



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 18.VI.1965 (P 109 614)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 15.IV.1966

Kl. 42 d, 10

MKP G 01 d 1/04

UKD



Współtwórcy wynalazku: dr inż. Kazimierz Korbel, mgr inż. Jan Łasa

Właściciel patentu: Akademia Górniczo-Hutnicza (Instytut Badań Jądrowych), Kraków (Polska)

Układ integratora automatycznego do chromatografii gazowej

1

Przedmiotem wynalazku jest układ integratora automatycznego do chromatografii gazowej, służący do pomiaru powierzchni pików (ostrzych wzniesień rejestrowanej krzywej), będących wynikiem analizy mieszanin gazowych, wykonanej sposobem chromatograficznym.

Znany jest układ i sposób, w którym rozdzielane na kolumnie chromatograficznej składniki badanej mieszaniny gazów, przechodząc przez detektor, powodują powstanie na jego wyjściu zmiany odpowiedniej wielkości elektrycznej. Ta zmiana wielkości elektrycznej jest rejestrowana przez samopiszący rejestrator w postaci charakterystycznych pików, których powierzchnia jest proporcjonalna do ilości danego składnika w analizowanej mieszaninie gazów. Ilościowe określenie zawartości analizowanych składników sprowadza się w tym sposobie do pomiaru powierzchni pod zakreśloną linią. Pomiaru powierzchni pików dokonuje się ręcznie planimetrem lub za pomocą podziałki przez wykonanie pomiaru wysokości pików oraz szerokości w połowie jego wysokości, a następnie przez pomnożenie otrzymanych wielkości. Ten sposób jest bardzo czasochłonny i uciążliwy, przy czym dokładność takiego pomiaru jest uzależniona od stopnia dokładności pomiarów liniowych.

Znany jest również sposób pomiaru powierzchni pod pikami za pomocą integratorów lub maszyn matematycznych, dzięki którym uzyskuje się pomiar występujący pod pikami powierzchni wprost

2

w jednostkach powierzchni lub w jednostkach względnych. Uzyskane wyniki aczkolwiek są zadowalające, to jednak nie mogą być powszechnie stosowane z tego względu, że sposób ten, wymaga bardzo skomplikowanej i kosztownej aparatury oraz wysoko kwalifikowanego personelu do jej obsługi.

Niedogodności znanych urządzeń i sposobów usuwa układ integratora automatycznego do chromatografii gazowej według wynalazku, który składa się z potencjometrycznego układu nadawczego, pierścieniowego układu przełączającego dla odczytu i regulacji czułości detektora, przetwornika analogowo-cyfrowego oraz układu zaliczającego. Układ integratora automatycznego może współpracować z wszelkiego rodzaju czujnikami chromatograficznymi wyposażonymi w rejestratory samopiszące. Dzięki temu pozwala on rejestrować powierzchnię pod pikami w jednostkach względnych, przy czym czułość detekcji dla poszczególnych składników zmienia się automatycznie zgodnie z uprzednim zaprogramowaniem. Pozwala to na rejestrację na samopisie i pomiar powierzchni pików składników mieszanin gazów o dużej różnicy ich koncentracji i z dużą dokładnością.

Układ integratora automatycznego do chromatografii gazowej według wynalazku jest uwidoczniony w przykładowym rozwiązaniu na rysunku, na którym fig. 1 przedstawia schemat blokowy całego integratora, a fig 2 — schemat ideowy połączeń

elektrycznych układu integratora automatycznego. W układzie według wynalazku sygnał elektryczny z detektora wchodzi na wejście 1 układu 2 regulacji, czułości, a następnie na samopiszący kompensator 3 (fig. 1),

Styk ruchomy 41 potencjometru nadawczego 42 zasilanego napięciem 1 V jest sprzężony z karetką piszącą kompensatora 3. W efekcie na wyjściu potencjometru uzyskuje się napięcie zmieniające się w przedziale od 0 V do 1 V, które jest proporcjonalne do aktualnego położenia karetki piszącej kompensatora 3. To napięcie jest podawane na wzmacniacz różnicowy 4 zbudowany na lampach 43, 44 i 45, na którego drugie wejście jest podawane napięcie pilokształtne o okresie 1 sek. i amplitudzie 1 V z mechanicznego generatora 5.

Napięcie wyjściowe ze wzmacniacza 4 uruchamia układ przeskokowy 6 na lampie 46, który steruje układ bramkujący 8 zrealizowany na lampie 47. Do chwili zrównania się napięć z generatora 5 i z wyjścia kompensatora 3 układ bramkujący 8 jest otwarty i impulsy z generatora 7 na lampie 49, o częstotliwości repetycji 50 Hz są zliczane przez układ 9 z lampą 48, napędzający zespół numeratorów mechanicznych 10.

