

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

252159
(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
G 01 N 30/12

(22) Přihlášeno 18 06 84

(21) (PV 4592-84)

(40) Zveřejněno 15 01 87

(45) Vydáno 15 11 88

(75)

Autor vynálezu

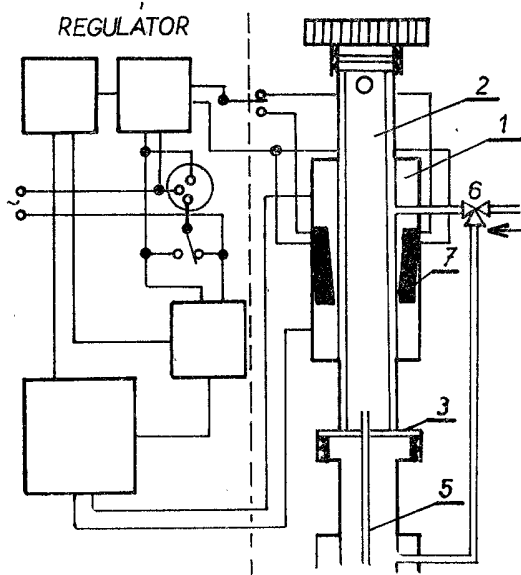
EMINGER STANISLAV ing. CSc., HRADEC KRÁLOVÉ

(54) Zařízení s kapilárním přechodem pro termickou desorpci látek zachycených na pevných sorbentech

1

2

Spojení tělesa termického desorbéru s kolonou plynového chromatografu bez použití vyhřívaného ventilového rozvodu je realizováno kapilárou zamezující difúzním odporem průniku analyzovaných látek do kolony plynového chromatografu v průběhu desorpce.



Vynález se týká konstrukce zařízení pro termickou desorpci těkavých látek zachycených na pevných sorbentech. Je použitelné buď samostatně, nebo jako nástavec k plynovému chromatografu a umožňuje přímé stanovení malých množství látek ve směsných vzorcích.

Nejbližší známé řešení (TDSA fy Carlo Erba¹) je odlišné, neboť jako nezbytnou, integrální součást vyžaduje instalaci vícecestného (minimálně čtyřcestného) ventilu, který musí být vyhříván, aby se zamezilo kondenzaci výševroucích složek z analyzovaného vzorku. Ventily je možno používat jen v určitém, vymezeném rozsahu teplot, podmíněných tepelnou dilatací a termickou odolností použitých materiálů. Na závadu jsou i dlouhé rozvodové dráhy, které jsou příčinou rozmývání píků, a tím i snížení separační účinnosti a citlivosti celého komplexu.

Podstatou vynálezu je desorbér, vybavený kapilárou, jejíž difúzní odpor zamezuje nekontrolovatelnému úniku desorbovaných složek proti tlaku nosného plynu.

Zásadní výhodou navrhovaného řešení, je eliminace vyhřívání ventilového rozvodu. Při snížených výrobních nákladech se dosáhne vyšší provozní spolehlivosti a využitelnosti zařízení, především v oblasti stopové analýzy. Rozmývání píků vzhledem k minimálnímu objemu kapiláry je zanedbatelné, což kladně ovlivňuje celý další analytický proces. Přímé spojení s chromatografickou kolonou, bez jakýchkoliv pohyblivých dílů ve vyhřívané části systému, snižuje riziko vzniku netěsností na minimum a prodlužuje životnost zařízení. Zvýšena je též podstatně spolehlivost celého analytického procesu. Zařízení je opatřeno pouze jedním třicestným ventilem běžné jakosti, bez nulového mrtvého objemu, bez vyhřívání a ani podmínka absolutní těsnosti nemusí být splněna, neboť ventil je instalován mimo „analytickou cestu“.

Na připojeném obrázku je schéma termického desorbéru v podélném řezu.

Základním prvkem desorbéru je píčka 1, do které se vkládá trubice se vzorkem 2. Na spodní části je přechodka 3, umožňující našroubování nástavce na držák analytické kolony plynového chromatografu. Spojení mezi těmito dvěma součástmi zajišťuje kapilára definovaných rozměrů 5. Proud nosného plynu je směřován třicestným ventilem 6, a to buď do kolony plynového chromatografu, nebo do desorbéru v případě analýzy. V masivním tělese desorpčního zařízení jsou umístěna teploměrná tělíska 7, umožňující ve spojení s regulátorem nastavení požadované teploty. Vyhřívání je možné až do 450 °C a je omezeno pouze teplotní stabilitou používaných těsnění.

Funkce zařízení podle vynálezu je následující: po tepelném uvolnění složek z povrchu pevného sorbentu, jsou tyto vypláchnuty nosným plynem do analytické kolony plynového chromatografu. Změna toku nosného plynu je provedena podle navrhovaného řešení třicestným ventilem, neboť spojení desorbéru s chromatografem je realizováno otevřenou kapilárou, jejíž odpor proti samovolnému proniknutí analytu do kolony chromatografu je dán difúzí. Přenos hmoty přes kapiláru je teoreticky možno vypočítat z prvního Fickova zákona $M t^{-1} = D A L^{-1} (C_1 - C_2)$, kde M je množství transportované hmoty za čas desorpce t , D difusní koeficient, A plocha otvoru v kapiláře, L její délka a $C_1 - C_2$ koncentrační rozdíl mezi kolonou chromatografu a desorbérem. Při běžných podmínkách desorpce chyba způsobená difúzí látky do chromatografu nepřevyšuje 0,9 %.

Zařízení lze využít při sledování kontaminace vody, potravin, zemědělských výrobků, půdy, nejrůznějších materiálů a především ovzduší.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Zařízení s kapilárním přechodem pro termickou desorpci látek zachycených na pevných sorbentech vyznačující se tím, že spojení mezi prostorem trubice (2), ve které se

uskutečňuje termická desorpce a analytickým prostorem plynového chromatografu je realizováno kapilárou (5), upevněnou v přechodce (3).

