

APARATURA

BADAWCZA I DYDAKTYCZNA

Urządzenie do ekstrakcji w igle przy zastosowaniu zaworu dziewięciportowego

PIOTR M. SŁOMKIEWICZ

ZAKŁAD FIZYKI CHEMICZNEJ, INSTYTUT CHEMII, UNIWERSYTET JANA KOCHANOWSKIEGO

Słowa kluczowe: ekstrakcja, monolityczna igła ekstrakcyjna, zawór dziewięciportowy

STRESZCZENIE:

Opisano zawór dziewięciportowy do monolitycznej igły ekstrakcyjnej z dwiema strzykawkami. Zawór umożliwia wykonywanie kilku operacji, np. przepłukiwanie rozpuszczalnikiem igły ekstrakcyjnej, usuwanie pozostałości rozpuszczalnika z igły ekstrakcyjnej przez jej przedmuchiwanie powietrzem i ekstrakcję próbki z fazy wodnej do fazy stałej w igle oraz dozowanie próbki do chromatografu.

Device for monolithic extraction needle by use nine port valve

Keywords: extraction, monolithic extraction needle, nine port valve

ABSTRACT:

In this paper there is described nine port valve for monolithic extraction needle with two syringes. The valve allows performing several operations, such as washing of the extraction needle with a solvent, the removal of residual solvent from the extraction needle through the purge air system, the extraction of the sample from the aqueous phase to the solid phase in the needle and injection the sample to gas chromatograph.

1. WSTĘP

Ekstrakcja próbek ciekłych do fazy stałej jest jedną z bardziej ekonomicznych i efektywnych klasycznych metod wydzielenia nielotnych substancji z wody lub innych cieczy. Jest ona często stosowana do przygotowania próbek do analizy chromatograficznej. Ta technika polega na przemywaniu umieszczonego w kolumnie adsorpcyjnej złoża adsorbentu ciekłą próbką i na selektywnej adsorpcji oznaczanych analitów z ciekłej fazy na tym złożu. Następnie wymywa się zaadsorbowane anality odpowiednim rozpuszczalnikiem. Istotą tej metody jest oddzielenie analitu od fazy ciekłej i równoczesne jego zatężenie. Zatrzymane związki są następnie uwalniane przez przepuszczenie przez sorbent niewielkiej ilości rozpuszczalnika organicznego. Dowolną metodą chromatograficzną przeprowadza się analizę wyekstrahowanej próbki [1]. Ekstrakcja do fazy stałej zwykle jest wykonywana w kolumnie adsorpcyjnej. W zależności od wymagań wykonywanej analizy dobiera się odpowiednie wypełnienie kolumny oraz rodzaj rozpuszczalnika do wymywania zaadsorbowanych analitów. Do ekstrakcji do fazy stałej są wytwarzane kolumny o różnych pojemnościach z tworzywa sztucznego lub szkła, napełnione różnego rodzaju adsorbentami, dostosowanymi do różnych analitów i rozpuszczalników ekstrakcyjnych.

Modyfikacją metody ekstrakcji do fazy stałej jest ekstrakcja w igłę, polegająca na przepuszczeniu ciekłej próbki z analitami przez monolityczne złożo adsorbentu umieszczone w igłę i adsorpcji oznaczanych związków na tym złożu, a następnie na desorpcji zatrzymanych analitów. Desorpcja polega na wypłukiwaniu organicznym rozpuszczalnikiem zaadsorbowanych analitów ze złoża w igłę, na którym były zatrzymane. Adsorpcyjny materiał monolityczny powinien charakteryzować się dużą powtarzalnością otrzymywanych wyników.