W kompensatorze 3 są zamontowane styki 12 i 13, za pośrednictwem których dokonuje się przełączanie układu pierścieniowego 11. Układ 11 obejmuje pięć par przełączników 14-15, 16-17, 18-19, 20-21 oraz 22-23, stanowiących dwójki przełączające odpowiednie przełączniki wykonawcze 24, 25, 26, 27 i 28.

Każdorazowo, z chwilą osiągnięcia przez karetkę piszącą kompensatora 3 skrajnego położenia zerowego po całkowitym zarejestrowaniu odnośnego piku następuje otwarcie styków 12 oraz zwarcie styków 13. Taki stan jest stanem przygotowanym do przełączenia układu 11 o jedną komórkę dwójkową, przy czym wszystkie przełączniki 24, 25, 26, 27 i 28 są wyłączone.

Pojawienie się kolejnego piku analizowanego gazu powoduje przesunięcie karetki kompensatora 3 z położenia zerowego, a przez to ponowne zwarcie styków 12 oraz rozwarcie styków 13, w rezultacie czego obydwie przełączniki, przygotowanej poprzednim działaniem styków 12 i 13 komórki układu pierścieniowego zadziałają równocześnie, uruchamiając swymi stykami współdziałający z nim przełącznik wykonawczy. Ten z kolei załącza właściwy numerator zespołu 10 w obwód anodowy lampy 48 oraz wybiera odpowiednią, zaprogramowaną czułość detektora za pośrednictwem zespołu przełączników układu regulacji czułości 2, realizując w ten sposób samoczynną zmianę czułości podczas analizy.

Do ustalenia początkowego stanu układu 11 służy przycisk załączający 40, który po krótkotrwałym zadziałaniu załącza trwale przełącznik 23,

przygotowując do normalnej pracy przewidzianą dla pierwszego piku dwójkę przełączników 14 i 15. Podczas normalnej ciągłej pracy układu 11 po całkowitym obiegu kołowym powtarza on cykl przełączania w tej samej kolejności bez potrzeby posługiwania się przyciskiem 40.

Zarejestrowany na kompensatorze 3 pik, odpowiadający danemu składnikowi analizowanej na kolumnie chromatograficznej mieszaniny, zostaje podzielony w czasie na przedziały jednosekundowe i w zakresie tych przedziałów odpowiedni numerator zlicza impulsy, których ilość jest proporcjonalna do wychylenia kompensatora w tym momencie. W efekcie ilość impulsów zarejestrowanych na odpowiednim numeratorze zespołu 10 jest proporcjonalna do powierzchni piku. Numerator 39 zlicza impulsy odpowiadające powierzchni wszystkich pików, natomiast numery 29, 30, 31, 32 i 33 zliczają impulsy odpowiadające poszczególnym pikom.

Układ integratora automatycznego według wynalazku pozwala na uzyskanie wprost podczas analizy liczb proporcjonalnych do zakreślonych pod pikami powierzchni, a mając wynik odpowiadających sumarycznej powierzchni pików i poszczególnych składników, można bezpośrednio określić procentowe zawartości poszczególnych składników w analizowanej mieszaninie. Zastosowany w układzie system przełączników i przełączników pozwala rejestrować każdy składnik na kompensatorze z nastawioną z góry czułością, przy czym obsługa układu nie nastręcza żadnych trudności.

W przypadku zaprogramowania różnej czułości analizy dla poszczególnych składników liczbę impulsów zarejestrowaną przez poszczególny numerator należy pomnożyć przez nastawioną czułość, a sumaryczną powierzchnię wszystkich pików uzyskuje się przez sumowanie tak skorygowanych wskazań numeratorów.

Zastrzeżenia patentowe

1. Układ integratora automatycznego dla chromatografii gazowej współpracujący z rejestratorem samopiszącym, wyposażonym w nadawczy układ potencjometryczny znamienny tym, że składa się z układu (2) programowej regulacji czułości, wzmacniacza różnicowego (4), układu bramkującego (8) i generatora (7) impulsów zliczanych, które to elementy stanowią w całości przetwornik analogowo-cyfrowy, a ponadto układ ma zespół numeratorów elektromechanicznych (10).
2. Układ według zastrz. 1 znamienny tym, że układ (11) stanowi pierścieniowy przelicznik na przełącznikach elektromagnetycznych (14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21, 22 i 23), za pośrednictwem których następuje przełączanie czułości detektora oraz połączenie numeratorów (29, 30, 31, 32 i 33).

