

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY 103 127

Patent dodatkowy

do patentu _____

Zgłoszono: 05.04.77 (P. 197195)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 13.02.78

Opis patentowy opublikowano: 15.09.1979

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Int. Cl.² G01N 31/08
B01D 15/18

Twórcy wynalazku: Andrzej Bylina, Karol Leśniak

Uprawniony z patentu : Polska Akademia Nauk,
Instytut Chemii Fizycznej,
Warszawa (Polska)

Sposób i urządzenie do zapewnienia stałego w czasie przepływu cieczy przez kolumnę w chromatografii cieczowym

Przedmiotem wynalazku jest sposób i urządzenie do zapewnienia stałego w czasie przepływu cieczy przez kolumnę w chromatografii cieczowym.

Zadaniem chromatografii cieczowej z punktu widzenia pracy badawczej oraz zastosowań praktycznych do analizy jakościowej mieszanin jest poznanie krzywych wymywania badanych substancji. Krzywą wymywania uzyskuje się przez zarejestrowanie w funkcji czasu sygnału detektora kontrolującego skład wycieku z kolumny chromatograficznej. Wszystkie prawa łączące wielkości odczytywane z krzywej chromatograficznej są funkcjami objętości wycieku, mierzonej od momentu rozpoczęcia wymywania. W związku z powyższym szczególne znaczenie ma stałość w czasie wycieku z kolumny chromatograficznej.

Znany jest sposób zapewnienia stałego przepływu cieczy przez kolumny w chromatografach cieczowych przy zastosowaniu między innymi pompy strzykawkowej napędzanej silnikiem skokowym sterowanym przetwornikiem napięcie-częstotliwość, zasilanym z regulatora źródła napięcia. Pompa strzykawkowa przetłacza ciecz przez łatwy do osiągnięcia, jednostajny, posuwisty ruch tłoka.

Podstawowym niedostatkim tego rozwiązania w zastosowaniu do chromatografii cieczowej jest nie brany często pod uwagę wpływ ściśliwości cieczy. W przypadku wykonywania analiz przy posługiwaniu się tylko włączaniem i wyłączaniem silnika pompy strzykawkowej obserwuje się wydatek cieczy niestały w czasie, uwarunkowany prawami hydrodynamiki, to jest znaczącą wielkością współczynnika ściśliwości cieczy rzeczywistych. Równanie Darcy'ego przepływu cieczy przez złożę porowate, jakim jest kolumna chromatograficzna o długości L , powierzchni przekroju S , wypełniona ziarnem o średnicy d , charakteryzująca się współczynnikiem porowatości k_0 , przez którą przetłaczana jest z pompy ciecz o lepkości η , łączy wydatek Q z ciśnieniem Δp w sposób następujący:

$$Q = \frac{k_0 d^2 S}{\eta L} \Delta p$$

Uwzględnienie współczynnika ściśliwości cieczy X w przypadku, gdy w pompie znajduje się ciecz o objętości V_0 wymaga czasu τ_0 niezbędnego do osiągnięcia stanu ustalonego:

$$\tau_0 > 3 \frac{V_0 X \eta L}{k_0 d^2 S}$$

W praktyce powoduje to długi, często kilkunastominutowy czas dojścia do stanu ustalonego dla zadanego wydatku cieczy z pompy.

Analiza chromatograficzna wykonana w warunkach, gdy wydatek cieczy zdąża do wartości wydatku wymuszonego ruchem tłoka w komorze pompy, a więc w warunkach stanu nieustalonego, prowadzi do złych wyników.

Celem wynalazku jest wyeliminowanie w pracy pompy strzykawkowej, tłoczącej ciecz do kolumny chromatograficznej etapu stanu nieustalonego.

Sposób zapewnienia stałego w czasie przepływu cieczy według wynalazku polega na tym, że zamyka się wypływ cieczy z pompy do kolumny z jednoczesnym zatrzymaniem silnika pompy w warunkach gdy ciśnienie cieczy w pompie odpowiada ustalonemu wydatkowi. Następnie wprowadza się badaną mieszaninę po czym otwiera się wypływ cieczy i włącza silnik pompy.

Urządzenie do zapewnienia stałego w czasie przepływu cieczy przez kolumnę składa się z przetwornika wielkości ciśnienia na wielkość elektryczną, umieszczonego na drodze przepływu cieczy z pompy do kolumny, a między przetwornikiem i kolumną znajduje się zawór służący do otwierania i zamykania przepływu cieczy, przy czym wyjście przetwornika dołączane jest do jednego wejścia dwuwejściowego komparatora, natomiast do drugiego wejścia komparatora dołączone jest regulowane źródło napięcia, a wyjście komparatora dołączone jest do jednego z dwu wejść elementu logicznego NAND, a do drugiego wejścia tego elementu logicznego dołączony jest przetwornik napięcie—częstotliwość zasilany z regulowanego źródła napięcia.

Wyjście elementu logicznego dołączone jest do układu sterującego silnik skokowy.

Przedmiot wynalazku jest bliżej objaśniony w przykładzie wykonania na rysunku, na którym fig. 1 przedstawia blokowy schemat urządzenia według wynalazku, a fig. 2 — schematyczne miejsce umieszczenia przetwornika ciśnienia w pompie.

