß, wenn der Detektor unselektiv ist, derselbe die verschiedenen Analyte nicht voneinander unterscheiden kann. Um dieses Problem zu vermeiden, werden Gaschromatographen oft in einem programmierten Luftbadofen erwärmt, der die Temperatur der Säule mit einer stetigen Rate (z.B. 20°C/min) erhöht. Durch Erwärmen der Säule auf diese Weise werden sowohl die niedrigeren Temperaturen, die für eine angemessene Trennung der leichteren Analyte erforderlich sind, als auch die höheren Temperaturen, die erforderlich sind, um die schwereren Analyte aus der Säule zu eluieren, geliefert.

[0007] Obwohl herkömmliche Gaschromatographen für die meisten Probenanalysesituationen ausreichend funktionieren, weisen sie dennoch mehrere Nachteile auf. Als erstes wird normalerweise eine Abkühlperiode zwischen Analysezyklen benötigt, um die Temperatur der Säule von der Endtemperatur auf die Anfangstemperatur zu reduzieren. Als Beispiel kann dieses Abkühlen etwa 15 Minuten oder mehr erfordern. Obwohl dies keine ausnehmend lange Zeitdauer ist, ist sie wesentlich, insbesondere, wenn die Proben mit einer „schnellen" Chromatographie analysiert werden, die oft nur wenige Minuten erfordert. Zusätzlich zu der Abkühlzeit wird Zeit verschwendet, wenn das System ein Gleichgewicht erreichen soll. Wie dies in der Technik bekannt ist, können, wenn kein thermisches Gleichgewicht vor dem Ausführen einer Probenanalyse erreicht wird, wesentliche Fluktuationen bei Analytenretentionszeiten auftreten. Ferner können Säulenausblutfluktuationen, die während einer Temperaturprogrammierung auftreten, das Basislinienrauschen des Chromatogramms und/oder die Drift erhöhen, die Analytenspitzen verdecken kann.

[0008] Aus der vorangegangenen Beschreibung ist es ersichtlich, daß es wünschenswert wäre, über einen Gaschromatographen zu verfügen, mit dem Probenanalysen schnell mit einer minimalen Stillstands-

zeit zwischen Analysezyklen durchgeführt werden können.

[0009] Aus der US 5,933,357 A ist ein Gaschromatograph mit lediglich einer einzigen Säule mit einer einzelnen Vorsäule und einer einzelnen Hauptsäule bekannt.

[0010] Aus der US 5,997,708 A ist ein vielschichtiges planares Verzweigungsteil nach Art einer Säulenvorrichtung mit einer Mehrzahl von Schichten bekannt.

[0011] Ausgehend von diesem Stand der Technik liegt der vorliegenden Erfindung die Aufgabe zugrunde, einen Gaschromatographen mit verbesserten Charakteristika zu schaffen.

[0012] Diese Aufgabe wird durch einen Gaschromatographen gemäß Anspruch 1 gelöst.

[0013] Die vorliegende Offenbarung bezieht sich auf einen Gaschromatographen, der eine Mehrzahl von Schichten oder Kanälen aufweist. Der Chromatograph weist üblicherweise einen Einlaß, der eine Probe, die analysiert werden soll, aufnimmt, eine Säule, die in jeder der Mehrzahl von Chromatographenschichten angeordnet ist, wobei jede Säule in Fluidkommunikation mit dem Einlaß steht und sich stromabwärts von diesem befindet und eine stationäre Phase aufweist, die ihre inneren Oberflächen bedeckt, und einen Detektor, der in Fluidkommunikation mit zumindest einer der Säulen steht und sich stromabwärts von diesen befindet, auf. Bei einer bevorzugten Anordnung umfaßt der Chromatograph eine Vorsäule, die in jeder Chromatographenschicht stromaufwärts von den Säulen angeordnet ist, wobei jede Vorsäule in Fluidkommunikation mit einem Einlaß steht und eine stationäre Phase aufweist, die ihre inneren Oberflächen bedeckt.

[0014] Die Erfindung kann Bezug nehmend auf die folgenden Zeichnungen besser verstanden werden. Die Komponenten in den Zeichnungen sind nicht immer maßstabsgetreu, wobei statt dessen eine klare Darstellung der Prinzipien der vorliegenden Erfindung hervorgehoben wird.

[0015] Bevorzugte Ausführungsbeispiele der vorliegenden Erfindung werden nachfolgend Bezug nehmend auf die beiliegenden Zeichnungen näher erläutert. Es zeigen:

[0016] Fig. 1 eine schematische Seitenansicht eines ersten Gaschromatographen der vorliegenden Erfindung;

[0017] Fig. 2 eine schematische Draufsicht des Gaschromatographen aus Fig. 1 entlang einer Linie 2-2;

[0018] Fig. 3 ein schematisches Diagramm eines pneumatischen Systems des Gaschromatographen aus Fig. 1, das in einem ersten Betriebsmodus dargestellt ist;

[0019] Fig. 4 ein schematisches Diagramm des pneumatischen Systems aus Fig. 3, das in einem zweiten Betriebsmodus dargestellt ist;

[0020] Fig. 5 eine schematische Darstellung verschiedener Chromatogrammkanalausgaben von dem Gaschromatographen der Fig. 1 und Fig. 2;

[0021] Fig. 6 eine schematische Seitenansicht eines zweiten Gaschromatographen der vorliegenden Erfindung;

[0022] Fig. 7 eine schematische Seitenansicht eines dritten Gaschromatographen der vorliegenden Erfindung; und

[0023] Fig. 8 eine schematische Seitenansicht eines vierten Gaschromatographen der vorliegenden Erfindung.

[0024] Im folgenden wird detaillierter Bezug auf die Zeichnungen genommen, in denen gleiche Bezugszeichen in den mehreren Ansichten entsprechende Teile bezeichnen. Die Fig. 1 und Fig. 2 zeigen einen ersten Gaschromatographen **10** der vorliegenden Erfindung. Wie für Fachleute verständlich ist, zeigen diese Figuren insbesondere die Säulenkonfigurationen des Gaschromatographen **10** und deshalb nicht notwendigerweise jede Komponente, die für den Betrieb des Systems notwendig ist.

[0025] Bezug nehmend auf Fig. 1 weist der Gaschromatograph **10** im allgemeinen einen Einlaß **12**, eine Mehrzahl von Vorsäulen **14**, eine Mehrzahl von Hauptsäulen **16** und eine Mehrzahl von Detektoren **18** auf. Wie dies in Fig. 1 dargestellt ist, sind die verschiedenen Vorsäulen **14**, Hauptsäulen **16** und Detektoren **18** in unterschiedlichen Schichten oder Kanälen derart angeordnet, daß der Gaschromatograph **10** eine Mehrschicht- oder Mehrkanalkonfiguration aufweist. Als Beispiel können drei derartige Schichten vorgesehen sein. In einer derartigen Anordnung kann der Chromatograph **10** eine Höhenabmessung von etwa 1 bis 3 Zoll, eine Längenabmessung von etwa 4 bis 12 Zoll und eine Breitenabmessung (Fig. 2) von etwa 2 bis 6 Zoll aufweisen. Wie dies in Fig. 1 dargestellt ist, ist jede Schicht des Gaschromatographen **10** mit verschiedenen Isolationsschichten **20** gebildet, die zum Beispiel aus Kalziumsilikat bestehen können. Bei der Anordnung, die in Fig. 1 gezeigt ist, sind fünf Isolationsschichten **20** vorgesehen. Das bevorzugte Material für den Aufbau der Isolationsschichten ist das Material Super Firetemp L, erhältlich bei Pabco.

[0026] Zwischen den beiden oberen Isolationsschichten **20** des Gaschromatographen **10** ist eine erste Wärmequelle **22** angeordnet. Zusätzlich ist eine zweite Wärmequelle **24** benachbart zu der fünften Isolationsschicht **20** angeordnet. Bei dieser Konfiguration ist jede der verschiedenen Schichten des Gaschromatographen **10** zwischen den beiden Wärmequellen **22** und **24** positioniert. Als Beispiel können die Wärmequellen **22**, **24** jeweils eine Wärmeplatte aufweisen, die aus einem Material, wie z.B. rostfreiem Stahl, aufgebaut ist und mit einer Dickfilmheizvorrichtung ausgestattet ist, die auf der Plattenoberfläche angeordnet ist. Geeignete Dickfilmheizvorrichtungen sind bei Watlow Industries erhältlich. Wie aus der folgenden Erklärung deutlich werden wird, heizen die Wärmequellen **22** und **24** den Einlaß **12**, die Vorsäulen **14**, die Hauptsäulen **16** und die Detektoren **18** des Gaschromatographen **10**. Insbesondere liefern die erste und die zweite Wärmequelle **22** und **24** Wärme mit unterschiedlichen Temperaturen an den Gaschromatographen **10**, derart, daß ein Temperaturgefälle über den Chromatographenschichten gebildet wird. Bei einem derartigen Temperaturgefälle ist jede Schicht des Gaschromatographen **10** bei einer unterschiedlichen Isotherme positioniert und weist deshalb eine unterschiedliche Temperatur auf, wenn das thermische Gleichgewicht erreicht ist.

[0027] Üblicherweise ist der Einlaß **12** als ein Split/Splitlos-Einlaß eines herkömmlichen Entwurfs gebildet. Der Einlaß **12** umfaßt ein Septum **26**, in dem eine Probe, die analysiert werden soll, in den Chromatographen **10** eingespritzt werden kann. Wie weiter in Fig. 1 dargestellt ist, steht der Einlaß **12** üblicherweise in Fluidkommunikation mit einer Einlaßzuführungsleitung **28** und einer ersten und einer zweiten Einlaßlüftungsöffnung **30** und **32**. Wie weiter unten beschrieben wird, liefert die Einlaßzuführungsleitung **28** Trägergas an den Einlaß **12**. Normalerweise ist die erste Einlaßlüftungsöffnung **30** mit dem Septum **26** des Einlasses **12** verbunden, während die zweite Einlaßlüftungsöffnung **32** mit dem Hauptkörper des Einlasses **12** verbunden ist. Es soll selbstverständlich sein, daß alternative Einlässe oder andere Probeneinführungseinrichtungen verwendet werden können, falls dies erwünscht wird.

