



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

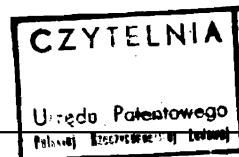
Zgłoszono: 26.02.77 (P. 196324)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 11.09.78

Opis patentowy opublikowano: 30.10.1981

Int. Cl.² G01N 31/08



Twórcy wynalazku: Jan Lasa, Janusz Rosiek, Marek Berski

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

Radiojonizacyjny detektor wychwyty elektronów dla chromatografii gazowej

1

Przedmiotem wynalazku jest radiojonizacyjny detektor wychwyty elektronów dla chromatografii gazowej, znajdujący zastosowanie w detekcji gazów i par związków elektroujemnych.

Znany detektor radiojonizacyjny typu wychwyty elektronów, zwany również detektorem beta-jonizacyjnym, jest wyposażony w dwie elektrody, osadzone w izolatorach, z których jedna zawiera preparat promieniotwórczy emitujący promieniowanie jonizujące gaz, a druga jest elektrodą zbiorczą. Stosowane preparaty promieniotwórcze wykonane z trytu osadzonego na erbie lub skandzie oraz preparaty niklu-63 mogą pracować odpowiednio w temperaturze 350°C i 400°C. Izolatory elektrod wykonane z porcelany mają dodatkowe uszczelnienia pomiędzy porcelaną a metalem, z którego wykonany jest detektor. Natomiast izolatory wykonane z teflonu mogą pracować w temperaturze nie przekraczającej 150°C ze względu na utratę własności mechanicznych w wyższych temperaturach.

Ponadto detektory z izolatorami teflonowymi mają konstrukcję, w której teflon izolujący elektrody znajduje się poza przestrzenią grzejną detektora w specjalnej głowicy wyposażonej w radiatory obniżające temperaturę teflonu podczas pracy detektora. Taka konstrukcja powoduje, że objętość detektora jest duża, co w konsekwencji zwiększa stałą czasową detektora niekorzystnie wpływając na jego parametry detekcyjne. Ponad-

2

to obniżona przez radiatory temperatura górnej części korpusu detektora powoduje skraplanie się składników analizowanej próbki na jej wewnętrznej powierzchni obniżając własności izolacyjne teflonu. (Opisy patentowe polskie nr: 64383 i 74815).

10 Istotą wynalazku jest detektor o korpusie, w którym preparat promieniotwórczy w postaci cylindra jest umocowany przy pomocy nakrętki, przy czym w cylindrze preparatu promieniotwórczego jest usytuowana współśrodkowo elektroda zbiorcza. Elektroda zbiorcza jest umocowana w ceramicznym izolatorze wyposażonym w kołnierz mocujący zaciśnięty pomiędzy częścią powierzchni czołowej korpusu a podkładką przy pomocy cylindrycznego elementu dociskowego połączonego gwintowo z korpusem. Kołnierz mocujący jest ponadto połączony z izolatorem ceramicznym za pomocą twardego lutu, a w układzie zaciskowym 15 części czołowej korpusu z podkładką jest wykonane uszczelnienie zaciskowe, w którym elementem uszczelniającym jest ukształtowany dociskiem cylindrycznego elementu dociskowego materiał kołnierza mocującego.

25 Konstrukcja ta dzięki zastosowaniu ceramicznego izolatora elektrody zbiorczej, połączonego lutem twardym i kołnierzem mocującym pozwala na pracę w temperaturze do 400°C.

30 Umieszczenie izolatora elektrody zbiorczej w pobliżu przestrzeni czynnej detektora zawartej w

objętości cylindra źródła promieniotwórczego pozwala na zwartą konstrukcję detektora, zmniejszenie jego objętości a tym samym poprawę parametrów detekcyjnych. Zaletą detektora według wynalazku jest uproszczona konstrukcja wymagająca mniejszych nakładów robocizny i materiałów niż przy jego wykonaniu według znanych rozwiązań.

