

RZECZPOSPOLITA
POLSKA



Urząd Patentowy
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY**

(19) **PL**

(11) **237416**

(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **425818**

(22) Data zgłoszenia: **05.06.2018**

(51) Int. Cl.

G01N 30/20 (2006.01)

G01N 30/18 (2006.01)

(54) **Podziałowy dozownik zwłaszcza do inwersyjnej chromatografii gazowej**

(43) Zgłoszenie ogłoszono:
16.12.2019 BUP 26/19

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:
19.04.2021 WUP 08/21

(73) Uprawniony z patentu:
**UNIwersytet JANA KOCHANOWSKIEGO
W KIELCACH, Kielce, PL**

(72) Twórca(y) wynalazku:
PIOTR M. SŁOMKIEWICZ, Warszawa, PL

PL 237416 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest podziałowy dozownik do inwersyjnej chromatografii gazowej.

Chromatografia gazowa jest znana przede wszystkim, jako metoda analizy chemicznej. Stosuje się ją do rozdzielania mieszanin na poszczególne składniki, do ich wykrycia, identyfikacji i oznaczenia ilościowego. Natomiast, gdy w kolumnie chromatograficznej umieści się substancję, której właściwości nie są znane i będzie się chromatografować substancję o znanych właściwościach, to otrzyma się pik tej substancji. Kształt tego piku i jego retencja jest związana z właściwościami fizykochemicznymi substancji znajdującej się w kolumnie. Wykorzystując parametry piku można określić właściwości fizykochemiczne tej substancji i charakter jej oddziaływania z chromatografowaną substancją testową, a chromatografia gazowa wykorzystywana do badań fizykochemicznych jest nazywana inwersyjną chromatografią gazową.

Często pomiary metodą inwersyjnej chromatografii gazowej wykonuje się przy nieskończonym rozcieńczeniu związku testowego – do kolumny dozuje się pary związku testowego, których stężenie w warstwie adsorpcyjnej fazy stacjonarnej dąży do zera. Przy takim stężeniu związek testowy oddziałuje jedynie z silnymi miejscami aktywnymi na powierzchni badanego ciała stałego. Otrzymane parametry retencji związku testowego pozwalają na obliczenie m.in. składowej dyspersyjnej swobodnej energii powierzchniowej lub składowej specyficznej energii adsorpcji.

Znany jest ze zgłoszenia patentowego P 421714 opis dozownika do inwersyjnej chromatografii gazowej z dwiema komorami dozowniczymi umieszczonymi w stożkowym zaworze przełączającym, zasilanymi strumieniami gazu nośnego i gazu pomocniczego. Ten dozownik umożliwia dozowanie związku testowego mikrostrzykawką. Nawet stosowanie mikrostrzykawki o małej objętości może nie spełniać warunku dozowania związku testowego o znacznym rozcieńczeniu, jak jest wymagane w warunkach pomiaru przy rozcieńczeniu nieskończonym. Natomiast ten dozownik może być stosowany w pomiarach o skończonym stężeniu związku testowego – służy on do wyznaczania izoterm adsorpcji i opisywania na ich podstawie właściwości powierzchniowych oraz porowatości fazy stacjonarnej.

Znane jest stosowanie dozowników chromatograficznych, które działają na zasadzie podziału strumienia gazu nośnego wraz z dozowaną substancją tzw. dozowniki splitowe. W tym przypadku jest trudno dokładnie określić stosunek podziału, a w rezultacie, jaka część (masa) dozowanej substancji jest wprowadzona do kolumny chromatograficznej, co w przypadku inwersyjnej chromatografii gazowej jest istotne.

Celem wynalazku jest usunięcie wymienionych niedogodności i opracowanie konstrukcji podziałowego dozownika do inwersyjnej chromatografii gazowej. Istota rozwiązania, według wynalazku, polega na dozowaniu związku testowego do komory o zmiennej objętości, gdzie jest odparowywany w warunkach statycznych. Następnie próbkę par o znacznie mniejszej objętości, czyli mniejszej masie związku testowego, niż była dozowana do komory o zmiennej objętości, dozuje się do kolumny chromatograficznej celem wykonania pomiaru metodą inwersyjnej chromatografii gazowej.