[0028] Zwischen dem Einlaß **12** und den Vorsäulen **14** ist ein Splitter (Verteiler) **34** angeordnet. Wie in Fig. 1 gezeigt ist, steht der Splitter **34** über eine Splitterzuführungsleitung **35** in Fluidkommunikation mit dem Einlaß **12**. Bei Verwendung empfängt der Splitter **34** Trägergas von dem Einlaß **12** und teilt den Gasfluß in drei normalerweise gleiche Flüsse von Trägergas auf. Vorzugsweise empfängt jede Chromatographenebene oder jeder -Kanal das gleiche Volumen des Trägergasflusses. Aufgrund der unterschiedlichen Temperaturen und der Viskositätsveränderungen des Trägergases aufgrund dieser unterschiedlichen Temperaturen können die Größen der Säulen verändert werden, um einen gleichen Fluß zu jeder der Säulen sicherzustellen. Jeder resultierende Fluß wird zu einer ersten, zweiten und dritten Vorsäulenzuführungsleitung **36**, **38** und **40** geleitet, die wiederum das Gas zu der ersten, zweiten bzw. dritten Vorsäule **42**, **44** bzw. **46** leiten. Jede Vorsäule **14** weist ein schmales, längliches Rohr auf, das eine stationäre Phase aufweist, die die inneren Oberflächen derselben bedeckt. Bezug nehmend auf Fig. 2 weisen die Vorsäulen **14** Säulen vom Kapillartyp oder Säulen von Packentyp auf und sind vorzugsweise in Spiralen **48** angeordnet, die eine Mehrzahl von kreisförmigen Windungen aufweisen. Die Vorsäulenspiralen **48** können wahlweise in eine Metallumhüllung (nicht gezeigt) eingeschlossen sein, um dazu beizutragen, die Temperatur über den Spiralen anzugleichen. Als Beispiel können die Spiralen **48** der Spalten vom Kapillartyp einen Durchmesser von etwa 3 Zoll und etwa 1 bis 30 Windungen aufweisen. Als Beispiel können die Vorsäulen **14** ferner innere Durchmesser von etwa 50 bis 530 µm aufweisen. Für Säulen vom Packentyp können die Vorsäulen **14** innere Durchmesser von etwa 2 bis 3 mm aufweisen.

[0029] Stromabwärts von den Vorsäulen **14** befinden sich die Hauptsäulen **16**. Wie in Fig. 1 gezeigt ist, kann der Gaschromatograph **10** eine erste, zweite und dritte Hauptsäule **50**, **52** und **54** aufweisen. Wie die Vorsäulen **14** sind die Hauptsäulen **16** mit einer stationären Phasen versehen, die die inneren Oberflächen der Säulen bedeckt. Die verschiedenen Vorsäulen **14** sind mit diesen Säulen **16** mit einer ersten, zweiten und dritten Säulenzuführungsleitung **56**, **58** und **60** verbunden. Folglich kann das Trägergas bei Verwendung durch jede der Vorsäulen **14**, durch jede der Säulenzuführungsleitungen **56** bis **60** und in die verschiedenen Hauptsäulen **16** geleitet werden. Bezug nehmend auf Fig. 2 ist jede der Hauptsäulen **16** üblicherweise als eine Säule vom Kapillartyp oder Packentyp angeordnet, die in einer Spirale **62** angeordnet ist, die eine Mehrzahl von kreisförmigen Windungen aufweist. Wie die Vorsäulenspiralen **48** können die Hauptsäulenspiralen **62** in eine dünne Metallumhüllung (nicht gezeigt) eingeschlossen sein, wenn dies erwünscht wird, um einen Ausgleich der Temperaturen über den Spiralen zu unterstützen. Als Beispiel für Säulen vom Kapillartyp kann jede der Spiralen **62** im Durchmesser etwa 3 Zoll sein und etwa 4 bis 120 Windungen aufweisen. Als Beispiel weist jede Hauptsäule **16** ferner einen inneren Durchmesser von etwa 50 bis 530 µm auf. Für Säulen vom Packentyp kann jede Säule **16** einen inneren Durchmesser von etwa 2 bis 3 mm aufweisen.

[0030] Nachdem das Trägergas (und Probengas, falls anwendbar) die Hauptsäulen **16** verläßt, kommt es in die erste, zweite und dritte Detektorzuführungsleitung **64**, **66** und **68**, die das Gas zu dem ersten, zweiten bzw. dritten Detektor **70**, **72** bzw. **74** leiten. In jedem dieser Detektoren **18** werden die verschiede-

nen Probenanalyte identifiziert und, falls dies erwünscht ist, quantifiziert. Das Trägergas fließt durch die Detektoren **18** und wird aus den Detektoren mit einer ersten, zweiten bzw. dritten Detektorlüftungsöffnung **76**, **78** bzw. **80** entlüftet.

[0031] Wieder Bezug nehmend auf Fig. 1 weist der Gaschromatograph **10** normalerweise zusätzlich eine erste, zweite und dritte Spülungsleitung **82** bis **86** auf. Wie in Fig. 1 gezeigt ist, ist die erste, zweite und dritte Spülungsleitung **82**–**86** in Fluidkommunikation mit der ersten, zweiten bzw. dritten Säulenzuführungsleitung **56** bis **60** verbunden. Wie weiter unten detaillierter erläutert wird, werden diese Spülungsleitungen **82**–**86** verwendet, um die Vorsäulen **14**, den Splitter **34** und den Einlaß **12** zu spülen, nachdem das Probengas den Hauptsäulen **16** zugeführt wurde.

[0032] Die Fig. 3 und Fig. 4 zeigen ein pneumatisches System **88**, das in dem Gaschromatographen **10** verwendet wird. Obwohl eine bestimmte Leitanordnung in diesen Figuren dargestellt ist, sollte es selbstverständlich sein, daß Modifizierungen an diesem Leitschema von Fachleuten durchgeführt werden können. Bezug nehmend auf Fig. 3, die einen Hauptsäulenlademodus darstellt, weist das pneumatische System **88** eine Systemzuführungsleitung **90** auf, die über eine erste Abzweigleitung **92** in Fluidkommunikation mit der Einlaßzuführungsleitung **28** steht. Die Systemzuführungsleitung **90** steht auch in Fluidkommunikation mit einer zweiten Abzweigleitung **99** und einer dritten Abzweigleitung **96**. Das pneumatische System **88** umfaßt ferner eine Spülungszuführungsleitung **98**, die in Fluidkommunikation mit der dritten Abzweigleitung **96** steht. Die Spülungszuführungsleitung **98** steht ebenfalls in Fluidkommunikation mit jeder Spülungsleitung **82**–**86**. Ferner ist in Fig. 3 ein Drucksensor **100** dargestellt, der in Fluidkommunikation mit einer Sensorleitung **102** steht. Die Sensorleitung **102** steht in Fluidkommunikation mit der ersten Spülungsleitung **32** und deshalb auch mit der ersten Säulenzuführungsleitung **56**.

[0033] Weiter Bezug nehmend auf Fig. 3 ist zwischen der ersten Abzweigleitung **92** und der Einlaßzuführungsleitung **28** ein Ventil **104** angebracht, mit dem der Fluß von Trägergas an die Einlaßzuführungsleitung **28** aktiviert oder unterbrochen werden kann. Als Beispiel weist das Ventil **104** ein Zweiwegeventil auf, das den Fluß von Trägergas entweder zu der Einlaßzuführungsleitung **28** oder zu der Spülungszuführungsleitung **98** öffnet. Stromaufwärts von dem Ventil **104** entlang der ersten Abzweigleitung **92** befindet sich eine Flußsteuerung **106**. Ähnlich können Flußsteuerungen **108** und **110** entlang der zweiten bzw. dritten Abzweigleitung **94** und **96** angeordnet sein. Üblicherweise weist jede Flußsteuerung **106**– **110** einen Drucksensor und ein Ventil auf. Folglich können die Flußsteuerungen **106**–**110** den Druck des Flusses erfassen, der durch die jeweilige Abzweigleitung **92**–**96** fließt, und den Fluß ansprechend auf die erfaßten Drücke einstellen.

[0034] Zusätzlich zu den zuvor genannten Ventilen und Flußsteuerungen weist das pneumatische System **88** üblicherweise ferner ein Ventil **112** auf, das entlang der zweiten Einlaßlüftungsöffnung **32** angeordnet ist. Wie in Fig. 3 durch eine gestrichelte Linie dargestellt ist, wird das Ventil **112** bezüglich Drucksensors **100** gesteuert. Bei einer bevorzugten Anordnung überwacht ein Steuerungssystem (nicht gezeigt) den Druck, der durch den Drucksensor **100** erfaßt wird, und stellt das Ventil **112** ein, um den Druck in den Vorsäulen **14** und Hauptsäulen **16** zu steuern. Zusätzlich zu dem Ventil **112** weist das pneumatische System **88** üblicherweise ferner eine erste, zweite und dritte Flußdrossel **114**, **116** und **118** auf, die entlang der jeweiligen Spülungsleitungen **82**–**86** angeordnet sind. Wie weiter unten besprochen wird, können die Flußdrosseln **114**–**118** verwendet werden, um den Fluß von Trägergas durch die Spülungsleitungen **82**–**86** zu drosseln.

