



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 26.02.77 (P. 196325)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 11.09.78

Opis patentowy opublikowano: 30.10.1981

Int. Cl.² G01N 31/08

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polski Instytut Fizyki Jądrowej (PIL)

Twórcy wynalazku: Jan Lasa, Janusz Rosiek, Marek Berski

Uprawniony z patentu: Instytut Fizyki Jądrowej, Kraków (Polska)

Mikrodetektor wychwytu elektronów dla chromatografii gazowej

1

Przedmiotem wynalazku jest mikrodetektor wychwytu elektronów dla chromatografii gazowej, znajdujący zastosowanie w detekcji elektroujemnych gazów i par cieczy analizowanych.

Znany radiojonizacyjny detektor wychwytu elektronów jest wyposażony w źródło promieniotwórcze w postaci cylindrycznej o objętości 1 do 3 cm³ wymagający podczas pracy przepływu gazu nośnego o wydatku 30 do 100 cm³/min. Detektor o wymienionej objętości i podanym przepływie gazu nośnego ma stałą czasową od 1 do 3 s, natomiast detekcja gazów analizowanych przy pomocy kolumn kapilarnych wymaga detektora o stałej czasowej nie przekraczającej 0,5 s.

Ponadto znany radiojonizacyjny detektor nie nadaje się do analizy gazów przy użyciu kolumn kapilarnych z powodu jego dużej objętości wynikającej z wymiarów zastosowanego źródła promieniotwórczego jak i rodzaju izolatora elektrody zbiorczej.

Stosowany powszechnie teflon jako materiał izolacyjny może pracować bez zmian własności mechanicznych w temperaturze nie przekraczającej 150°C, zaś warunki analizy wymagają pracy detektora w temperaturze do 400°C. Ograniczona odporność teflonu na temperaturę narzuca konieczność budowy detektora o zwiększonej objętości, wynikającej z faktu, że teflonowy izolator elektrody zbiorczej znajduje się w głowicy oddalonej od przestrzeni czynnej detektora. Zwiększona

2

objętość detektora zwiększa w konsekwencji dodatkowo stałą czasową detektora.

Celem wynalazku jest wyeliminowanie z konstrukcji detektora wychwytu elektronów powyższych wad w celu umożliwienia jego współpracy z kolumną kapilarną przez uzyskanie stałej czasowej detektora mniejszej od 0,5 s. dla wydatków gazu od 30 do 60 cm³/min.

Istotą wynalazku jest mikrodetektor o korpusie, który w dolnej części ma zarys walca zakończony ściętym stożkiem z gwintem a w nim jest usytuowana współśrodkowo elektroda zbiorcza z cylindrycznym źródłem promieniotwórczym o średnicy 6 do 8 mm i wysokości 12 do 16 mm, przy czym wewnątrz korpusu detektora znajduje się elektroda zbiorcza osadzona w ceramicznym izolatorze pozwalającym na pracę detektora w temperaturach do 400°C.

Zaletą mikrodetektora według wynalazku jest bardzo dobra szczelność korpusu oraz łatwy i szczelny montaż i demontaż ze stanowiska pomiarowego. Ma to szczególnie istotne znaczenie w procesie kondycjonowania nowych kolumn na stanowisku pomiarowym, gdy upływ fazy ciekłej z kolumny chromatograficznej może powodować zanieczyszczenia detektora.

Mikrodetektor wychwytu elektronów dla kapilarnej chromatografii gazowej według wynalazku jest przedstawiony w przykładzie wykonania na rysunku w przekroju poprzecznym.

Detektor składa się z korpusu 1, w którym znajduje się cylindryczne źródło promieniotwórcze 2, a w nim usytuowana jest współśrodkowo elektroda zbiorcza 3 umocowana w ceramicznym izolatorze 4, wyposażonym w kołnierz mocujący 5, zaciśnięty pomiędzy bruzdą powierzchni czołowej korpusu 1, a garbem cylindrycznego elementu dociskowego 6 połączonego gwintowo z korpusem 1. Kołnierz mocujący 5 jest połączony z izolatorem ceramicznym 4 za pomocą twardego lutu. W układzie dociskowym garbu powierzchni czołowej korpusu 1 i bruzdy elementu cylindrycznego 6 jest wykonane uszczelnienie zaciskowe, w którym elementem uszczelniającym jest ukształtowany dociskiem cylindrycznego elementu dociskowego 6 materiał kołnierza mocującego 5.

