

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

84370

Patent dodatkowy
do patentu _____

Int. Cl². G01G 19/00

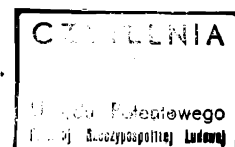
Zgłoszono: 07.09.73 (P. 165068)

Pierwszeństwo: _____

MKP G01g 19/00

Zgłoszenie ogłoszono: 01.10.74

Opis patentowy opublikowano: 31.08.1978



Twórca wynalazku: Jan Binkowski

Uprawniony z patentu: Polska Akademia Nauk Centrum Badań Molekularnych
i Makromolekularnych, Łódź (Polska)

Przystawka do wagi mikroanalizycznej do oznaczenia węgla i wodoru w związkach organicznych

Przedmiotem wynalazku jest przystawka do wagi mikroanalizycznej do analizy ilościowej węgla i wodoru w związkach organicznych.

Podstawowym oznaczeniem analizy elementarnej związków organicznych jest oznaczenie węgla i wodoru, polegające na utlenieniu w podwyższonej temperaturze analizowanej substancji oraz na ilościowym oznaczeniu powstałego dwutlenku węgla i wody. W ogólnie stosowanych metodach oznaczenie dwutlenku węgla i wody wykonuje się grawimetrycznie. W tym celu wypływające z aparatury do spalań gazy przechodzą kolejno przez dwa szklane aparaty pochłaniające, gdzie ulegają zatrzymaniu: w jednym — woda, a w drugim — dwutlenek węgla.

Aparaty pochłaniające waży się przed i po analizie, a następnie z przyrostu ich ciężaru oblicza się procentową zawartość węgla i wodoru w analizowanej próbce. Proces ważenia aparatów pochłaniających ma szereg wad. Operacje z aparatami przed ważeniem — a więc odłączenie ich od aparatury do spalań, wycieranie i umieszczenie bezpośrednio rękami na wadze są przyczyną elektryzowania się aparatów i kondensowania wilgoci na ich powierzchniach. Powoduje to zmianę ciężaru aparatów, a co za tym idzie jest przyczyną błędnych wyników analizy. Ponadto, od analityka jest wymagane duże doświadczenie i wprawa przy wykonywaniu analizy w skali mikro. Dlatego są czynione próby automatyzacji ważenia aparatów pochłaniających. Jedno z takich urządzeń jest opisane w publikacji F. Sels and P. Demoen: Mikrochim. Acta (Wien) 1970, 516. Opisane tam aparaty pochłaniające są wyposażone w zawory sprężynowe i są one umieszczone pod konsolą wagi w specjalnej komorze. W konsoli jest wycięty otwór, przez który przechodzi drut stalowy zamocowany do szalki wagi, na którym w czasie ważenia są zawieszane aparaty pochłaniające. Zastosowanie tego urządzenia w praktyce laboratoryjnej jest kłopotliwe. Inne urządzenie jest opisane w wydawnictwie H. Trutnovsky: Mikrochim. Acta (Wien) 1971, 909. Urządzenie to jest umieszczone w szafce wagi, przy czym nie ogranicza ono możliwości używania wagi do ważenia substancji. Aparaty pochłaniające w kształcie U-rurek mają głowice ze stali nierdzewnej i podczas ważenia są zawieszane na haczykach szalki. Urządzenie jest elektronicznie sterowane, co stanowi niewątpliwą jego zaletę. Jest ono jednak stosunkowo drogie i wymaga fachowej opieki w czasie eksploatacji.

Celem wynalazku było opracowanie stosunkowo prostej przystawki, zapewniającej automatyczne ważenie.

Przystawka zawiera dwa szklane aparaty pochłaniające umieszczone w szafce wagi mikroanalizacyjnej, przy czym według wynalazku aparaty te są ustawione na podstawkach przytwierdzonych do płyty mocującej i są dociskane do podstawek grzybkami napędzanymi krzywkami poprzez popychacze. Ponadto w płycie mocującej są osadzone sztywno pionowe kolumny z obrotowo zamocowanymi rolkami, w których są umieszczone suwliwie podłużne chwytaki zakończone widełkami dopasowanymi do wąsów przytwierdzonych do górnej części aparatów pochłaniających. Osie podłużne chwytaków są ustawione względem siebie pod kątem ostrym, i przecinają się w osi symetrii szalki wagi mikroanalizacyjnej. Ponadto osie podłużne chwytaków przecinają się z osiami symetrii odpowiadających im aparatów pochłaniających.

Przystawka według wynalazku umożliwia uzyskanie takich efektów jak zwiększenie dokładności wyników analizy z uwagi na wyeliminowanie subiektywnych źródeł błędów, uproszczenie wykonania samej analizy, a więc udostępnienie metod oznaczania węgla i wodoru osobom nie posiadającym jeszcze dostatecznego doświadczenia w analizie elementarnej, skrócenie czasu wykonania analizy. Wymienione efekty zostały uzyskane za pomocą stosunkowo prostej konstrukcji zapewniającej także niezawodność funkcjonowania przystawki. Odzwierciedleniem tej prostoty jest niski koszt wykonania przystawki, który nie przekracza trzeciej części ceny wagi mikroanalizacyjnej. Przystawka według wynalazku jest elementem ruchomym i nie ogranicza możliwości używania wagi do ważenia innych substancji.