Podziałowy dozownik zwłaszcza do inwersyjnej chromatografii gazowej, który ma cylindryczną komorę o zmiennej objętości oraz mikrostrzykawkę i rozdzielający zawór czterodrożny charakteryzuje się tym, że mikrostrzykawka (17) jest połączona ze stożkiem czterodrożnego zaworu rozdzielającego (18) i jest umieszczona w rotorze czterodrożnego zaworu rozdzielającego (19).

Korzystnie jest w tłoku (3) komory o zmiennej objętości (2) umieścić w denku otwór (5) zamykany iglicą (6) zaworu iglicowego (7), a iglica (6) przechodzi wzdłuż wnętrza tłoczyska (8) tłoka (3).

Także korzystnie jest mikrostrzykawkę (17) złączoną ze stożkiem czterodrożnego zaworu rozdzielającego (18) połączyć kanalikiem (25) z komorą o zmiennej objętości (2).

I także korzystnie jest do czterodrożnego zaworu rozdzielającego (18) przez wlot gazowy (28) doprowadzić gaz nośny do przemywania mikrostrzykawki w dozowniku.

Zaletą wynalazku jest możliwość dozowania różnej wielkości próbki związku testowego z zachowaniem warunku pomiaru przy jego nieskończonym rozcieńczeniu. Komora o zmiennej pojemności działająca w statycznych warunkach odparowania związku testowego i możliwość pobierania próbki o dowolnej objętości za pomocą mikrostrzykawki pozwalają dokładnie określić masę dozowanego związku testowego. Zastosowane rozwiązanie polegające na przemywaniu czystym gazem nośnym komory o zmiennej pojemności i mikrostrzykawki umożliwiają usprawnienie wykonywanych pomiarów. Według wynalazku zastosowanie mikrostrzykawki umieszczonej w rotorze i złączonej ze stożkiem czterodrożnego zaworu rozdzielającego umożliwia wykonywanie szeregu operacji pomiarowych i pomocniczych.

Przedmiot wynalazku w przykładzie realizacji jest odtworzony na rysunku, na którym przedstawiono: fig. 1 schemat dozownika, fig. 2 schemat położenia rozdzielającego zaworu czterodrożnego: pozycja A – pobieranie par próbki związku testowego przez mikrostrzykawkę; pozycja B – dozowanie par próbki związku testowego do kolumny chromatograficznej; pozycja C – płukanie mikrostrzykawki gazem nośnym; pozycja D – usuwanie gazu nośnego lub par próbki związku testowego z mikrostrzykawki, a fig. 3 schemat połączenia dozownika z układem pomiarowym inwersyjnej chromatografii gazowej.

W korpusie dozownika (1) znajduje się cylindryczna komora o zmiennej objętości (2). Objętość komory zmienia się za pomocą tłoka (3). Tłok ten ma uszczelnienie z gumy silikonowej (4), a w jego denku znajduje się otwór (5) zamykany iglicą (6) zaworu iglicowego (7). Ta iglica przechodzi wzdłuż wnętrza tłoczyska (8) tłoka komory. Przesuw tłoka jest blokowany śrubą (9) z uszczelką (10). Nakrętka (11) z uszczelką (12) stanowi zamknięcie komory o zmiennej objętości i prowadnicę tłoczyska tłoka.

Komorę o zmiennej objętości można przepłukiwać gazem nośnym, który jest doprowadzany do niej przez wlot gazowy (13), a po otwarciu zaworu iglicowego wypływa z komory przez otwór w denku tłoka do wnętrza tłoczyska i do wylotu gazowego (14). Próbkę związku testowego do komory o zmiennej pojemności dozuje się za pomocą mikrostrzykawki przez membranę z gumy silikonowej (15), którą dociska nakrętka z radiatorem (16).