Dolna część korpusu 1 ma zarys walca zakończonego ściętym stożkiem, przy czym na części walca znajduje się gwint 7, umożliwiający połączenie korpusu detektora 1 ze znanym stanowiskiem pomiarowym. W części stożkowej zakończenia korpusu 1 znajduje się otwór 8 służący do doprowadzenia gazu nośnego wraz z gazem dodatkowym ze znanego stanowiska pomiarowego. Korpus 1 jest wyposażony w króciec 9 służący do odprowadzenia gazu z detektora. Elektroda zbiorcza ma w górnej części zakończenie w postaci złącza 10. Z górną częścią korpusu 1 połączony jest gwintowo ochronny element cylindryczny 11.

W czasie pracy radiojonizacyjnego detektora wychwyty elektronów według wynalazku przepływa przez niego gaz nośny i dodatkowy doprowadzony otworem 8 ze stanowiska pomiarowego. Gazy te są jonizowane przez cząstki beta emitowane ze źródła promieniotwórczego umieszczonego w korpusie 1 detektora powodując przepływ prądu jonizacyjnego między cylindrem źródła promieniotwórczego a elektrodą zbiorczą, jeżeli do

niej doprowadzone jest napięcie impulsowe o polarności dodatniej i jeżeli elektroda zbiorcza jest połączona z układem pomiarowym. Wprowadzona do kolumny kapilarnej analizowana próbka gazu lub cieczy zostaje w niej rozdzielona, a jej składniki wprowadzone są do korpusu 1 detektora przez strumień gazu nośnego i dodatkowego ze stanowiska pomiarowego.

Składnik próbki o elektrycznych właściwościach formuje w zjonizowanej przestrzeni detektora jony ujemne, które rekombinując z jonami dodatnimi gazu nośnego powodują zmniejszenie wartości prądu jonizacyjnego detektora.

Wartość zmiany prądu jonizacyjnego detektora związana z obecnością elektrycznych składnika badanej próbki w detektorze jest miarą jego ilości w analizowanej próbce. Radiojonizacyjny detektor wychwyty elektronów dla kapilarnej chromatografii gazowej wg wynalazku, zawierający źródło promieniotwórcze w postaci folii z naniesionym promieniotwórczym trytem na podkład erbu o aktywności 400 mCi charakteryzuje się poziomem wykrywalności 10^{-13} g/s dla CCl_4 , a dla wydatku gazu nośnego i dodatkowego w przedziale wydatku 30 do 60 cm^3/min stała czasowa detektora nie przekracza 0,5 s.

Zastrzeżenie patentowe

Mikrodetektor wychwyty elektronów dla chromatografii gazowej składający się z korpusu, w którym znajduje się cylindryczne źródło promieniotwórcze, a w nim usytuowana współśrodkowo elektroda zbiorcza **znamienny tym**, że korpus (1) w dolnej części ma zarys walca zakończona ściętym stożkiem gwintem (7) a źródło promieniotwórcze (2) ma średnicę wewnętrzną o wymiarach 6 do 8 mm i wysokość 12 do 16 mm.

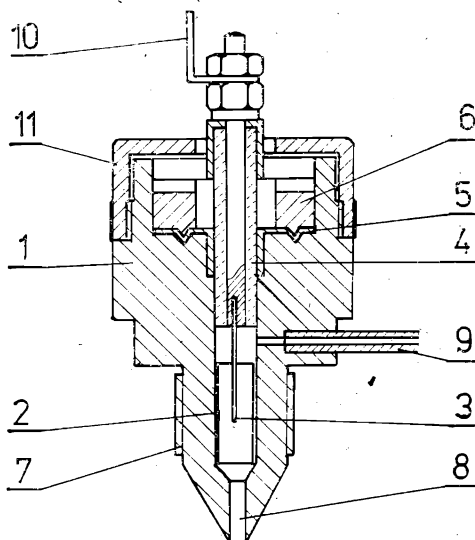


Fig. 1.