[0035] Die Hauptkomponenten des ersten Gaschromatographen **10** wurden oben beschrieben, während der Betrieb des Chromatographen **10** im folgenden beschrieben wird. Bezug nehmend auf Fig. 1 wird das System initialisiert, indem ermöglicht wird, daß die Wärmequellen **22** und **24** an den gewünschten Temperaturen angelangen. Bei einer bevorzugten Anordnung wird die erste Wärmequelle **22** auf eine relativ hohe Temperatur, z.B. 350°C, erwärmt, während die zweite Wärmequelle **24** auf eine relativ niedrige Temperatur, z.B. 50°C, erwärmt wird. Die Wärme wird von diesen Quellen **22**, **24** durch die verschiedenen Schichten des Gaschromatographen **10** derart übertragen, daß ein Temperaturgefälle über dem Gaschromatographen von der ersten Wärmequelle **22** zu der zweiten Wärmequelle **24** gebildet wird. Als Beispiel kann die erste oder obere Schicht eine Temperatur von etwa 300°C erlangen, die zweite oder mittlere Schicht eine Temperatur von etwa 200°C und die dritte oder untere Schicht eine Temperatur von etwa 100°C.

[0036] Sobald der Gaschromatograph **10** das Gleichgewicht erreicht hat und das erwünschte Wärmegefälle erzielt wurde, kann der Chromatograph **10** verwendet werden, um Probenmaterialien zu analysieren. Normalerweise wird eine kleine Probe des Materials durch das Einlaßseptum **26** in den Einlaß **12** eingespritzt. Als Beispiel kann die Probe in flüssiger Form vorliegen und ein Volumen von etwa 0,1 bis 10 Mikroliter aufweisen. Auf ein Eintreten in den Einlaß **12** hin wird die Probe aufgrund der Nähe des Einlasses zu der ersten Wärmequelle **22** verdampft. Wie dies in der Technik bekannt ist, führt das Trägergas, das in die Einlaßzuführungsleitung **28** geführt wird,

das Probengas durch den Chromatographen **10**. Als Beispiel kann das Trägergas im wesentlichen ein Edelgas, wie z.B. Helium, aufweisen. Dieses Trägergas kann dem Einlaß **12** mit einem Kopfdruck von etwa 1 bis 50 Pfund pro Quadratzoll (psi) zugeführt werden. Aufgrund der beschränkten Probenkapazität der Säule kann ein Teil der Probe, der in den Einlaß **12** eingespritzt wird, u.U. durch die zweite Einlaßlüftungsöffnung **32** aus dem Chromatographen **10** entlüftet werden.

[0037] Das Probengas wird durch das Trägergas von dem Einlaß **12** zu dem Splitter **34** geführt, der den Fluß in drei normalerweise gleiche Flüsse unterteilt, die entlang der Vorsäulenzuführungsleitungen **36**–**40** geleitet werden. Üblicherweise wird der Fluß, der zu dem Splitter **34** geführt wird, durch eine Kombination der Flußsteuerung **106** und des Ventils **112** gesteuert. Wie bereits oben erklärt wurde, wird der Druck durch die erste Schicht (d.h. die erste Vorsäule **42** und die erste Hauptsäule **50**) mit dem Drucksensor **100** überwacht. Folglich kann, wenn der Druck in der ersten Schicht, und deshalb in den verbleibenden Schichten, nicht der gewünschte Druck ist, der Fluß durch die zweite Einlaßlüftungsöffnung **32** derart gesteuert werden, daß, wenn der Druck zu groß ist, mehr Gas aus dem Chromatographen **10** entlüftet wird, und, wenn der Druck zu niedrig ist, weniger Gas durch die zweite Einlaßlüftungsöffnung **32** entlüftet wird. Es ist anzumerken, daß der Druck in jeder Schicht oder in jedem Kanal an einem einzelnen Kanal gesteuert wird. Bei einer derartigen Anordnung ist der Steuerungskanal der Hauptkanal, wobei die anderen Kanäle die Nebenkanäle sind. Obwohl diese Anordnung bevorzugt wird, sollte es offensichtlich sein, daß, falls dies erwünscht wird, jeder Kanal separat gesteuert werden kann.

[0038] Nachdem der Gasfluß durch den Splitter **34** geteilt wurde, tritt das Gas in die Vorsäulen **14** ein. Sobald die Vorsäulen **14** erreicht sind, wird ein Teil des Probengases durch die stationäre Phase, die an den inneren Oberflächen der Vorsäulen angebracht ist, eingefangen. Ein verbleibender Teil des Probengases wird über die Säulenzuführungsleitungen **56**–**60** zu den Hauptsäule **16** geführt und durch die stationäre Phase, die an den inneren Oberflächen dieser Säulen vorgesehen ist, eingefangen. Das Trägergas und jeder Analyt, der aus der stationären Phase der Säule **16** eluiert ist, fließt dann durch die Detektorzuführungsleitungen **64**–**68** zu den Detektoren **18**. Wie unten besprochen wird, erfassen die Detektoren **18** das Vorliegen der verschiedenen Analyte, wie diese an den Detektoren ankommen. Von den Detektoren **18** wird das Trägergas durch die Detektorlüftungsöffnungen **76**–**80** aus dem Gaschromatographen **10** entlüftet.

[0039] Bezug nehmend auf Fig. 3 wird ein Teil des Trägergases, das durch die Systemzuführungsleitung **90** zugeführt wird, in die zweite und dritte Abzweigleitung **94** und **96** umgeleitet. In der zweiten Abzweigleitung **94** wird die Flußsteuerung **108** verwendet, um die Menge von Trägergas zu steuern, die entlang dieser Leitung geführt wird. Der Fluß durch die zweite Abzweigleitung ist normalerweise konstant, derart, daß, wenn der Fluß von Trägergas von der ersten Abzweigleitung **92** zu der Einlaßzuführungsleitung **28** endet, eine relativ kleine Menge von Trägergas weiterhin durch die Einlaßzuführungsleitung **28** zu dem Einlaß **12** fließt. Dieser Fluß verhindert eine Verunreinigung des Einlaßseptums **26**. Bezüglich der dritten Abzweigleitung **96** fließt Trägergas ähnlich konstant durch die Flußsteuerung **110**, derart, daß eine relativ kleine Menge des Trägergasflusses an jede der Spülungsleitungen **82**–**86** geführt wird, selbst wenn die gesamte Zuführung von Trägergas von der ersten Abzweigleitung **92** zu der Spülungszuführungsleitung **98** zum Erliegen kommt. Dieser Fluß verhindert eine Verunreinigung der Spülungsleitungen **82**–**86** durch Probenanalyte.

[0040] Nachdem das Probengas die Hauptsäulen **16** erreicht, wird der Fluß von Trägergas durch die Vorsäulen **14** derart umgekehrt, daß die erste Hälfte des Gaschromatographen **10** verglichen mit Fig. 3 umgekehrt wirkt. Normalerweise tritt diese Flußumkehrung nach nur ein paar Sekunden auf, in denen das Probengas die Hauptsäulen **16** schnell erreicht. Fig. 4 zeigt diesen umgekehrten Flußzustand. Insbesondere zeigt diese Figur einen Standby-Modus des pneumatischen Systems **88**. Wie dies in Fig. 4 gezeigt ist, wird der Fluß von Trägergas umgekehrt, indem das Ventil **104** derart umgeschaltet wird, daß das Trägergas, das durch die erste Abzweigleitung **92** geliefert wird, weg von der Einlaßzuführungsleitung **28** zu der Spülungszuführungsleitung **98** umgeleitet wird. Folglich wird die relativ hohe Volumenzufuhr von Trägergas zu dem Einlaß **12** beendet, und statt dessen an die Spülungszuführungsleitung **98** geliefert. Das Trägergas gelangt durch diese Spülungszuführungsleitung **98** zu jeder der Spülungsleitungen **82**–**86**. Wie in Fig. 4 gezeigt ist, werden die Flüsse durch Flußdrosseln **114**–**118** beschränkt, die entlang jeder Spülungsleitung **82**–**86** vorgesehen sind. Diese Flußdrosseln **114**– **118** verhindern ein pneumatisches Übersprechen über den verschiedenen Spülungsleitungen **82**–**86**.

[0041] Bei einer alternativen Anordnung (nicht gezeigt) kann das pneumatische System vereinfacht sein, um die Systemzuführungsleitung **90** direkt mit der Einlaßzuführungsleitung **28** und der Spülungszuführungsleitung **98** zu verbinden. Bei einer derartigen Anordnung kann jede der Einlaßzuführungsleitungen **28** und die Spülungszuführungsleitungen **98** ihre eigene Flußsteuerung aufweisen, um den Fluß durch die Leitungen zu steuern. Wie für Fachleute deutlich zu erkennen ist, würde diese Anordnung dahingehend die Pneumatik vereinfachen, daß die Abzwei-

gleitungen **92**, **94** und **96** nicht weiter notwendig wären, wobei jedoch die gleiche Funktionalität wie bei dem System **88**, das in Fig. 3 gezeigt ist, erhalten bleiben würde.

[0042] Nach einem Leiten durch die Flußdrosseln **114**–**118** wird das Trägergas zu jeder Säulenzuführungsleitung **56**–**60** geleitet. Wie dies in Fig. 4 gezeigt ist, wird das pneumatische System **88** des Chromatographen **10** derart ausgeglichen, daß die Flüsse, die von den Spülungsleitungen **82**–**86** geliefert werden, derart unterteilt werden, daß etwa die Hälfte des Flusses, der zu jedem Chromatographenpegel oder Kanal geleitet wird, durch die Vorsäulen **14** geleitet wird, während die andere Hälfte durch die Hauptsäulen **16** fließt. Durch ein Betreiben auf diese Weise bleibt der Fluß durch die Hauptsäulen **16** auf ein Schalten von dem ersten Modus, der in Fig. 3 gezeigt ist, zu dem zweiten Modus, der in Fig. 4 gezeigt ist, ununterbrochen.

[0043] Wie weiter in Fig. 4 gezeigt ist, gelangt das Trägergas durch die Vorsäulen **14** zurück durch die Vorsäulenzuführungsleitungen **36**–**40** zu dem Splitter **34**. Von dem Splitter **34** wird das Trägergas zu dem Einlaß **12** geleitet. Sobald das Gas dort ankommt, wird dasselbe aus dem Chromatographen **10** entlüftet. Insbesondere wird die zweite Einlaßlüftungsöffnung **32** verwendet, um den Hauptkörper des Einlasses von den Analyten zu entleeren. Um ähnlich eine Verunreinigung des Septums **26** zu vermeiden, entlüftet der Fluß von Gas, das durch die zweite Abzweigleitung **94** geführt wird, das Septum durch die erste Lüftungsöffnungsleitung **30**.