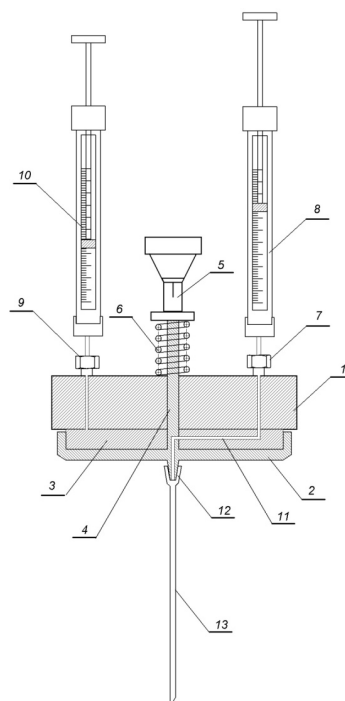
W patentach [2, 3] opisano monolityczną igłę ekstrakcyjną, w której umieszczono monolityczny kopolimer styrenu i diwinylobenzenu w proporcjach objętościowych 1:1, oraz z różnych czynników porotwórczych – toluenu, tetrahydrofuranu lub dodekanolu. Sposób wykonywania ekstrakcji za pomocą strzykawki wymaga wykonania kolejnych operacji analitycznych, takich jak napełnianie strzykawki organicznym rozpuszczalnikiem, adsorpcja analitów z cieczy na fazie stałej w igłę, ich wymywanie rozpuszczalnikiem organicznym

w celu analizy i przedmuchiwanie igły powietrzem ze strzykawki. Zwykle stosuje się różne strzykawki do fazy wodnej i rozpuszczalnika organicznego. Podłączanie różnych strzykawek do igły ekstrakcyjnej może być utrudnione z powodu możliwych pomyłek w trakcie wykonywania analizy.

Opis układu zaworu dziewięciodrożnego do igły ekstrakcyjnej

Przedstawiono rozwiązanie, którego istotą jest uniknięcie opisanych powyżej trudności [3]. To rozwiązanie polega na zastosowaniu zaworu dziewięciodrożnego z dwiema strzykawkami do igły ekstrakcyjnej. Jego zaletą jest możliwość bezpośredniego doprowadzenia próbek cieczy i rozpuszczalników za pomocą dwóch strzykawek (osobnej do ciekłej próbki i osobnej do rozpuszczalnika stosowanego do ekstrakcji) do igły ekstrakcyjnej. Zastosowanie zaworu dziewięciodrożnego umożliwia wykonywanie kilku operacji analitycznych bezpośrednio po sobie bez konieczności odłączania igły ekstrakcyjnej. Rozwiązanie to zapewnia także przesuszanie powietrzem kanalików zaworu, obu strzykawek i igły ekstrakcyjnej.

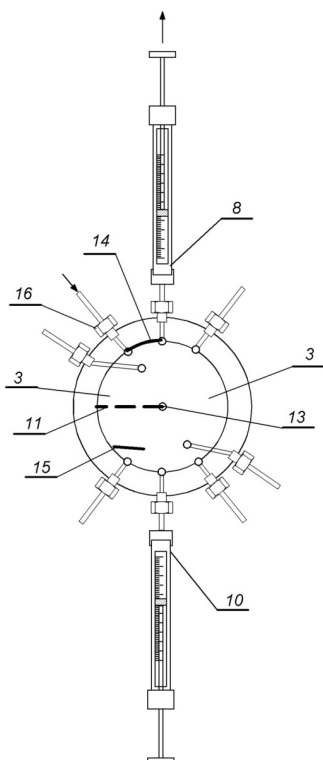
Zawór dziewięciodrożny ma kształt walca 1 (Rys. 1). W dolnej płaszczyźnie walca znajduje się rotor 2 z tarczą teflonową 3. Oś rotora 4 przechodzi przez korpus walca i jest zakończona pokrętłem 5.



