



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

199717
(11) (B2)

(51) Int. Cl.³
G 01 N 31/08

(22) Přihlášeno 23 02 78
(21) (PV 1162-78)

(32) (31) (33) Právo přednosti od 26 02 77
(P-196325) Polská lidová republika

(40) Zveřejněno 31 10 79

(45) Vydáno 15 07 83

(72)

Autor vynálezu

LASA JAN, ROSIEK JANUSZ a BERSKI MAREK, KRAKOV (PLR)

(73)

Majitel patentu

INSTYTUT FIZYKI JADROWEJ, KRAKOV (PLR)

(54) Mikrodetektor elektronového záchytu pro plynovou chromatografii

1

Předmětem vynálezu je mikrodetektor elektronového záchytu pro plynovou chromatografii, kterého lze použít k detegování elektronegativních plynů a par analyzovaných tekutin.

Známým plynem plněný radiační detektor elektronového záchytu je opatřen radioaktivním zdrojem válcovité podoby objemu 1 až 3 cm³ a po dobu činnosti vyžaduje proud nosného plynu se spotřebou 30 až 100 cm³/min. Detektor výše uvedeného objemu a proudů nosného plynu má časovou konstantu od 1 do 3 s, zatímco detekce plynů pomocí kapilárních kolon vyžaduje detektor s časovou konstantou nepřevyšující 0,5 s. Známý radiační detektor však není vhodný pro analýzu plynů pomocí kapilárních kolon, protože má velký objem rezultující z rozměrů radioaktivního zdroje a typu izolátoru sběrné elektrody. Teflon, kterého se široce využívá jako izolačního materiálu, může pracovat beze změn mechanických vlastností při teplotě nepřevyšující 150 °C, zatímco podmínky analýzy vyžadují, aby detektor pracoval při teplotě až 400 °C. Omezená tepelná odolnost teflonu vyžaduje nezbytně, aby konstrukce detektoru měla zvětšený objem, což vyplývá ze skutečnosti, že tepelný izolátor sběrné elektrody je situován v hlavici vzdálené od aktivního prostoru

2

detektoru. Se vzrůstajícím objemem detektoru vzrůstá ale časová konstanta detektoru.

Účelem vynálezu je vyloučit výše uvedené nedostatky v konstrukci detektoru elektronového záchytu, aby se umožnila jeho spolupráce s kapilární kolonou prostředky získávajícími časovou konstantu detektoru nižší než 0,5 a při spotřebě plynu od 30 do 60 cm³/min.

Úkol byl vyřešen mikrodetektorem elektronového záchytu pro plynovou chromatografii, který je opatřený tělesem s válcovitým radioaktivním zdrojem, ve kterém je soustředně situována sběrná elektroda. Podstata mikrodetektoru spočívá v tom, že těleso je ve své spodní části vytvořené ve tvaru válce zakončeného komolým kuzelem se závitem na vnější ploše válce. Radioaktivní zdroj spolu se sběrnou elektrodou jsou umístěny uvnitř válce zakončeného komolým kuzelem.

Ve výhodném provedení má radioaktivní zdroj vnitřní průměr 6 až 8 mm a výšku 12 až 16 mm a sběrná elektroda je umístěna v keramickém izolátoru. Vlivem tohoto opatření může detektor pracovat při teplotách až 400 °C.

Výhodou mikrodetektoru podle vynálezu je velice dobrá těsnost tělesa stejně jako

pohodlné a těsné složení a rozebrání z měřicí polohy. To je velice důležité při procesu kondicionování nových kolon do měřicí polohy, kdy unikání kapalně fáze z chromatografické kolony může způsobit znečištění detektoru.

Příklad provedení mikrodetektoru elektronového zachytu pro kapilární plynovou chromatografii podle vynálezu je znázorněn na výkrese v průřezu.

Detektor sestává z tělesa 1, ve kterém je válcovitý radioaktivní zdroj 2 průměru 6 mm a výšky 12 mm a na něm je sběrná elektroda 3 situovaná soustředně a umístěná v keramickém izolátoru 4 opatřeném montážní objímkou 5 upnutou mezi drážkou čelní plochy tělesa 1 a výstupkem válcovitého přídržného prvku 6 spojeného šroubem s tělesem 1. Montážní objímka 5 je spojena s keramickým izolátorem 4 pomocí tvrdé pájky.

V upínací jednotce výstupku čelní plochy tělesa 1 a drážkou válcovitého přídržného prvku 6 je upínací těsnění, jehož těsnicím prvkem je materiál montážní objímky 5 tvarovaný tlakem válcovitého přídržného prvku 6. Spodní část tělesa 1 má profil válce končícího komolým kuzelem a na části válce je závit 7 umožňující spojit těleso 1 detektoru se známou měřicí polohou. Na konci kuželovité části tělesa 1 je otvor 8 určený pro přívod nosného plynu spolu s přídavným plynem ze známé měřicí polohy. Těleso 1 je opatřeno kroužkem 9 určeným k odběru plynu z detektoru. Sběrná elektroda 3 má nahoře konec ve tvaru spoje 10. Ochranný válcovitý prvek 11 je připojen pomocí

šroubu k horní části tělesa 1. Během činnosti radiačního detektoru elektronového zachytu podle vynálezu jím prochází nosný a přídavný plyn, přičemž jsou dodávány otvorem 8 z měřicí polohy. Tyto plyny jsou ionizovány β -částicemi vysílanými radioaktivním zdrojem umístěným v tělese 1 detektoru, což způsobuje, že ionizační proud protéká mezi válcem radioaktivního zdroje a sběrnou elektrodou 3 za předpokladu, že ke sběrné elektrodě 3 se dodává pulsní napětí pozitivní polarity a sběrná elektroda 3 je napojena na měřicí zařízení. Analyzovaný vzorek plynu nebo kapaliny dodávaný do kapilární kolony je v ní dělen a jeho složky přicházejí do tělesa 1 detektoru pomocí proudu nosného a přídavného plynu z měřicí polohy. Složka vzorku, která má elektronegativní vlastnosti, vytváří negativní ionty v ionizovaném prostoru detektoru, které tím, že se rekombinují s pozitivními ionty nosného plynu, způsobují snížení hodnoty ionizujícího proudu detektoru. Hodnota změny ionizačního proudu detektoru ve spojitosti s přítomností elektronegativní složky analyzovaného plynu je mírou jeho kvantity v analyzovaném vzorku. Radiační detektor elektronového zachytu pro kapilární chromatografii podle vynálezu zahrnující radioaktivní zdroj ve formě fólie s tritiem uloženým na primárním potahu erbia s aktivitou 400 mCi se vyznačuje detegovatelností 10^{-13} g/s pro tetrachlormetan a spotřebou nosného a přídavného plynu v rozmezí spotřeby od 30 do 60 cm³/min, časová konstanta detektoru nepřekračuje 0,5 s.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Mikrodetektor elektronového zachytu pro plynovou chromatografii opatřený tělesem s válcovitým radioaktivním zdrojem, ve kterém je soustředně situována sběrná elektroda, vyznačující se tím, že těleso (1) je ve své spodní části vytvořené ve tvaru válce za-

končeného komolým kuzelem se závitem (7) na vnější ploše válce a radioaktivní zdroj (2) spolu se sběrnou elektrodou (3) jsou umístěny uvnitř válce zakončeného komolým kuzelem.

1 list výkresů

199717