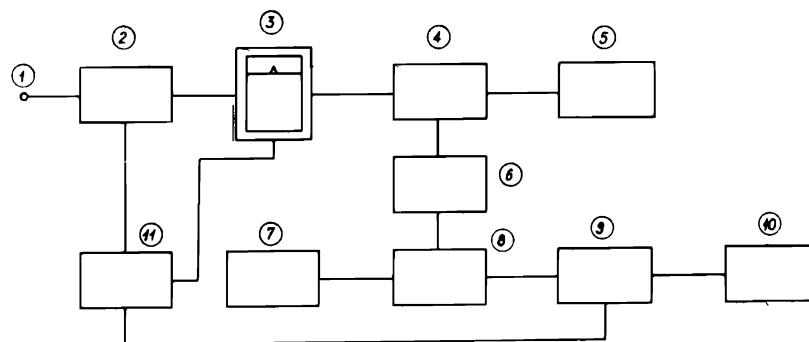


Fig. 1.

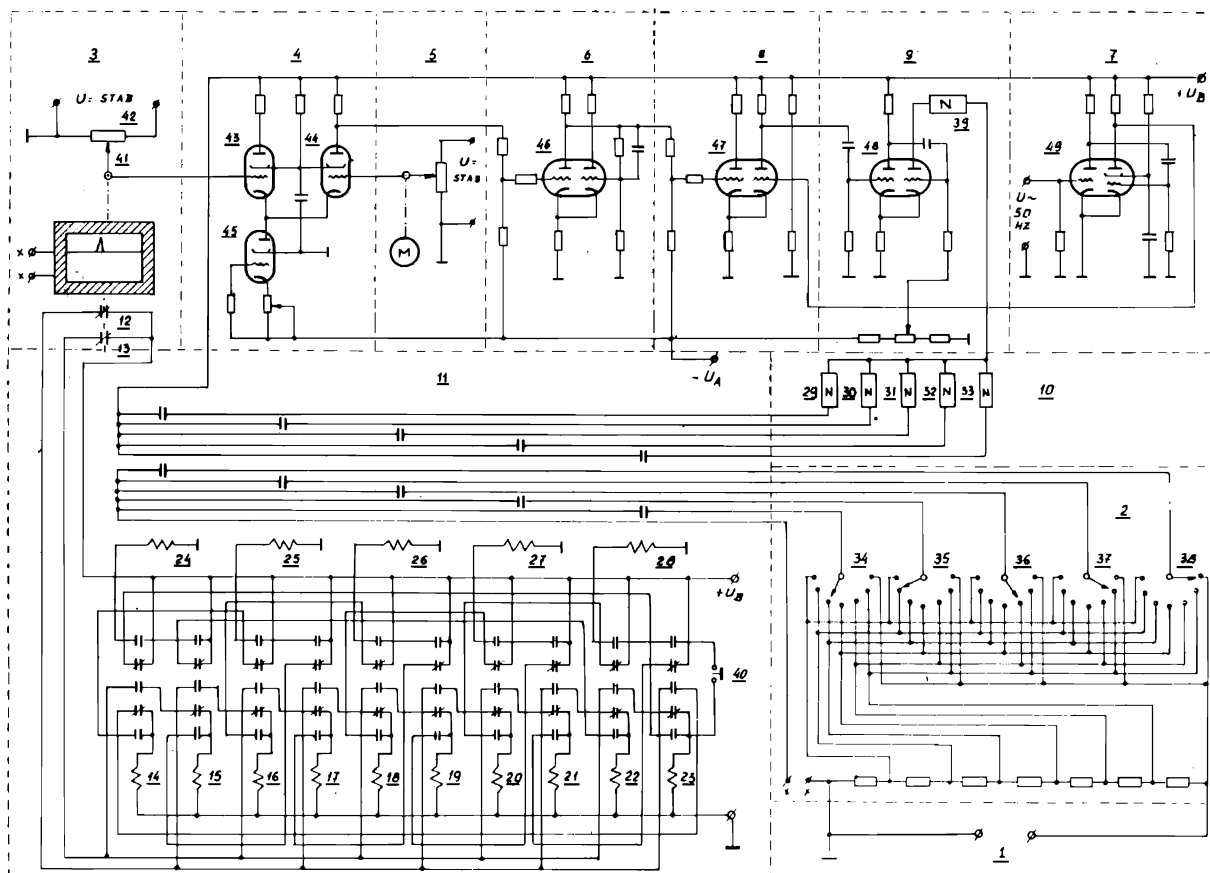


Fig. 2.