Rysunek 1 Przekrój pionowy zaworu dziewięciodrożnego ze strzykawkami:

- 1 – korpus zaworu, 2 – rotor, 3 – tarcza teflonowa,
- 4 – oś rotora, 5 – pokrętło, 6 – sprężyna, 7 – złącze strzykawki rozpuszczalnika, 8 – strzykawka rozpuszczalnika,
- 9 – złącze strzykawki próbki, 10 – strzykawka próbki,
- 11 – kanalik, 12 – stożkowe złącze, 13 – igła ekstrakcyjna

Niezbędny docisk tarczy teflonowej do dolnej płaszczyzny walca zapewnia sprężyna 6. W górnej płaszczyźnie walca umieszczono złącze 7 strzykawki rozpuszczalnika 8 i złącze 9 strzykawki próbki 10. We wnętrzu tarczy teflonowej rotora jest kanalik 11, którego jeden koniec może być połączony ze złączem strzykawki rozpuszczalnika lub złączem strzykawki próbki. Drugi koniec kanalika 11 jest połączony ze stożkowym złączem 12 umieszczonym na przedłużeniu osi rotora po przeciwnej stronie tarczy teflonowej. Na stożkowym złączu jest zamocowana igła ekstrakcyjna 13. W tarczy teflonowej rotora jest kanalik 11, a tak na powierzchni tarczy teflonowej są wyżłobione dwa kanaliki 14 i 15 dociśnięte do płaszczyzny walca (Rys. 2). Na bocznej płaszczyźnie zaworu dziewięciodrożnego umieszczono przyłącza do zasilania rozpuszczalnikiem, próbką i powietrzem strzykawki rozpuszczalnika 8 oraz strzykawki próbki 10 fazy wodnej. Dla uproszczenia schematu działania obie strzykawki narysowano w płaszczyźnie rysunku. Na tym rysunku przedstawiono pozycję tarczy teflonowej zaworu dziewięciodrożnego podczas napełniania rozpuszczalnikiem strzykawki 8 przez kanalik 14 z przyłącza 16 (Rys. 2).



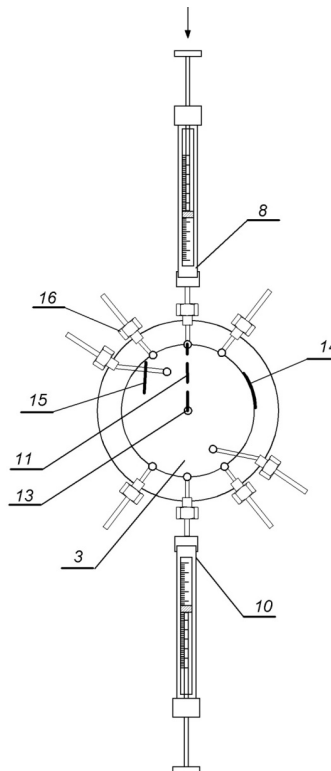
Rysunek 2 Pozycja zaworu dziewięciodrożnego – napełnianie strzykawki rozpuszczalnika rozpuszczalnikiem, (dla uproszczenia schematu działania obie strzykawki narysowano w płaszczyźnie rysunku):
 3 – tarcza teflonowa, 8 – strzykawka rozpuszczalnika, 10 – strzykawka próbki, 11, 14, 15 – kanaliki, 13 – igła ekstrakcyjna, 16 – przyłącze

Działanie układu ekstrakcyjnego z zaworem dziewięciodrożnym

Zawór dziewięciodrożny w różnych pozycjach umożliwia wykonywanie następujących operacji:

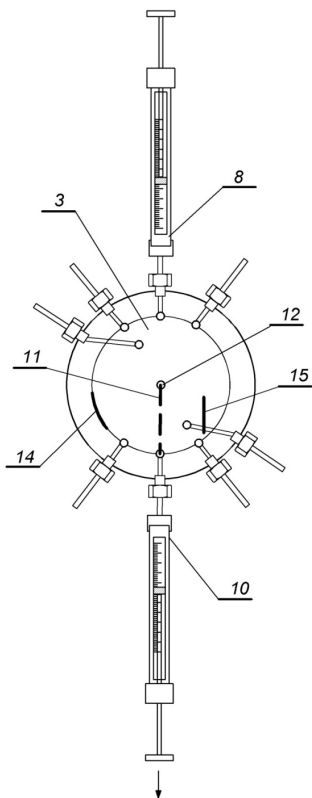
- napełnianie strzykawki rozpuszczalnika rozpuszczalnikiem,
- przepłukiwanie rozpuszczalnikiem igły ekstrakcyjnej,
- napełnianie strzykawki rozpuszczalnika powietrzem,
- usuwanie powietrza ze strzykawki rozpuszczalnika,
- usuwanie pozostałości rozpuszczalnika z igły ekstrakcyjnej przez jej przedmuchiwanie powietrzem,
- napełnianie strzykawki próbki fazą wodną,
- opróżnianie strzykawki próbki z fazy wodnej,
- ekstrakcja próbki z fazy wodnej do fazy stałej w igle,
- dozowanie próbki z igły do chromatografu,
- napełnianie strzykawki próbki powietrzem,
- usuwanie powietrza ze strzykawki próbki.

Przepłukiwanie rozpuszczalnikiem igły ekstrakcyjnej przedstawiono na Rysunku 3. W tej pozycji rotora zaworu dziewięciodrożnego strzykawka 8 jest połączona kanalikiem 11 z igłą ekstrakcyjną 13.



Rysunek 3 Pozycja zaworu dziewięciodrożnego – przepłukiwanie rozpuszczalnikiem igły ekstrakcyjnej:
 3 – tarcza teflonowa, 8 – strzykawka rozpuszczalnika, 10 – strzykawka próbki, 11, 14, 15 – kanaliki, 13 – igła ekstrakcyjna, 16 – przyłącze

Ekstrakcji do fazy stałej w igłę dokonuje się w pozycji rotora zaworu dziewięciodrożnego, w której strzykawka próbki wodnej 10 jest połączona kanałikiem 11 z igłą ekstrakcyjną 13 (Rys. 4). Pozostałe pozycje rotora zaworu dziewięciodrożnego, np. napełnianie strzykawki 8 powietrzem, usuwanie powietrza ze strzykawki czy pozostałości rozpuszczalnika z igły ekstrakcyjnej, szczegółowo opisano w patencie [3].



Rysunek 4 Pozycja zaworu dziewięciodrożnego – ekstrakcja próbki z fazy wodnej do fazy stałej w igłę za pomocą strzykawki próbki:

- 3 – tarcza teflonowa, 8 – strzykawka rozpuszczalnika,
10 – strzykawka próbki, 11, 14, 15 – kanałiki,
13 – igła ekstrakcyjna

2. WNIOSKI

Zastosowanie monolitycznej igły ekstrakcyjnej do przygotowania próbek ciekłych do analizy chromatograficznej ma wiele zalet, z których najważniejsze to: możliwość wielokrotnego załadowania próbki, zmniejszenie ilości używanych rozpuszczalników i miniaturyzacja samego układu ekstrakcyjnego. Wyposażenie igły ekstrakcyjnej w zawór dziewięciodrożny z dwiema strzykawkami dodatkowo ułatwi procedurę ekstrakcji, a równocześnie zwiększy możliwość wykonywania różnych operacji w jej trakcie.

LITERATURA

- [1] Witkiewicz Z., Kałużna-Czaplińska J., Podstawy chromatografii i technik elektromigracyjnych, PWN, Warszawa 2017.
- [2] Pietrzyńska M., Voelkel A., Bielecka-Daszkiewicz K., Monolityczna igła ekstrakcyjna, patent PL 222311.
- [3] Pietrzyńska M., Voelkel A., Bielecka-Daszkiewicz K., Sposób przygotowania monolitycznej igły ekstrakcyjnej, patent PL 222312.
- [4] Słomkiewicz P. M., Analityczny zawór dziewięciodrożny zwłaszcza do monolitycznej igły ekstrakcyjnej, patent PL 230195.