[0044] Wie aus der obigen Beschreibung ersichtlich ist, entlüftet der umgekehrte Fluß des Trägergases die erste Hälfte des Gaschromatographen **10** von Probenanalyten. Es ist jedoch in der Technik bekannt, daß schwerere Probenanalyte durch die stationäre Phase an den inneren Oberflächen der Vorsäulen **14** hängen bleiben. Obwohl diese Analyte mit der Zeit aus der stationären Phase eluieren, wird die Zeitdauer abhängig von der Temperatur, auf der die Vorsäule gehalten wird, variieren. Bei der ersten Vorsäule **42** z.B., die auf einer relativ hohen Temperatur gehalten wird, werden die relativ leichten Analyte der Probe schnell aus der stationären Phase eluieren und werden deshalb während des Standby-Betriebs relativ schnell aus dem Gaschromatographen **10** entfernt (wenn sie nicht bereits früher entfernt wurden). Die schwereren Analyte jedoch werden für einen längeren Zeitraum in der Vorsäule **42** bleiben. Folglich entfernt der umgekehrte Fluß von Trägergas durch die dritte Vorsäule **46** nicht zwangsläufig die schwereren Analyte aus den Vorsäulen **14**, bevor eine wesentliche Zeit vergangen ist. Deshalb können, wenn mehrere Probenanalysen nacheinander durchgeführt werden, die unteren Vorsäulen, wie z.B. die Vorsäulen **44** und **46** eine Anhäufung dieser schwereren Analyte aufweisen. Dadurch, daß jedoch der Gaschromatograph **10** während eines Großteils der Zeit während der Verwendung des Chromatographen in dem Standby-Modus wirkt, werden die Analyte ständig zurück durch das System getrieben, derart, daß diese Analyte die Hauptsäulen **16** nicht erreichen und letztendlich aus dem Chromatographen entlüftet werden.

[0045] Bei den Hauptsäulen **16** werden die Analyte über den mehreren Chromatographenschichten einem unterschiedlichen Grad von Wärme ausgesetzt. Wie in der Technik bekannt ist, bewirkt diese Wärme, daß die Analyte aus der stationären Phase eluieren, derart, daß diese durch das Trägergas zu den Detektoren **18** geführt werden können. In dem oben beschriebenen Beispiel, bei dem die Temperatur der ersten Hauptsäule **50** etwa 300°C beträgt, die der zweiten Hauptsäule **52** etwa 200°C und die der dritten Hauptsäule **54** etwa 100°C, werden die relativ leichten Analyte aufgrund ihrer erhöhten Temperaturen schnell durch die erste und zweite Hauptsäule **50** und **52** geleitet. Deshalb erfassen der erste und der zweite Detektor **70** und **72** normalerweise diese Analyte schnell.

[0046] Fig. 5 stellt verschiedene Chromatogramme der verschiedenen Detektoren **70**–**74** dar. Diese Chromatogramme können erster, zweiter bzw. dritter Kanal **120**, **122**, **124** bezeichnet werden, die jeweils zu dem ersten, zweiten und dritten Detektor **70**, **72** und **74** gehören. Wie in Fig. 5 gezeigt ist, weisen der erste und der zweite Kanal **120** und **122** eine Mehrzahl von Spitzen auf, die die relativ leichten Analyte zu Beginn des Chromatogramms darstellen. Wie in diesen Chromatogrammen gezeigt ist, sind diese relativ leichten Analyte nahe beieinander und deshalb nicht ausreichend zur Erfassung durch einen Universaldetektor getrennt. Aufgrund des Temperaturgefälles über den verschiedenen Chromatographenschichten jedoch werden die leichteren Analyte in den Niedrigtemperaturschichten ausreichend getrennt und deshalb erfaßt. Der dritte Kanal **124** kann z.B. jeden dieser relativ leichten Analyte mit guter Trennung enthalten. In dem Beispiel, das in Fig. 5 dargestellt ist, weisen die Analyte, die mit dem dritten Detektor **74** erfaßt werden, C8, C9, C10, C12 und C14 auf.

[0047] Wie weiter in Fig. 5 gezeigt ist, kann der zweite Detektor **72** jeden Analyt erfassen, der schwerer ist als der schwerste Analyt, der durch den dritten Detektor **74** erfaßt wird. Folglich kann der zweite Kanal **122** Spitzen für C14, C16, C18, C20 und C24 aufweisen. Auf eine ähnliche Weise kann der erste Detektor **70**. jeden Analyt erfassen, der schwerer ist als der schwerste Analyt, der durch den zweiten Detektor **72** erfaßt wird. Folglich kann beispielhaft der erste Kanal **120** Spitzen für C24, C28, C32, C36 und C40 aufweisen. Normalerweise ist es wünschenswert,

daß eine Spitzenüberlagerung über jegliche zwei benachbarte Kanäle stattfindet. Dies ermöglicht es, daß die Kanäle zueinander hinsichtlich Kanalverstärkungen kalibriert werden können. Diese Kalibrierung kann verwendet werden, um unterschiedliche Aufteilverhältnisse über den Schichten, falls vorhanden, zu berücksichtigen.

[0048] Wie es für Fachleute ersichtlich ist, beschleunigt die Trennung dieser verschiedenen Analyte über den verschiedenen Chromatographenschichten das Erfassungsverfahren dahingehend, daß die erste Schicht verwendet werden kann, um die schwersten Analyte zu erfassen, die dritte Schicht, um die leichtesten Analyte zu erfassen, und die zweite Schicht, um die dazwischenliegenden Analyte zu erfassen. Deshalb kann jeder Abtastanalyt im wesentlichen gleichzeitig in einer kurzen Zeitperiode mit einer ausreichenden Analyttrennung erfaßt werden. Als Beispiel können die Chromatogramme, die in Fig. 5 gezeigt sind, in etwa 100 Sekunden erzeugt werden. Ferner gibt es, da getrennte Schichten unterschiedliche Temperaturen aufweisen, keinen Bedarf, die Temperatur des Chromatographen rampenförmig von einer Anfangs- auf eine Spitzentemperatur zu erhöhen. Folglich ist keine Abkühlperiode zwischen Analysezyklen notwendig.

[0049] Wie bereits oben gezeigt wurde, beeinflußt die Retention der schwereren Analyte in den unteren Schichten des Chromatographen **10** normalerweise die Resultate der Probenanalyse nicht negativ. Von Zeit zu Zeit kann es jedoch wünschenswert sein, das System unter relativ heißen Bedingungen zu spülen, nachdem der Chromatograph **10** wiederholt verwendet wurde, um sicherzustellen, daß die schwereren Verbindungen entfernt werden. Als Beispiel kann der Chromatograph **10** betrieben werden, wenn sich sowohl die erste als auch die zweite Wärmequelle **22** und **24** auf einer Temperatur von etwa 350°C befindet und das System, wie in Fig. 4 gezeigt ist, in dem Standby-Modus läuft. Nachdem eine bestimmte Zeitdauer, in der bei dieser Temperatur gearbeitet wird, verstrichen ist, z.B. nach 15 bis 30 Minuten, werden üblicherweise alle Probenanalyte vollständig aus dem Chromatographen **10** gespült.

[0050] Fig. 6 zeigt einen zweiten Gaschromatographen **200** der vorliegenden Erfindung. Wie aus dieser Figur hervorgeht, verwendet der Chromatograph **200** viele der Komponenten des Gaschromatographen **10**, der oben Bezug nehmend auf die Fig. 1 bis Fig. 5 beschrieben wurde, ebenfalls. Folglich wird die Erklärung des zweiten Gaschromatographen **200** auf die Merkmale beschränkt, die bei dem Gaschromatographen **10** nicht vorliegen. Ähnlich wie der Gaschromatograph **10** umfaßt der Gaschromatograph **200** eine erste Wärmequelle **22** und eine zwei- te Wärmequelle **24**. Bei dem in Fig. 6 gezeigten Ausführungsbeispiel jedoch soll der Gaschromatograph **200** zur Verwendung bei Temperaturen unter der Raumtemperatur (d.h. Niedrigtemperatur) dienen. Der Chromatograph **200** kann z.B. verwendet werden, um gefrorene Materialien zu analysieren. Wie dies in der Technik bekannt ist, eluieren die Analyte derartiger Materialien bei relativ niedrigen Temperaturen aus stationären Phasen. Folglich kann die erste Wärmequelle **22** auf einer Temperatur von etwa 250°C und die zweite Wärmequelle **24** auf einer Temperatur von etwa 0°C gehalten werden. Mit diesen Temperaturen können die verschiedenen Schichten bei Temperaturen von etwa 200°C, 100°C bzw. 0°C gehalten werden.

[0051] Um die zweite Wärmequelle **24** auf einer niedrigen Temperatur zu halten, weist der Gaschromatograph **200** ferner normalerweise einen oder mehrere thermoelektrische Kühler **202** auf, die direkt neben der zweiten Wärmequelle positioniert sind. Als Beispiel kann jeder thermoelektrische Kühler **202** eine Mehrzahl von Diodenübergängen (nicht gezeigt) aufweisen, die parallel angeordnet sind und ein Wärmegefälle entwikkeln, wenn ein Strom über den Übergängen angelegt wird. In der in Fig. 5 gezeigten Anordnung z.B. können die Kühler **202** betrieben werden, um der zweiten Wärmequelle **24** Wärme zu entnehmen, so daß diese Wärme durch eine Wärmeableitvorrichtung **204** entfernt werden kann. Zusätzlich zu den Merkmalen dieser Anordnung, die in Fig. 5 gezeigt ist, kann auch, falls dies erwünscht wird, ein Tieftemperaturkühlen verwendet werden.