Mikrostrzykawka (17) jest połączona ze stożkiem czterodrożnego zaworu rozdzielającego (18) i jest umieszczona w rotorze czterodrożnego zaworu rozdzielającego (19). Niezbędny docisk stożka czterodrożnego zaworu rozdzielającego do gniazda zaworu czterodrożnego (20) zapewnia sprężyna (21) blokowana nakrętką (22). Mikrostrzykawka jest zamocowana w rotorze czterodrożnego zaworu rozdzielającego za pomocą pokrętła rotora (23) z uszczelką (24).

Pary próbki związku testowego z komory zmiennej objętości poprzez kanalik (25) można pobrać mikrostrzykawką (pozycja rozdzielającego zaworu czterodrożnego fig. 2 A). Przesunięcie rozdzielającego zaworu czterodrożnego w pozycję dozowania par próbki związku testowego mikrostrzykawką (fig. 2 B) pozwala dozować tę próbkę do toru pomiarowego gazu nośnego wlot gazowy (26) i wylot gazowy (27). Jest możliwe przepłukiwanie mikrostrzykawki dodatkowym strumieniem gazu nośnego (pozycja rozdzielającego zaworu czterodrożnego fig. 2 C), który zasila dozownik przez wlot gazowy (28). Usuwanie par próbki związku testowego i gazu nośnego z mikrostrzykawki dokonuje się w pozycji rozdzielającego zaworu czterodrożnego fig. 2 D), przez wylot gazowy (29).

Przepływ gazu nośnego w torze (A) do przepłukiwania komory o zmiennej dozownika przez wlot gazowy (13) jest włączany elektrozaworem (30), a wielkość przepływu reguluje się za pomocą stabilizatora przepływu (31) i zaworu iglicowego (32) (fig. 3). Przepływ gazu nośnego w torze (B) przez dozownik wlotem gazowym (26) jest włączany elektrozaworem (33), a wielkość przepływu reguluje się za pomocą stabilizatora przepływu (34) i zaworu iglicowego (35).

Gaz nośny z parami związku testowego opuszczają dozownik przez złącze (27) i przepływają do kolumny chromatograficznej (36) umieszczonej w termostacie powietrznym (37) z regulatorem temperatury (38). Stężenie adsorbatów w gazie nośnym na wyjściu kolumny absorpcyjnej mierzy detektor płomieniowo-jonizacyjny (39) z urządzeniem rejestracyjnym (40).

Przepływ gazu nośnego do przemywania mikrostrzykawki w dozowniku w torze (C) przez wlot gazowy (28) jest włączany elektrozaworem (41), a wielkość przepływu reguluje się za pomocą stabilizatora przepływu (42) i zaworu iglicowego (43).

Dozownik jest ogrzewany grzejnikiem elektrycznym (44).

Zastrzeżenia patentowe

1. Podziałowy dozownik zwłaszcza do inwersyjnej chromatografii gazowej, który ma cylindryczną komorę o zmiennej objętości oraz mikrostrzykawkę i rozdzielający zawór czterodrożny **znamienny tym**, że mikrostrzykawka (17) jest połączona ze stożkiem czterodrożnego zaworu rozdzielającego (18) i jest umieszczona w rotorze czterodrożnego zaworu rozdzielającego (19).
2. Podziałowy dozownik zwłaszcza do inwersyjnej chromatografii gazowej według zastrz. 1, **znamienny tym**, że tłok (3) komory o zmiennej objętości (2) ma w denku otwór (5) zamykany iglicą (6) zaworu iglicowego (7), która przechodzi wzdłuż wnętrza tłoczyska (8) tłoka (3).

