



URZĄD
PATENTOWY
PRL

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 29.X.1964 (P 106 091)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 10.V.1967

Kl. 421, 4/16

MKP G 01 n

31/08

CZYTELNIA
UKD
Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórca wynalazku: mgr inż. Józef Gąsowski

Właściciel patentu: Instytut Technologii Nafty, Kraków (Polska)

Urządzenie do automatycznego dozowania próbek cieczy z wielu
punktów instalacji do chromatografu

1

Przedmiotem wynalazku jest urządzenie dla automatycznego, kolejnego doprowadzania do chromatografu np. jonizacyjnego próbek cieczy o stałej objętości w zakresie dziesiętnych mikrolitra z wielu punktów instalacji produkcyjnej np. kolumny destylacyjnej, kolumny ekstrakcyjnej, umożliwiające dokonywanie bieżących, kolejnych analiz substancji aktualnie znajdujących się w danym punkcie instalacji.

Urządzenie według wynalazku sprzężone z chromatografem pozwala w pracach badawczych śledzić przebieg zmian składu mieszanin węglowodorów w różnych punktach instalacji dla procesów rafineryjnych, badać charakterystyki statyczne i dynamiczne. Urządzenie podłączone do przemysłowej instalacji rafineryjnej umożliwia bieżącą kontrolę jakości produktów na podstawie wykresów chromatograficznych otrzymywanych automatycznie w czasie trwania procesu technologicznego.

Zagadnienie dozowania próbek cieczy do chromatografu próbowano rozwiązać różnymi drogami. Do ręcznego dozowania stosowano strzykawkę z tłoczkiem oraz mikropipety napełniane cieczą próbki a następnie przenoszone do kolumny chromatografu. W sposobie tym powtarzalność dozowania jest obciążona błędem sięgającym 5%, przy czym nisko wrzące składniki cieczy mogą ułatwiać się w czasie przenoszenia strzykawki lub mikropipety powodując zmiany składu próbki.

2

Inny sposób polega na zastosowaniu tłoczka dozującego zaopatrzonego w wyfrezowany pierścień, który przesuwany się w cylindrze najpierw pod otwory doprowadzające ciecz, następnie pod otwory odbierające próbę. Rozwiązanie takie pozwala na automatyczne dozowanie niemniej wymaga dużej precyzji wykonania i nie jest możliwe do stosowania dla wszystkich cieczy. Dozowanie tłoczkiem nie nadaje się również dla mikroobjętości próbek.

Za najnowocześniejszy uważany jest sposób według którego ciecz zamienia się na parę i dozuje w tej postaci przy pomocy skomplikowanego systemu dozowników sterowanych pneumatycznie. Urządzenie dozujące tym systemem wymaga wysokiej precyzji wykonania i stabilizacji temperatury.

Można usunąć wady znanych sposobów dozowania, zapewnić jego dokładność niezależnie od stopnia lotności czy innych właściwości badanych cieczy eliminując możliwości zakłóceń przez stosowanie urządzenia według wynalazku. Istotną częścią tego urządzenia są elementy dozujące, dokładnie wykalibrowanej kapilary, osadzone w wymiennej oprawce. Kapilara napełniająca się w zetknięciu z cieczą na zasadzie naczyń włoskowatych umieszczona jest jednym końcem w rurce u szczytu kolumny chromatograficznej, drugi koniec zamykany zaworem znajduje się w kanale pobierania próbki. Do kanału pobierania próbki w

odpowiednim czasie zostaje wprowadzona badana ciecz. Po otwarciu zaworu kapilary przepływająca kanałem ciecz w zetknięciu z kapilarą napełnia ją samoczynnie. Po spłynięciu cieczy z kanału pobierania próbki wprowadza się tam sprężony gaz, który powoduje wstrzyknięcie próbki z kapilary do kolumny chromatografu. W urządzeniu zastosowano sześć elementów dozujących, których ilość może być w zasadzie dowolna, jednak jej zwiększenie powoduje wydłużenie cyklu wszystkich analiz. Wybrano sześć jako ilość najkorzystniejszą dla badania procesów destylacyjnych. Urządzenie dozujące rozwiązane w formie głowicy jest zamontowane w górnej części kolumny chromatograficznej; ponad wypełnieniem. Kapilary osadzone są współśrodkowo z wylotami umieszczonymi w kolumnie chromatografu. Do głowicy dla każdego elementu dozującego doprowadza się ciecz z wybranego punktu instalacji (np. kolumny destylacyjnej). Ciecz przepływa przez komorę pobierania próbki w sposób ciągły, dzięki czemu próbka ma zawsze skład aktualny dla wybranego punktu instalacji.