Przedmiot wynalazku jest przedstawiony w przykładzie wykonania na rysunku, na którym fig. 1 i 2 przedstawiają schematycznie wagę wraz z przystawą, w widoku bocznym i w widoku od góry, fig. 3 – przystawkę w przekroju wzdłuż płaszczyzny przechodzącej przez osie symetrii aparatów pochłaniających, fig. 4 i 5 – kolumny podtrzymujące chwytaki, w dwóch widokach bocznych, a fig. 6 przedstawia kanał w denkach aparatów pochłaniających.

Przystawka ma płytę 1 mocowaną wewnątrz szalki wagi do jej dna. W płycie tej znajduje się otwór o średnicy odpowiadającej średnicy pierścienia 2 wystającego z dna szalki, który stanowi prowadzenie trzpienia 3 podpierającego centralnie szalkę 4 w czasie jej zablokowania. Po nałożeniu płyty 1 na pierścień 2 jej położenie względem szalki 4 jest ściśle określone. W skład przystawki wchodzi dwa aparaty pochłaniające 5 i 6. Są one wykonane w postaci szklanych rurek 7 i 8, zamkniętych szczelnie na końcach metalowymi denkami górnymi 9 i dolnymi 10. W każdym denku 9 lub 10 jest wykonany otwór 11, który jest rozwiercony od strony wewnętrznej rurek 7 lub 8. W otwór ten wciśnięta jest teflonowa rurka 12, której średnica wewnętrzna jest równa średnicy otworu 11. W ten sposób powstał kanał kapilarny rozszerzony w środku, przez który szybkość wnikania wilgoci i dwutlenku węgla z otoczenia do aparatów pochłaniających 5 i 6 podczas ważenia jest bardzo mała i nie wpływa ujemnie na dokładność oznaczenia ich ciężaru. Obydwa aparaty mają tę samą długość, z tym że aparat do pochłaniania wody 6 ma mniejszą średnicę od aparatu pochłaniającego dwutlenek węgla 5.

Aparaty pochłaniające 5 i 6 są ustawione na podstawkach 13, które są zamocowane do płyty 1. Do płyty tej przytwierdzone są także pionowe wsporniki 14, do których jest zamocowana poprzeczna belka 15, usytuowana nad aparatami pochłaniającymi 5 i 6. W belce tej, w osi symetrii podstawek 13, są zamocowane suwliwie popychacze 16, które są dociskane sprężynami śrubowymi 17 poprzez poprzeczne kołki 18 do krzywek 19 umieszczonych nad belką 15. Na wolnych końcach popychaczy 16 są osadzone grzybki 20, w których podobnie jak w podstawkach 13 są wykonane osiowe otwory 21 i 22 zakończone promieniowymi wyprowadzeniami, w których są wciśnięte końcówki 23. Krzywki 19 są napędzane pokrętłami 24. Do płyty 1 przymocowane są ponadto pionowe kolumny 25, w których są zamocowane obrotowo rolki 26. W rolkach tych są osadzone suwliwie chwytaki 27, o przekroju niekołowym, zakończone widełkami 28. Kształt widełek 28 jest dopasowany do wąsów 29 umieszczonych w górnych denkach 9. Osie podłużne chwytaków ustawione są względem siebie pod kątem ostrym i przecinają się na środku szalki 4, a ponadto przecinają osie symetrii odpowiednich aparatów pochłaniających 5 i 6. Chwytaki 27 są wyposażone w ograniczniki tylny 30 i przedni 31, które ustalają położenie widełek 28 nad podstawkami 13 lub nad szalką 4.

W czasie trwania analizy aparaty pochłaniające 5 i 6 są dociśnięte do podstawek 13 za pomocą grzybków 20. Aparaturę do spalań łączy się przewodem teflonowym z końcówką 23 aparatu pochłaniającego wodę 6. Z kolei końcówki 23 grzybków 20 łączy się między sobą w przypadku analizy związków bezazotowych. Natomiast w czasie analizy związków azotowych na końcówki te nakłada się dłuższe przewody giętkie i po wyprowadzeniu ich na zewnątrz łączy się je z aparatem do pochłaniania tlenków azotu. W ten sposób zostają usunięte z gazów spalinowych tlenki azotu przed aparatem pochłaniającym dwutlenek węgla 5. Po skończeniu analizy obraca się jedną z krzywek 19 zwalniając nacisk grzybka 20 na jeden aparat pochłaniający. Chwytnikiem 27 podnosi się nieco aparat pochłaniający i przesuwają go w kierunku szalki 4 aż do oporu o ogranicznik przedni 31. W tym położeniu ustawia się aparat pochłaniający na szalce 4, przy czym widełki 28 opuszcza się poniżej wąsów 29 i odsuwa się je od aparatu pochłaniającego, aby nie przeszkadzały podczas ważenia. Odblokowuje się

wagę i odczytuje się ciężar aparatu pochłaniającego, po czym zablokowuje się wagę. Następnie podsuwa się widełki 28 pod wąsy 29, podnosi się aparat pochłaniający 5 i przenosi się go na podstawkę 13, a po właściwym ustawieniu dociska się go grzybkami 20 do podstawki 13 pokręcając krzywkę 19. W identyczny sposób postępuje się ważąc drugi aparat pochłaniający.