Radiojonizacyjny detektor wychwyty elektronów dla chromatografii gazowej według wynalazku, jest przedstawiony w przykładzie wykonania na rysunku w przekroju poprzecznym. Detektor składa się z korpusu 1, w którym preparat promieniotwórczy 2 w postaci cylindra jest umocowany przy pomocy nakrętki 3, przy czym w cylindrze preparatu promieniotwórczego 2 jest usytuowana współśrodkowo elektroda zbiorcza 4 umocowana w ceramicznym izolatorze 5. Ceramiczny izolator 5 wyposażony jest w kołnierz mocujący 6 zaciśnięty pomiędzy częścią powierzchni czołowej korpusu 1 a podkładką 7 cylindrycznym elementem dociskowym 8, połączonym gwintowo z korpusem 1. Kołnierz mocujący 6 jest połączony z izolatorem ceramicznym 5 za pomocą twardego lutu.

W układzie zaciskowym części powierzchni czołowej korpusu 1 z podkładką 7 jest wykonane uszczelnienie zaciskowe, w którym elementem uszczelniającym jest ukształtowany dociskiem cylindrycznego elementu dociskowego 8 materiał kołnierza mocującego 6. Korpus 1 detektora jest wyposażony w króciec wlotowy 9 i wylotowy 10 badanego gazu.

Przed uruchomieniem detektora według wynalazku należy jego króciec wlotowy 9 połączyć z wylotem kolumny chromatograficznej a złącze 11 połączyć z układem zasilania i pomiarowym. Płynący z kolumny chromatograficznej gaz jest jonizowany przez cząstki beta emitowane przez źródło promieniotwórcze, w wyniku czego pomiędzy elektrodą zbiorczą, a źródłem promieniotwórczym płynie prąd jonizacyjny. Po ustaleniu się

zadanych warunków termicznych detektora i kolumny chromatograficznej do kolumny wprowadza się próbkę badanego gazu lub cieczy. W kolumnie chromatograficznej następuje rozdzielanie próbki na poszczególne składniki, które są unoszone przez strumień gazu nośnego do wnętrza korpusu 1 detektora. Jeżeli unoszony składnik ma własności elektroujemne, to w obszarze zjonizowanego gazu tworzą się jony ujemne, które recombiniując z jonami dodatnimi gazu nośnego obniżają wartość prądu jonizacyjnego detektora.

Na podstawie zmiany wartości prądu jonizacyjnego detektora określa się stężenie i rodzaj składnika badanej próbki w gazie nośnym. Detektor wyposażony w źródło promieniotwórcze ^{63}Ni o aktywności 20 mCi lub źródło trytowe o aktywności 400 mCi charakteryzuje się wykrywalnością odpowiednio 10^{-13} 10^{-14} g/s dla CCl_4 .

Zastrzeżenia patentowe

Radiojonizacyjny detektor wychwyty elektronów dla chromatografii gazowej składający się z korpusu, w którym preparat promieniotwórczy w postaci cylindra jest umocowany przy pomocy nakrętki, przy czym w cylindrze preparat promieniotwórczego jest usytuowana współśrodkowo elektroda zbiorcza, **znamienny tym**, że elektroda zbiorcza (4) jest umocowana w ceramicznym izolatorze (5), wyposażonym w kołnierz mocujący (6) zaciśnięty pomiędzy częścią powierzchni czołowej korpusu (1), a podkładką (7), cylindrycznym elementem dociskowym (8), połączonym gwintowo z korpusem (1), przy czym kołnierz mocujący (6) jest połączony z izolatorem ceramicznym (5) za pomocą twardego lutu, zaś w układzie zaciskowym części czołowej korpusu (1) z podkładką (7) jest wykonane uszczelnienie zaciskowe, w którym elementem uszczelniającym jest ukształtowany dociskiem cylindrycznego elementu dociskowego (8) materiał kołnierza mocującego (6).