[0052] Fig. 7 stellt einen dritten Gaschromatographen **300** der vorliegenden Erfindung dar. Wie aus dieser Figur hervorgeht, teilt der Chromatograph **300** wieder viele der Komponenten des Gaschromatographen **10**, der oben Bezug nehmend auf die Fig. 1 bis Fig. 5 beschrieben wurde. Folglich ist die Besprechung des dritten Gaschromatographen **300** wieder auf die Merkmale beschränkt, die in dem Gaschromatographen **10** nicht vorkommen. Wie aus Fig. 7 hervorgeht, umfaßt der Gaschromatograph **300** wie der Chromatograph **10** drei separate Schichten, entlang derer ein Trägergas geleitet werden kann. Bei dem in Fig. 7 gezeigten Ausführungsbeispiel jedoch sind drei Wärmequellen **302**, **304** und **306** vorgesehen, die einzeln jede der drei jeweiligen Chromatographenschichten heizen. Insbesondere ist jede Schicht (d.h. Vorsäule **14** und Hauptsäule **16**) in direktem Kontakt mit einer Wärmequelle **302**–**306** positioniert. Mit dieser Anordnung sind die Chromatographenschichten (und deshalb ihre Temperaturen) weniger empfindlich gegenüber Veränderungen ihrer physischen Positionen. Wie dies in der Technik bekannt ist, können Temperaturveränderungen aufgrund einer Temperaturveränderung der Säule auftreten. Deshalb ist, wenn die verschiedenen Vorsäulen **14** und Hauptsäulen **16** in direktem Kontakt mit den Wärmequellen **302**–**306** stehen, der Chromatograph **300** nicht anfällig für derartige Temperaturver-

änderungen, wodurch genauere Analyseresultate erzielt werden. Bei Verwendung können die Wärmequellen **302**–**306** derart erwärmt werden, daß die zweite Wärmequelle **304** die größte Temperatur aufweist, um den thermischen Entwurf zu optimieren. Insbesondere bewahrt eine derartige Erwärmungsanordnung Energie dahingehend, daß im wesentlichen die gesamte von der heißesten Wärmequelle erzeugte Wärme verbraucht wird. Vorzugsweise sind die Wärmequellentemperaturen und Isolationsschichtdicken derart entworfen, daß die thermische Leistung, die in jede Wärmequelle geleitet wird, kleiner ist als die thermische Leistung, die aus der Wärmequelle herausgeleitet wird. Bei einer alternativen Anordnung (nicht gezeigt) können die Wärmequellen **302**, **304** und **306** unterteilt werden, um den Einlaß, die Vorsäulen und die Hauptsäulen separat zu erwärmen.

[0053] Fig. 8 zeigt einen vierten Gaschromatographen **400** der vorliegenden Erfindung, der im wesentlichen identisch mit dem Gaschromatographen **300**, der in Fig. 7 gezeigt ist, ist, mit der Ausnahme, daß z.B. anstelle eines Universaldetektors ein einzelner Detektor **402** vorgesehen ist. Wie in Fig. 8 gezeigt ist, treffen sich alle Detektorzuführungsleitungen. **64**–**68** der verschiedenen Chromatographenschichten an einer Verbindung **404**, die zu dem Detektor **402** führt. Wie ferner in Fig. 4 dargestellt ist, umfaßt der Detektor **402** seine eigene Lüftungsöffnungsleitung **406**. Das in Fig. 8 gezeigte Ausführungsbeispiel wird auf eine ähnliche Weise wie das in Fig. 7 gezeigte verwendet. Der Gaschromatograph **400** ist jedoch insbesondere zur Verwendung mit relativ einfachen Probenmaterialien gedacht. Insbesondere ist der Chromatograph sehr gut für Probenmaterialien geeignet, die wenig Analyte aufweisen, so daß es eine ausreichende Spitzentrennung gibt, um die verschiedenen Probenanalyte zu unterscheiden und zu identifizieren. Wenn der einzelne Detektor **402** ein selektiver Detektor, wie z.B. ein Massenspektrometer ist, kann der Gaschromatograph **400** auch bei komplexen Proben verwendet werden, wobei sich überlagernde Spitzen unter Verwendung von bekannten Entfaltungsalgorithmen aufgelöst werden können.

[0054] Während bestimmte Ausführungsbeispiele der Erfindung in der vorangegangenen Beschreibung und den Zeichnungen zu Beispielzwecken detailliert offenbart wurden, ist es für Fachleute offensichtlich, daß Veränderungen und Modifizierungen derselben durchgeführt werden können, ohne sich vom Bereich der Erfindungen, wie diese in den folgenden Ansprüchen dargelegt ist, zu entfernen. Es wird jedoch angemerkt, daß z.B., obwohl bei bestimmten Ausführungsbeispiele bestimmte Zahlen von Chromatographenschichten dargestellt und beschrieben wurden, alternative Anordnungen ebenfalls möglich sind. Zusätzlich ist es für Fachleute verständlich, daß sich, obwohl die Detektoren als ein Teil des Chromatographen dargestellt wurden, der Detektor/die Detektoren auch außerhalb des Chromatographen befinden könnten. Ein derartiger Detektor könnte als Beispiel einen Universaldetektor oder einen Selektivdetektor aufweisen. Ferner ist es offensichtlich, daß, obwohl hierin Gaschromatographen beschrieben werden, die hierin offenbarten Konzepte, wie z.B. mehrere Schichten und mehrere Säulen, auch auf andere Technologien anwendbar sind.

Patentansprüche

1. Gaschromatograph (**10**) mit folgenden Merkmalen:
einem Einlaß (**12**), der eine Probe, die analysiert werden soll, aufnimmt;
mehreren Säulen (**14**, **16**, **42**, **44**, **46**, **50**, **52**, **54**), die jeweils einen Teil der Probe aufnehmen und jeweils in einer von einer Mehrzahl von Schichten angeordnet sind, wobei jede Säule folgende Merkmale umfasst:
eine Vorsäule (**14**, **42**, **44**, **46**), die in Fluidkommunikation mit dem Einlaß steht, wobei die Vorsäule eine stationäre Phase aufweist, die ihre inneren Oberflächen bedeckt;
eine Hauptsäule (**16**, **50**, **52**, **54**), die in Fluidkommunikation mit der Vorsäule steht und sich stromabwärts von derselben befindet, wobei die Hauptsäule eine stationäre Phase aufweist, die ihre inneren Oberflächen bedeckt; und
einen Detektor (**18**), der in Fluidkommunikation mit der Hauptsäule steht und sich stromabwärts von derselben befindet; und
eine Spülungsleitung (**82**, **84**, **86**), die in direkter Fluidkommunikation mit jeder Vorsäule und der Hauptsäule steht, wobei die Spülungsleitung konfiguriert ist, um der Vorsäule einen rückwärts gerichteten Fluß von Trägergas und der Hauptsäule einen vorwärts gerichteten Fluß von Trägergas zu liefern.

2. Gaschromatograph gemäß Anspruch 1, der ferner ein pneumatisches System (**88**) aufweist, das in Fluidkommunikation mit dem Einlaß und der Spülungsleitung steht, und konfiguriert ist, um selektiv ein Trägergas an den Einlaß und die Spülungsleitung zu liefern.

3. Gaschromatograph gemäß Anspruch 1, der ferner einen Splitter (**34**), der in Fluidkommunikation mit dem Einlaß und jeder Vorsäule steht, aufweist, wobei der Splitter konfiguriert ist, um einen Fluß von Trägergas, der durch den Einlaß zugeführt wird, zu unterteilen, um jede Vorsäule mit Trägergas zu versorgen.

4. Gaschromatograph gemäß Anspruch 1, der ferner eine erste Wärmequelle (**302**), eine zweite Wärmequelle (**304**) und eine dritte Wärmequelle (**306**) aufweist, wobei die Wärmequellen derart angeordnet sind, daß jede der Schichten zwischen den Wärmequellen angeordnet ist, so daß sich, wenn die

Wärmequellen auf unterschiedlichen Temperaturen gehalten werden, ein Temperaturgefälle über den Schichten entwickelt.

5. Gaschromatograph gemäß Anspruch 1, der ferner eine Mehrzahl von Kühlern (**202**) und eine Wärmeableitvorrichtung (**204**) aufweist, die Wärme von der Vorsäule und der Hauptsäule einer der Schichten entfernen.

6. Gaschromatograph gemäß Anspruch 1, bei dem der Detektor (**18**) ferner einen ersten, einen zweiten und einen dritten Detektor (**70**, **72**, **74**) aufweist, die in getrennter Fluidkommunikation mit jeder der Hauptsäulen stehen.

7. Gaschromatograph gemäß Anspruch 1, wobei der Gaschromatograph ferner eine Wärmequelle (**302**, **304**, **306**) in direktem Kontakt mit jeder Vorsäule und jeder Hauptsäule aufweist.