3. Podziałowy dozownik zwłaszcza do inwersyjnej chromatografii gazowej według zastrz. 1, **znamienny tym**, że mikrostrzykawka (17) połączona ze stożkiem czterodroźnego zaworu rozdzielającego (18) jest połączona kanalikiem (25) z komorą o zmiennej objętości (2).
4. Podziałowy dozownik zwłaszcza do inwersyjnej chromatografii gazowej według zastrz. 1, **znamienny tym**, że do czterodroźnego zaworu rozdzielającego (18) przez wlot gazowy (28) jest doprowadzony gaz nośny do przemywania mikrostrzykawki w dozowniku.

Rysunki

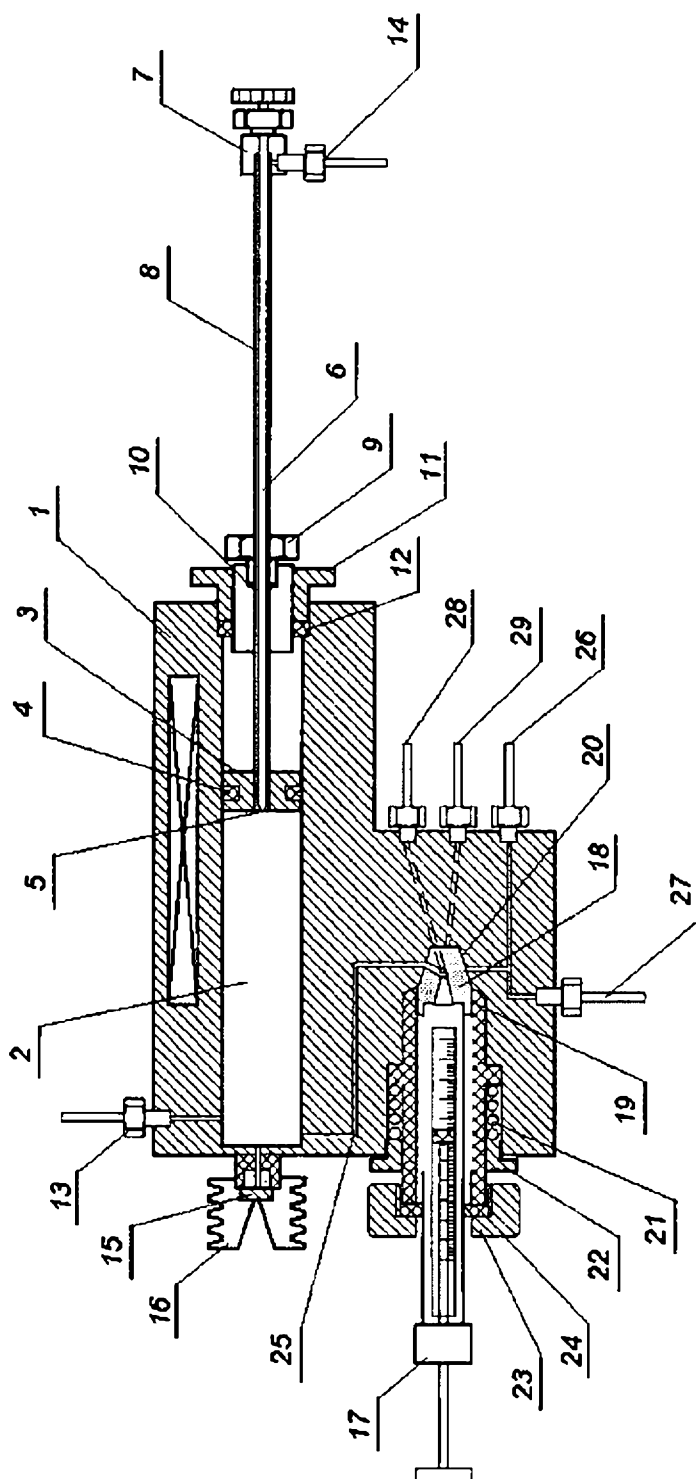


fig. 1

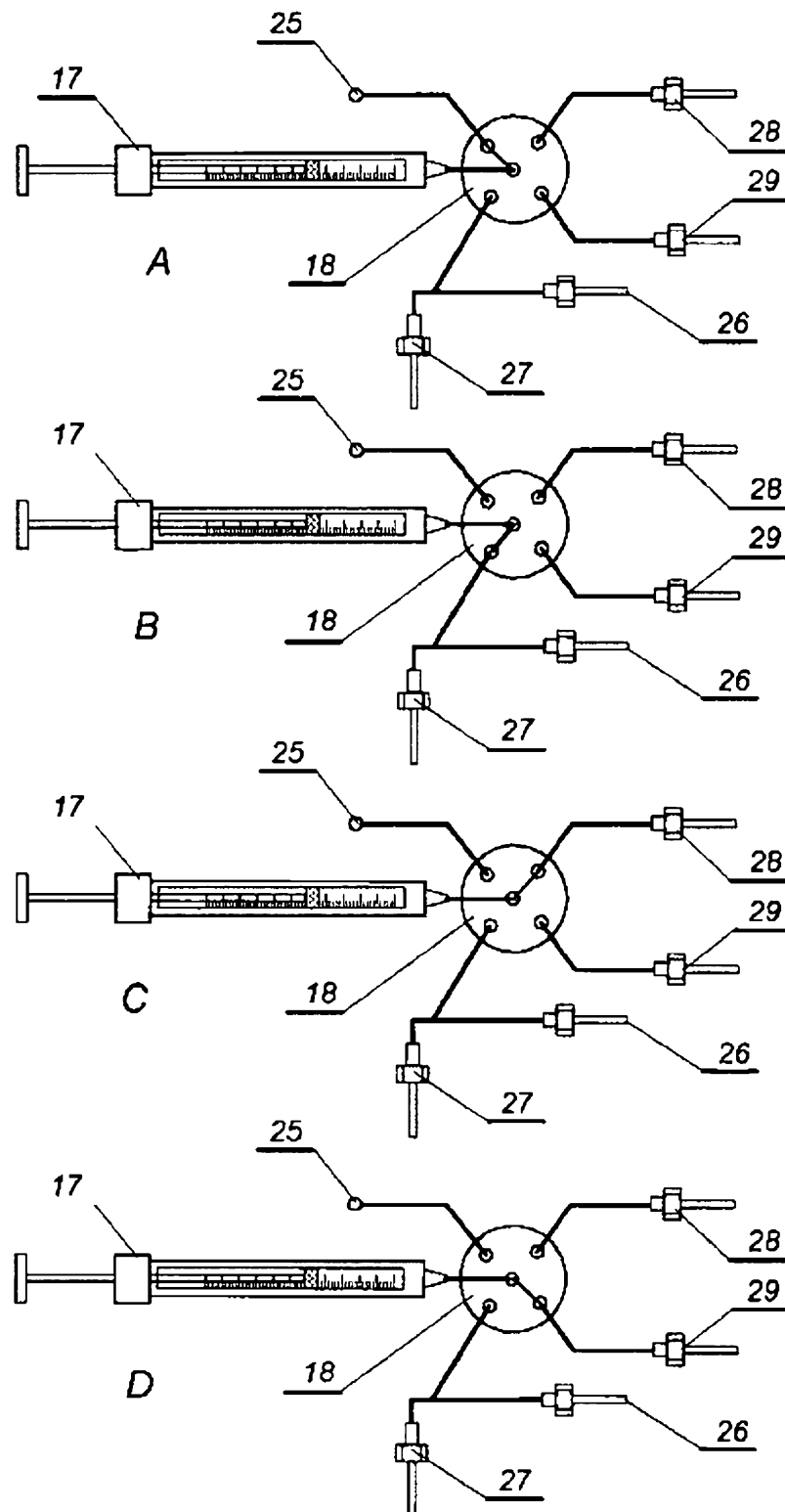


fig. 2