Zastrzeżenie patentowe

Przystawka do wagi mikroanalizycznej do oznaczenia węgla i wodoru w związkach organicznych, zawierająca dwa szklane aparaty pochłaniające umieszczone w szafce wagi, z n a m i e n n a t y m, że aparaty pochłaniające (5 i 6) są ustawione na podstawkach (13), zamocowanych do płyty (1), do których są dociskane grzybkami (20) stykającymi się z krzywkami (19) poprzez popychacze (16), a ponadto do płyty (1) są zamocowane pionowe kolumny (25) z obrotowo osadzonymi rolkami (26), w których umieszczone są suwliwie chwytaki (27) zakończone widełkami (28) dopasowanymi do wąsów (29) przytwierdzonych do aparatów pochłaniających (5 i 6), przy czym osie podłużne chwytaków (27) są ustawione względem siebie pod kątem ostrym i przecinają się w osi symetrii szalki (4), a ponadto przecinają się z osiami symetrii odpowiadających im aparatów pochłaniających (5 lub 6).

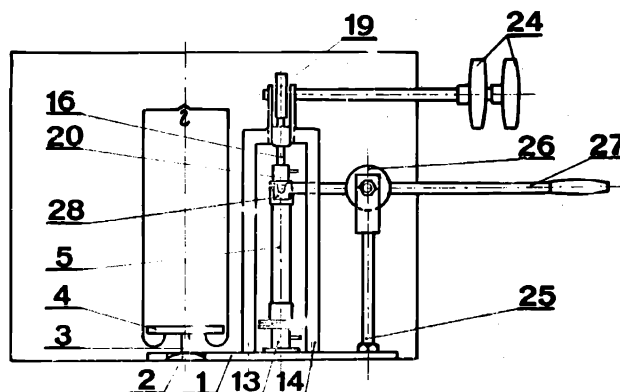


FIG. 1

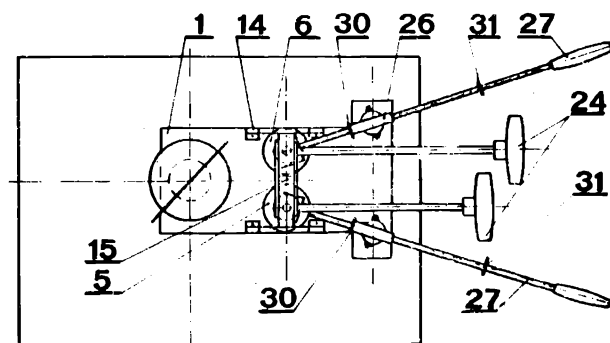


FIG. 2

84 370

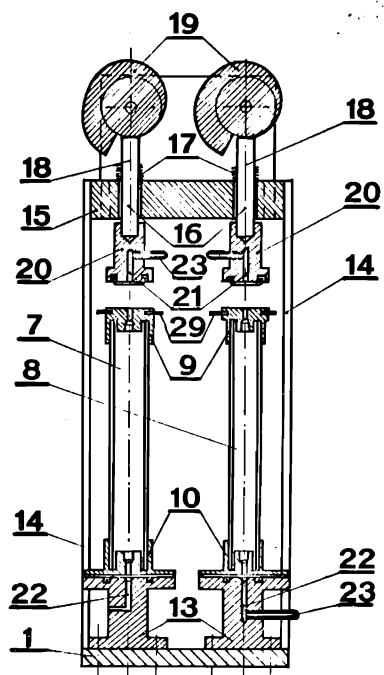


FIG. 3

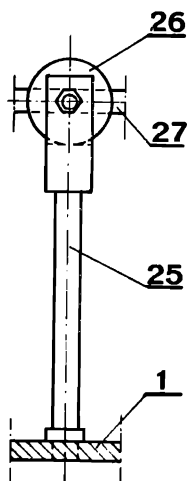


FIG. 4

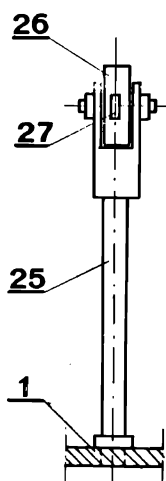


FIG. 5

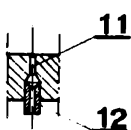


FIG. 6