Es folgen 8 Blatt Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

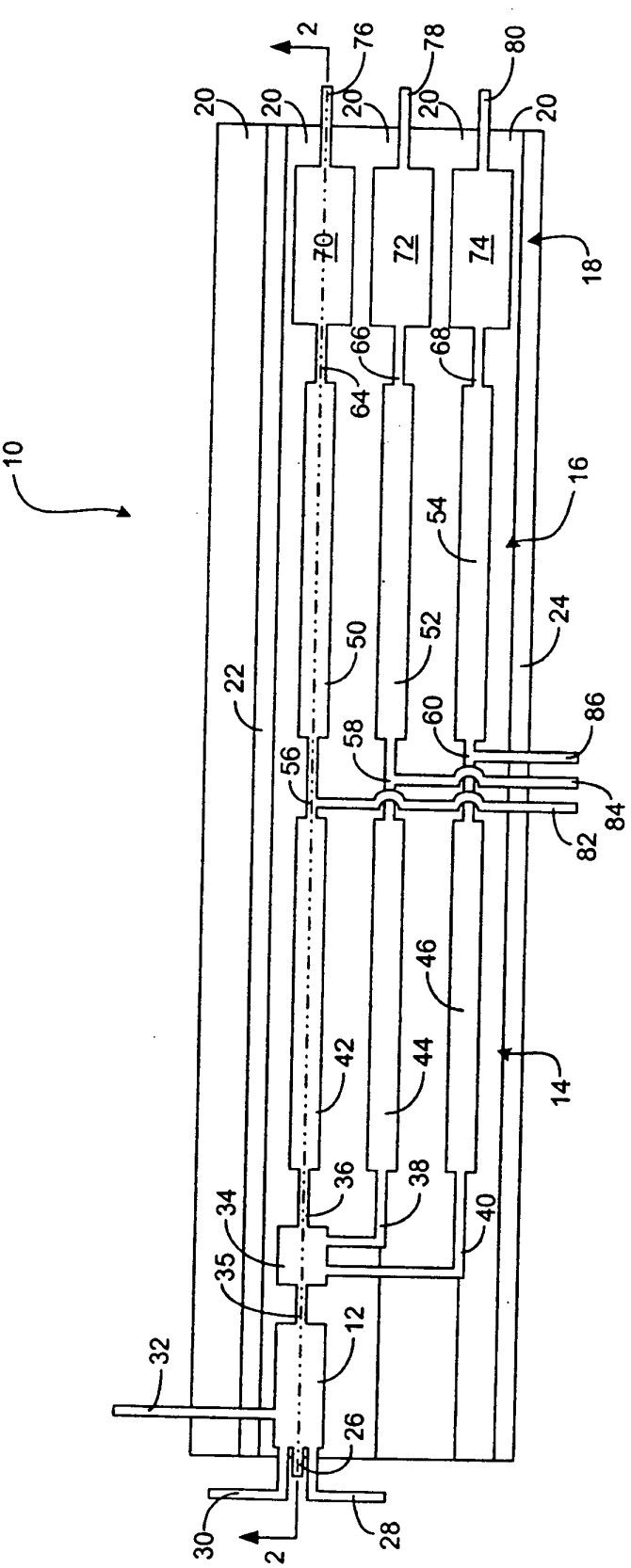


FIG. 1

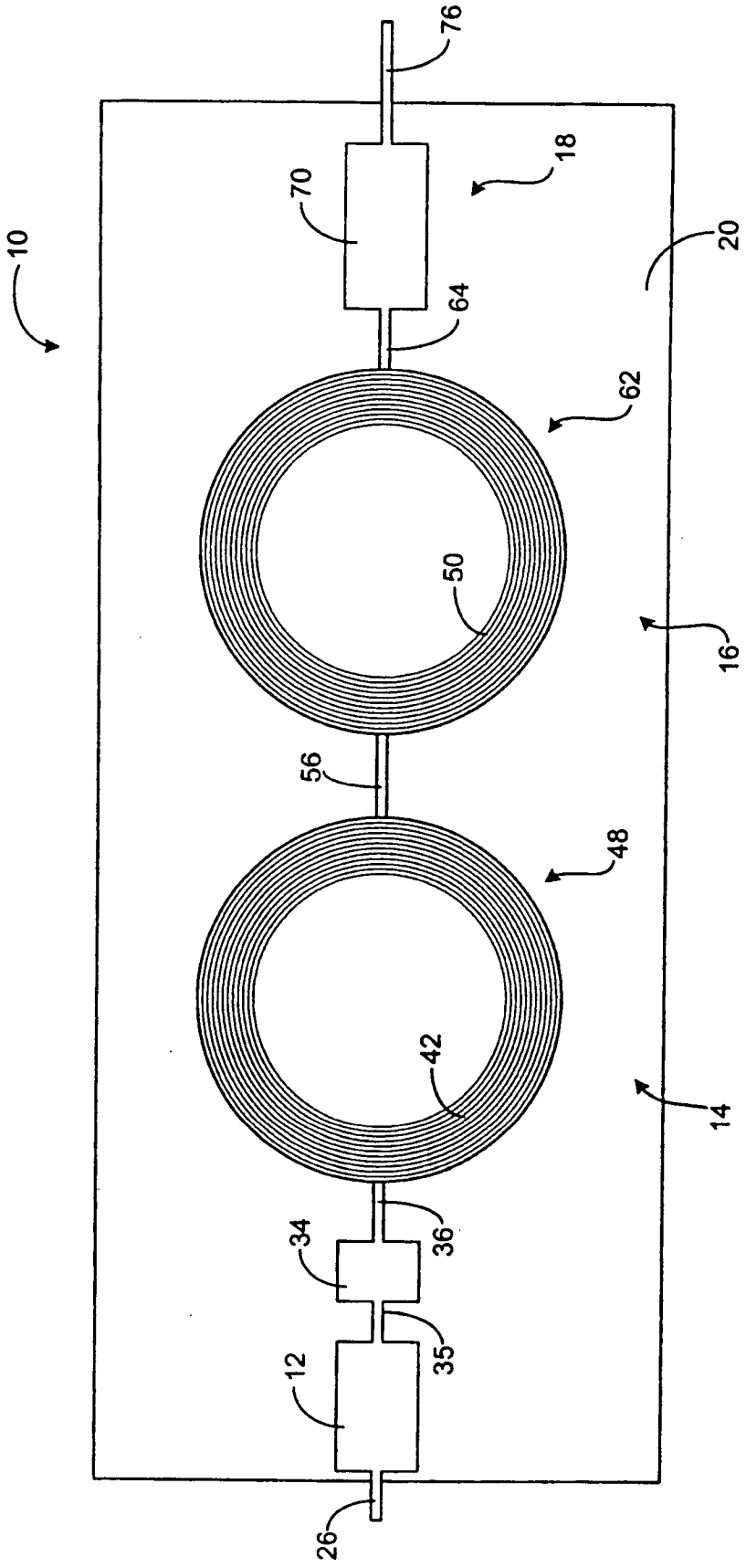


FIG. 2

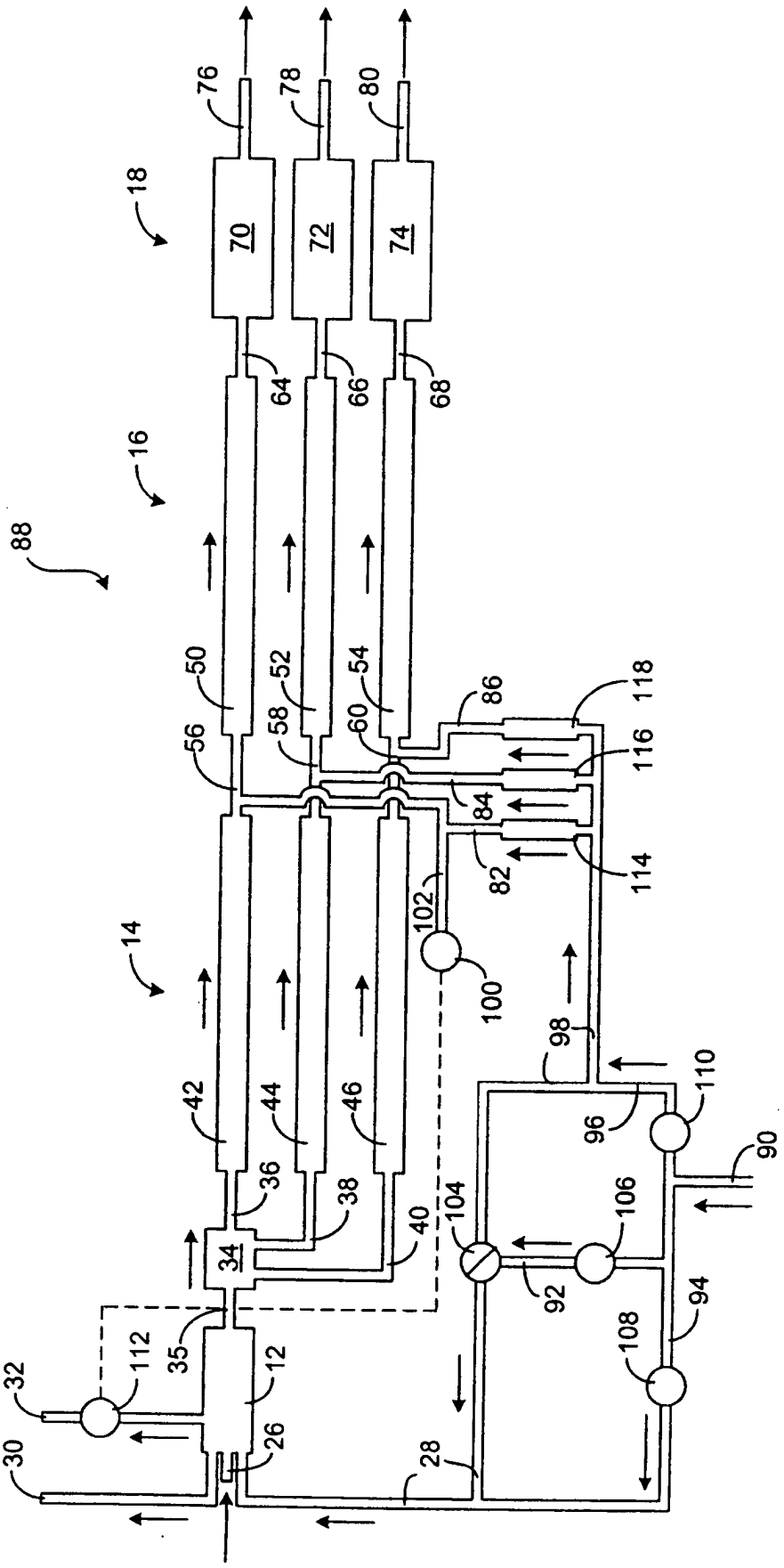

88
14
16
18
70
72
74
76
78
80
64
66
68
50
52
54
56
58
60
86
118
116
84
82
114
102
100
98
110
96
90
42
44
46
36
38
40
34
104
106
92
94
108
35
112
32
12
26
30
28