Przedmiot wynalazku jest przedstawiony w przykładzie wykonania na rysunku w przekroju. Otwarcie zaworu 2 w komorze pobierania próbki 1 powoduje przepływ cieczy do kanału pobierania próbki 3, w którym znajduje się koniec kapilary 4 zaopatrzonej w zawór 5.

Drugi koniec kapilary jest osadzony w przewodzie 6 stanowiącym przedłużenie kolumny chromatografu. Ponieważ przez kolumnę chromatografu przepływa stale gaz nośny pod zwiększonym ciśnieniem, przed napełnieniem kapilary należy zatrzymać dopływ gazu i wyrównać ciśnienie między wnętrzem kolumny a otoczeniem, co trwa kilkanaście sekund. Po wyrównaniu ciśnień otwiera się w komorze pobierania 1 zawór 2, wprowadzając ciecz do kanału pobierania próbki. Prawie równocześnie otwiera się zawór 5; ciecz wypełnia kapilarę. Z kolei zamyka się zawór doprowadzający ciecz do kanału pobierania próbki, nadmiar cieczy nie wessanej przez kapilarę spływa do zbiornika. Po ścieknięciu nadmiaru cieczy otwiera się zawór doprowadzający do kanału sprężony gaz najlepiej identyczny z gazem nośnym i próba zostaje wstrzyknięta z kapilary do kolumny chromatografu. Po wstrzyknięciu zamyka się zawór kapilary i otwiera dopływ gazu nośnego do kolumny chromatografu.

Przez czas trwania analizy urządzenie dozujące

nie pracuje, po jej zakończeniu wyłącza się przepływ gazu nośnego i rozpoczyna pracę następny element dozujący. Zawory: pobierania próbki, kapilary, gazu nośnego i gazu wstrzykującego próbkę są wykonane jako zawory elektromagnetyczne. Pracą zaworów dla jednego programu dozowania steruje osobny przekaźnik programowo-czasowy; po zakończeniu cyklu dozowania wysyła impuls do centralnego układu wybierającego, który wyłącza przekaźnik programowy i włącza symulator czasu analizy. Czas trwania analizy chromatograficznej jest zależny od składu badanej próbki, temperatury kolumny chromatograficznej i wypełnienia kolumny. Symulatory czasu analizy nastawia się na czas ustalony doświadczalnie, który może być różny dla poszczególnych analiz chromatograficznych. Na zakończenie pracy symulator wysyła impuls do układu wybierającego, który wyłącza symulator czasu analizy i włącza przekaźnik programowy dozowania dla następnego punktu pomiarowego instalacji. Uruchomiony przekaźnik programowy realizuje pełny cykl dozowania a po jego zakończeniu wysyła impuls do układu wybierającego, który włącza symulator czasu analizy.

Zastrzeżenia patentowe

1. Urządzenie do automatycznego dozowania próbek cieczy z wielu punktów instalacji do chromatografu, **znamiennie tym**, że jest wyposażone w kalibrowane kapilary napełniające się na zasadzie naczyń włoskowatych cieczą doprowadzaną w sposób ciągły z instalacji, w osobnych obwodach uniemożliwiających mieszanie się badanych próbek cieczy.
2. Urządzenie do stosowania sposobu według zastrz. 1, **znamiennie tym**, że stanowi głowicę kolumny chromatografu zaopatrzoną w współśrodkowo umieszczone kapilary (4) jednym końcem wprowadzone do kolumny chromatograficznej, przy czym każdej kapilarze odpowiada osobna komora (1) z przepływającą cieczą oddzielona zaworem (2) od kanału pobierania próbki (3), w którym znajduje się koniec kapilary zamykany zaworem (5).
3. Urządzenie według zastrz. 2, **znamiennie tym**, że wyposażone jest w zawory sterowane impulsami elektrycznymi wysyłanymi przez układ przekaźników czasowych.