Urządzenie składa się z przetwornika ciśnienia 1 umieszczonego na drodze przepływu cieczy z pompy do kolumny, oddzielonego od kolumny zaworem Z. Wyjście przetwornika 1 połączone jest z jednym z dwu wejść komparatora 4, a także z miernikiem 3 wielkości sygnału wyjściowego przetwornika 1. Do drugiego wejścia komparatora 4 dołączone jest regulowane źródło napięcia 2. Wyjście komparatora połączone jest z jednym z dwu wejść elementu logicznego NAND 5, natomiast do drugiego wejścia dołączony jest przetwornik napięcie—częstotliwość 6 zasilany z regulatora źródła napięcia 7. Wyjście elementu logicznego dołączone jest do układu sterującego 8 silnik skokowy 9.

Sygnał napięciowy z przetwornika 1 porównywany jest przez komparator 4 z sygnałem z regulowanego źródła napięcia 2. W przypadku, gdy sygnał z przetwornika 1 jest większy lub równy sygnałowi z regulowanego źródła napięcia 2, sygnał wyjściowy z komparatora 4 powoduje wyłączenie silnika poprzez wyłączenie sygnałów sterujących z przetwornika 6 napięcie—częstotliwość, zasilanego z regulatora źródła napięcia 7, będącego nastawą wydatku pompy.

Gdy sygnał napięciowy z przetwornika 1 jest mniejszy od sygnału z regulowanego źródła napięcia 2, na wyjściu komparatora 4 powstaje sygnał powodujący włączenie silnika.

W przypadku ustawienia wartości sygnału z regulowanego źródła napięcia 2 blisko obserwowanej na mierniku 3 wartości sygnału napięciowego z przetwornika 1 odpowiadającej stanowi ustalonemu, po zamknięciu zaworu Z nastąpi zatrzymanie przepływu cieczy oraz wyłączenie silnika napędzającego pompę. Wtedy ciecz zawarta w pompie jest sprężona pod ciśnieniem odpowiadającym stanowi ustalonemu, za zaworem zaś, na kolumnie chromatograficznej nadciśnienie równe jest zero. W tej fazie zatrzymania przepływu i ciśnienia na kolumnę wprowadza się badaną mieszaninę. Z kolei, po otwarciu zaworu następuje natychmiastowy przepływ cieczy odpowiadający stanowi ustalonemu oraz włączenie silnika pompy. Przepływ cieczy przez kolumnę powoduje wymywanie badanych substancji z kolumny i uzyskanie w wyniku detekcji chromatogramu jako ostatecznego rezultatu analizy chromatograficznej.

Wielokrotne powtarzanie powyżej opisanych czynności aż do opróżnienia zbiornika cieczy w pompie daje wyniki niezależne od objętości cieczy w pompie i ściśliwości cieczy.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób zapewnienia stałego w czasie przepływu cieczy przez kolumnę w chromatografii cieczowej z wykorzystaniem pompy strzykawkowej, z n a m i e n n y t y m, że zamyka się wypływ cieczy z pompy do kolumny z jednoczesnym zatrzymaniem silnika pompy w warunkach, gdy ciśnienie cieczy w pompie odpowiada

ustaionemu wydatkowi cieczy, następnie po wprowadzeniu badanej mieszaniny do kolumny otwiera się wypływ cieczy i włącza się silnik pompy.

2. Urządzenie do zapewnienia stałego w czasie przepływu cieczy przez kolumnę w chromatografie cieczowym, zawierające pompę strzykawkową napędzaną silnikiem skokowym sterowanym przetwornikiem napięcie—częstotliwość zasilanym z regulowanego źródła napięcia, z n a m i e n n e t y m, że składa się z przetwornika (1) wielkości ciśnienia na wielkość elektryczną umieszczonego na drodze przepływu cieczy z pompy do kolumny, oddzielonego od kolumny zaworem (Z), przy czym wyjście przetwornika (1) dołączone jest do jednego wejścia dwuwejściowego komparatora (4), natomiast do drugiego wejścia komparatora dołączone jest regulowane źródło napięcia (2), a wyjście komparatora dołączone jest do jednego z dwu wejść elementu logicznego NAND (5), a do drugiego wejścia tego elementu logicznego dołączony jest przetwornik napięcie—częstotliwość (6) zasilany z regulowanego źródła napięcia (7), przy czym wyjście elementu logicznego (5) dołączone jest do układu sterującego (8) silnik skokowy (9).

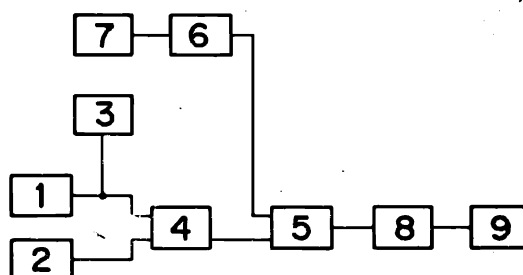


Fig.1

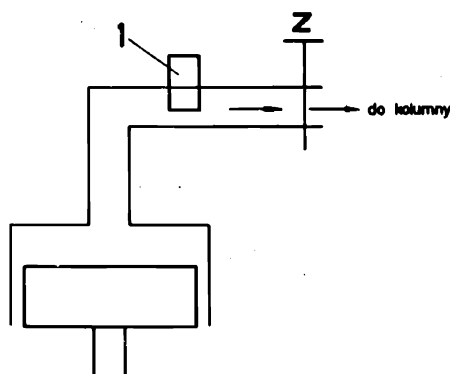


Fig.2