FIG. 3

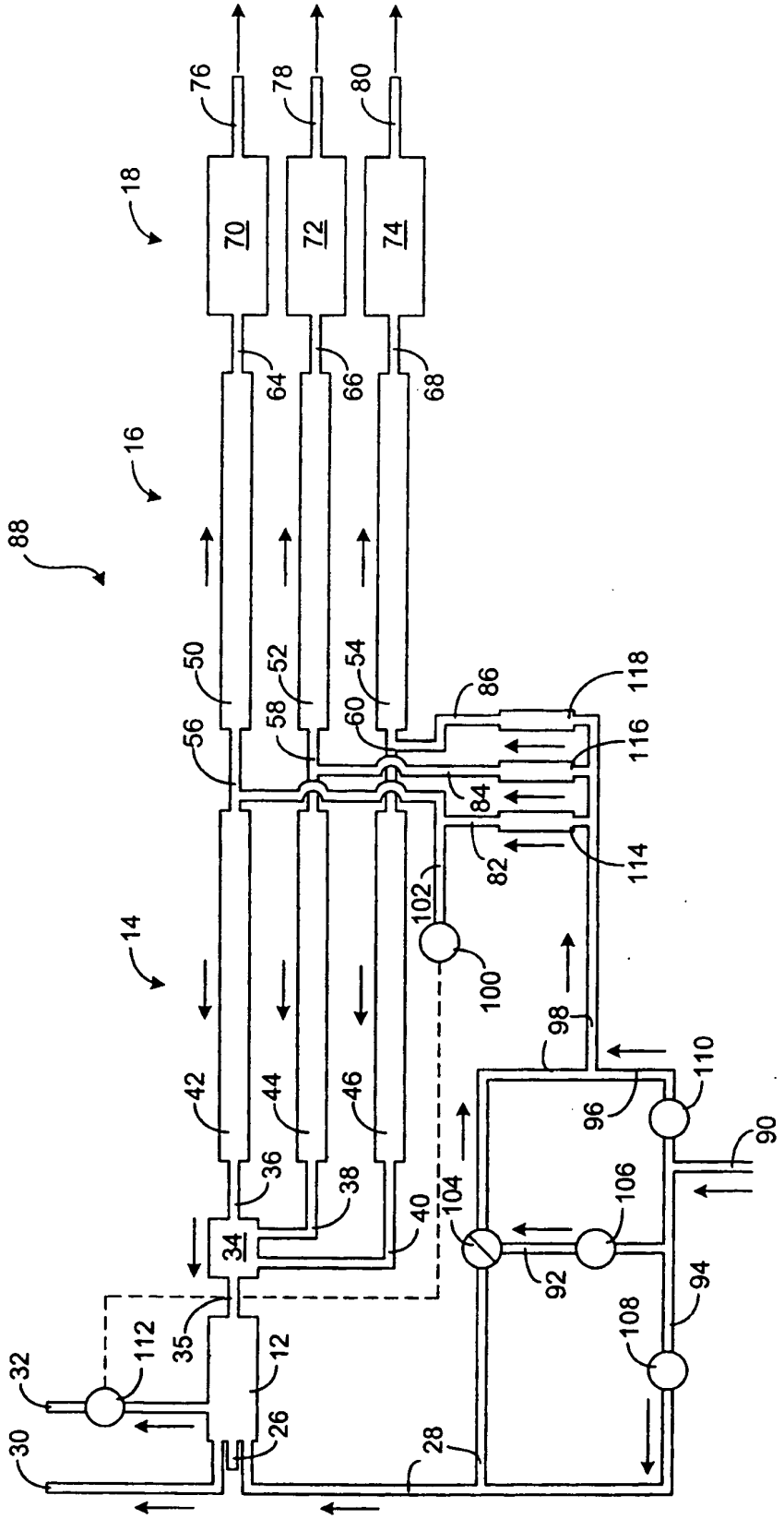

88
16
18
14
70
72
74
76
78
80
64
66
68
50
52
54
56
58
60
86
118
116
84
114
82
102
100
98
110
96
90
42
44
46
36
38
40
34
104
106
92
94
108
112
35
12
32
26
30
28

FIG. 4

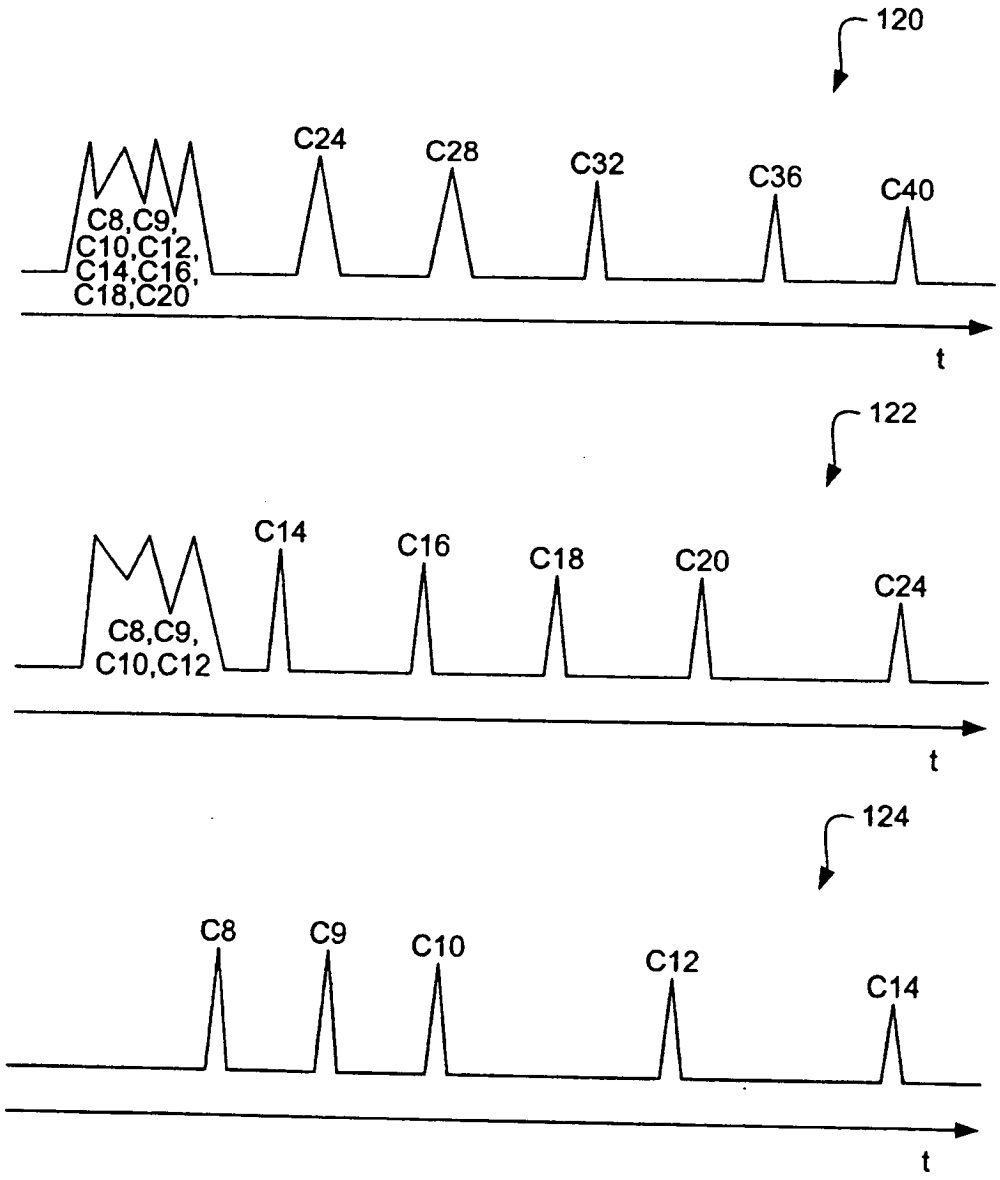

120
C24
C28
C32
C36
C40
C8,C9,
C10,C12,
C14,C16,
C18,C20
t
122
C14
C16
C18
C20
C24
C8,C9,
C10,C12
t
124
C8
C9
C10
C12
C14
t

FIG. 5

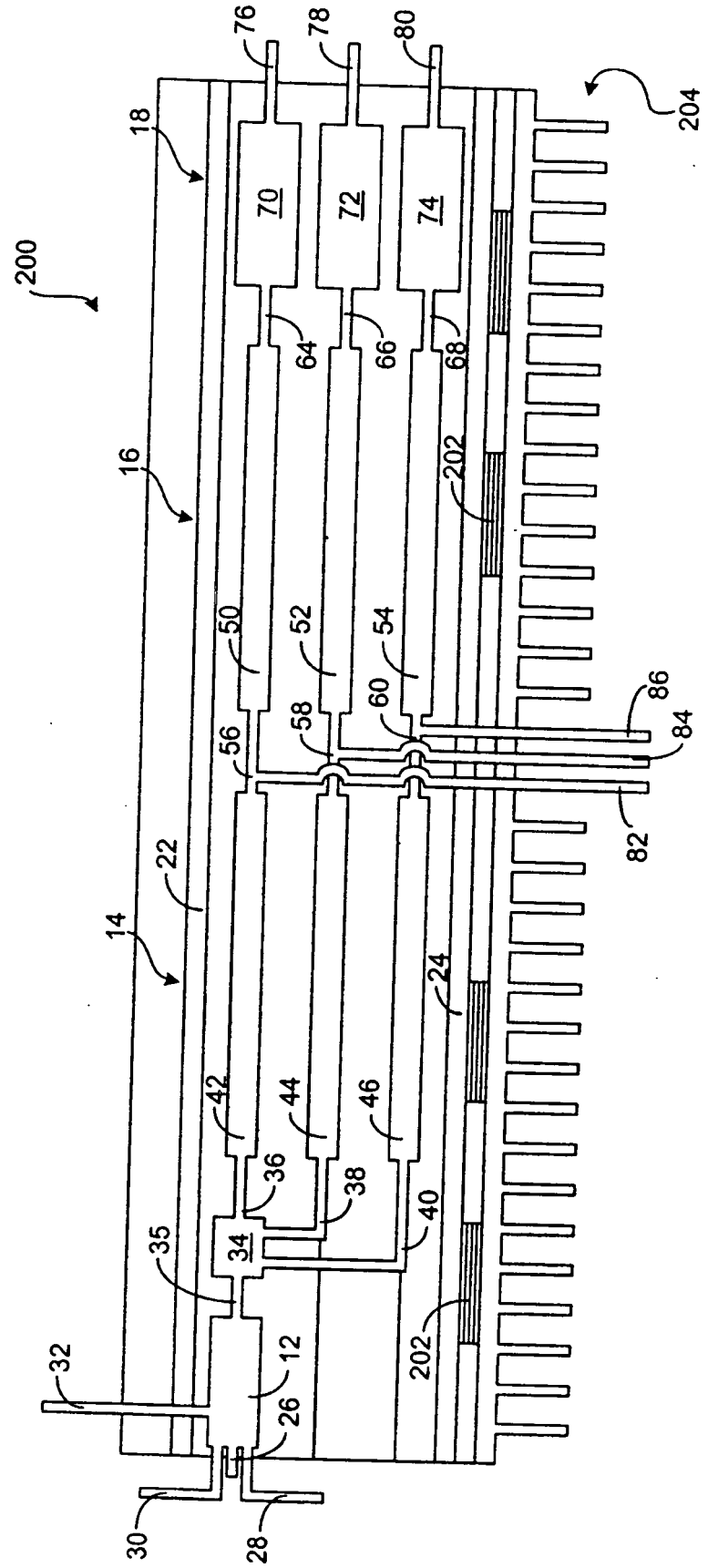

200
204
18
16
14
70
72
74
76
78
80
64
66
68
202
50
52
54
56
58
60
86
84
82
22
24
42
44
46
36
38
40
35
34
32
12
26
30
28

FIG. 6

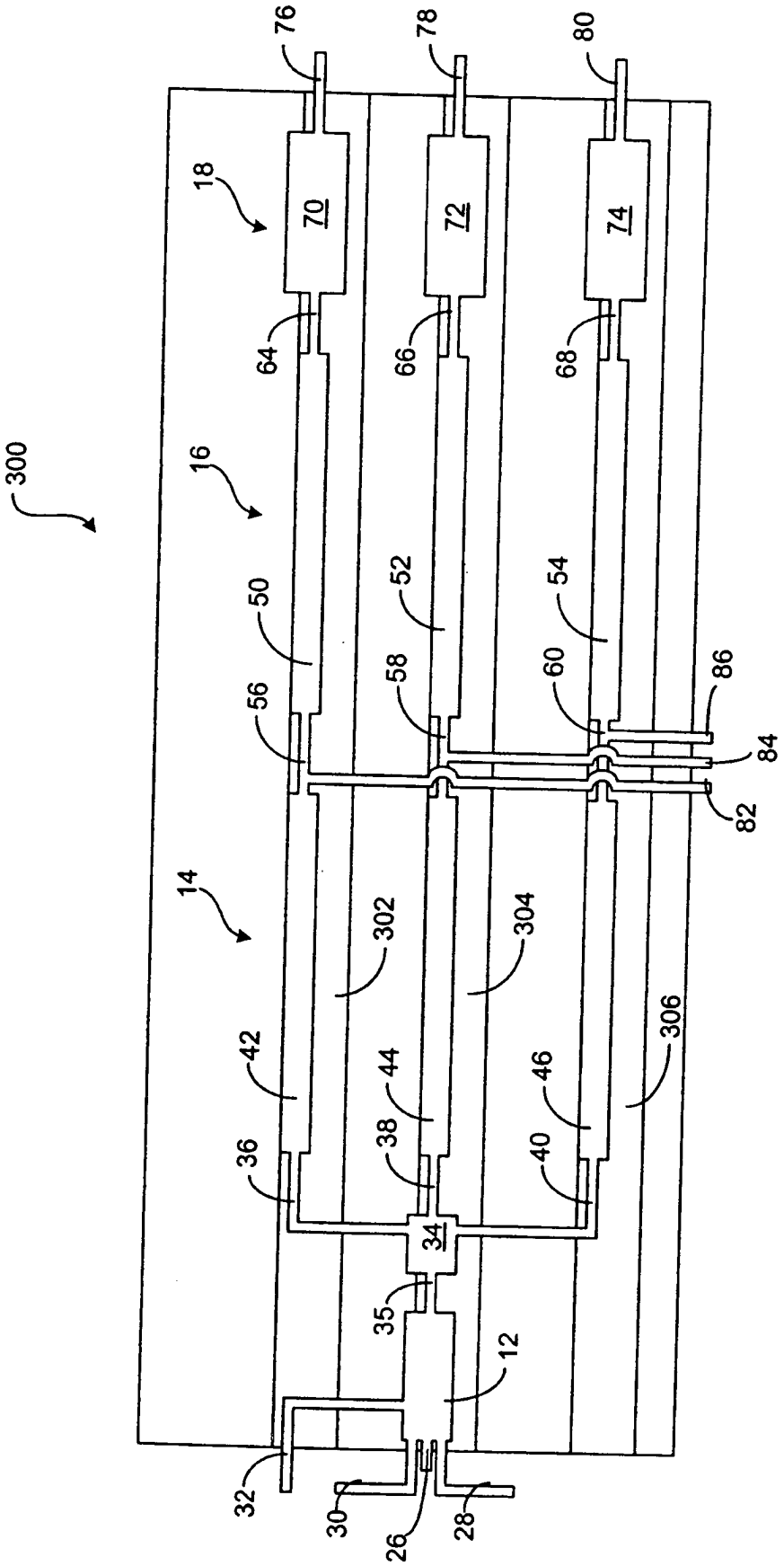

300
16
18
14
70
72
74
76
78
80
64
66
68
50
52
54
56
58
60
86
84
82
302
304
306
42
44
46
36
38
40
34
35
12
32
30
26
28

FIG. 7

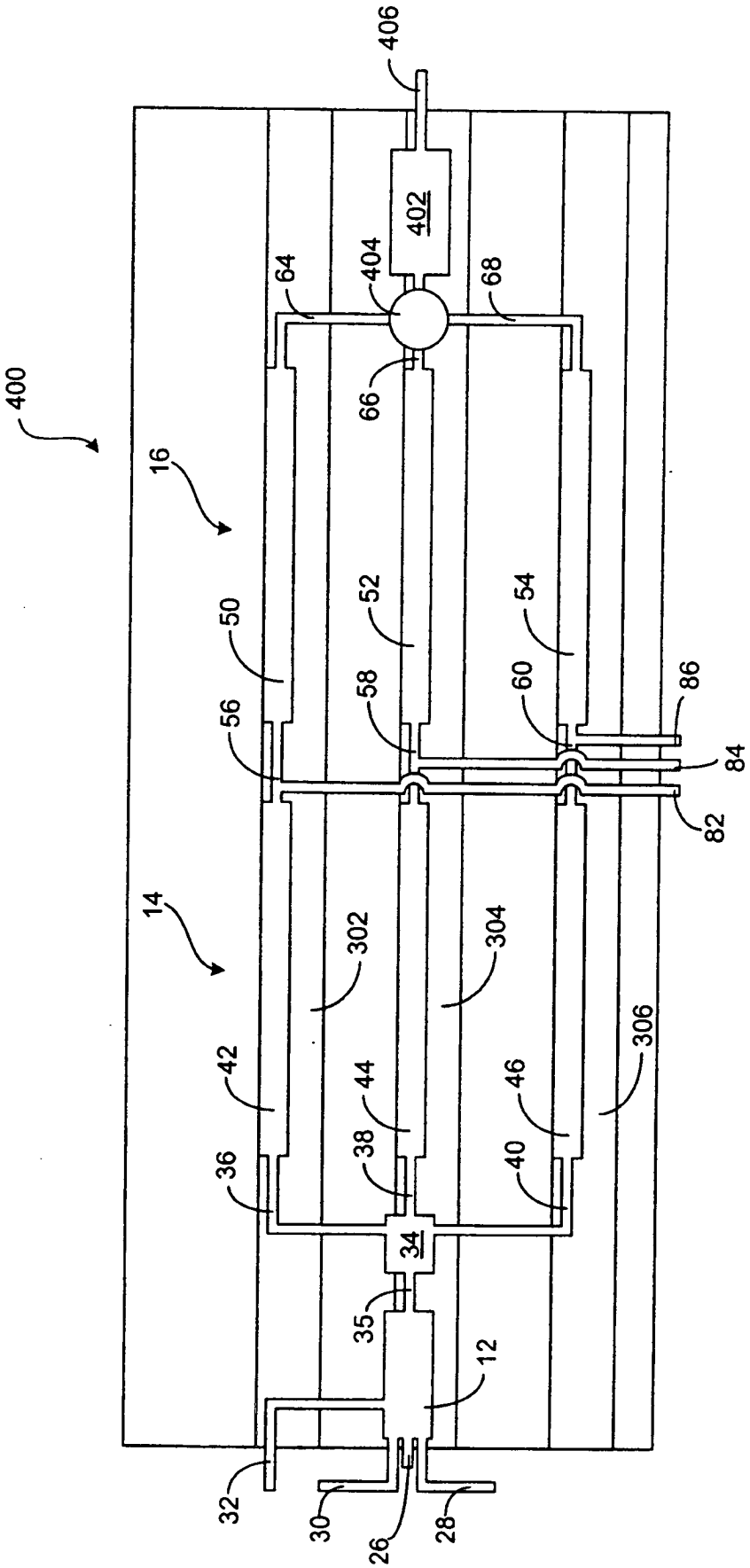

406
402
404
64
68
66
400
16
50
52
54
58
60
86
56
84
82
14
302
304
306
42
44
46
38
40
36
34
35
12
32
30
26
28

FIG. 8