

(19) DANMARK



(12) PATENTSKRIFT

(11) 172142 B1

Patentdirektoratet
TAASTRUP

(21) Patentansøgning nr.: 5626/88

(22) Indleveringsdag: 07 okt 1988

(41) Alm. tilgængelig: 09 apr 1989

(45) Patentets meddelelse bkg. den: 24 nov 1997

(86) International ansøgning nr.: -

(30) Prioritet: 08 okt 1987 CH 3948/87

(51) Int.Cl.6

B 01 D 15/08

G 01 N 30/46

G 01 N 30/80

(73) Patenthaver: *Givaudan-Roure (International) SA; CH-1214 Vernier-Geneve, CH

(72) Opfinder: Franz *Etzweiler; CH

(74) Fuldmægtig: Budde, Schou & Co. A/S

(54) Apparat til afgrening af en gasstrøm

(56) Fremdragne publikationer

(57) Sammendrag:

5626 - 88

Apparatet til afgrening af gasstrømme i et gaschromatografisk anlæg har en med udløbet (2) fra en separationsøjle (1) forbundet indløbsgren (3) og to udløbsgrene (5, 6). I den ene udløbsgren frembringes over en afspærringsventil (10) et i forhold til trykket i den anden udløbsgren (5) nedsat tryk. En tilgangsledning (11) for skyllegas kan være tilsluttet den første udløbsgren (6), og mellem forgreningspunktet (4) og afspærringsventilen (10) kan der være indskudt en opfangningsindretning (8). Opfangningsindretningen (8) kan indeholde et antal adsorptionsrør (9), der skiftevis kan indføres i strømningsvejen for gassen.

DK 172142 B1

fortsættes

5626-88

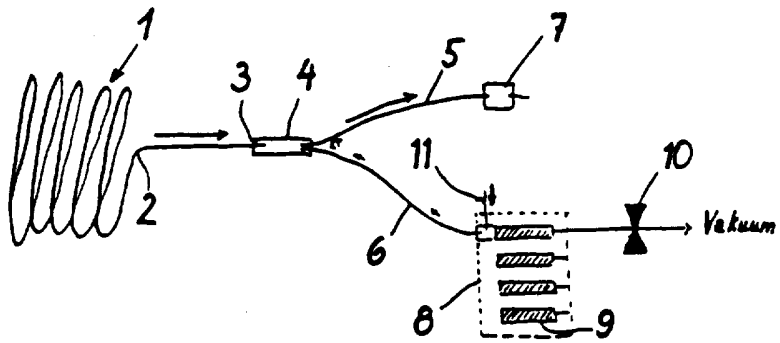


Fig. 1

Opfindelsen angår et apparat til afgrening af gasstrømme, især i et gaschromatografisk anlæg med en til afgang fra en separationssøjle tilsluttet indløbsgren og to fra et forgreningspunkt til efterkoblede anlægsdele førende
5 udløbsgrene.

Der kendes gasstrømskifttere til gaschromatografi, som er anbragt i strømningsvejen mellem to eller flere chromatografiske separationssøjler, og som efter valg muliggør strømning fra en separationssøjle til en eller flere efter-
10 koblede separationssøjler, henholdsvis til en detektor. Omskiftningen af strømningsretningen sker i de kendte apparater af denne art ved tilstedeværelse af hjælpestrømningsveje, hvormed der i de pågældende grene, der skal afspærres, opbygges et overtryk. Princippet i denne strømnings-skiftning
15 er beskrevet i DE patentskrift nr. 1.811.860. Andre strømskiftningsindretninger, der bygger på samme princip, er f.eks. kendt fra DE patentskrift nr. 2.806.123, 2.655.387 og 2.840.612.

Hovedformålet med alle disse kendte apparater er, at
20 tilvejebringe omskiftning af strømningsretningen uden at gasstrømmen, der skal styres, kommer i kontakt med ventiler. Gasstrømmen indeholder nemlig i reglen bestanddele, som kan udfældes i ventilerne. Dette kan dels bevirke, at sådanne ventiler ikke fungerer og dels bevirke at den oprindelige
25 sammensætning af gasstrømmen ændres, og den kvantitative bestemmelse af de i gasstrømmen indeholdte stoffer derved bliver forfalsket. Nogle af de kendte apparater er desuden indrettet med henblik på at forenkles på grund af anvendelsen af hjælpestrømme forholdsvis komplicerede ventilindretninger. Alligevel er der ulemper ved alle disse kendte
30 apparater. F.eks. indføres der forureninger i systemet med hjælpestrømmene. Endnu en ulempe består i, at strømningsdelerne har en temmelig kompliceret opbygning og stadig i betydeligt omfang må drives med ventiler og ventilstyringer.

35 Det er formålet med opfindelsen at tilvejebringe afgrening af gasstrømme på en væsentlig simplere måde end

hidtil.

Dette er ifølge opfindelsen opnået i et apparat af den foran angivne art, som er særpræget ved, at en udløbsgren over en afspærringsventil er forbundet med en indretning, 5 der tilvejebringer et i forhold til trykket i den anden udløbsgren formindsket tryk.

I det følgende beskrives en udførelsesform for apparatet ifølge opfindelsen under henvisning til tegningen, hvor

10 fig. 1 skematisk viser et afgreningsapparat i den ene skiftestilling,

fig. 2 skematisk viser afgreningsapparatet i den anden skiftestilling, og

15 fig. 3 viser et snit gennem en udførelsesform for apparatets opfangningsindretning.

Som det ses af fig. 1 har en gaschromatografisk separationssøjle 1 et udløb 2, der er forbundet med en strømningsdelers 4 indløbsgren 3, således som det nu om stunder er sædvanligt til kapillarsøjler.

20 Den ene udløbsgren 5 er forbundet med en detektor 7, hvorfra gassen strømmer ud under atmosfæretryk. Detektoren tjener på sædvanlig måde til observation af de i gasstrømmen indeholdte komponenter. Den anden udløbsgren 6 fører til en opfangningsindretning 8, som i hovedsagen indeholder en 25 række adsorptionsrør, der skiftevis kan bringes ind i gasstrømmen. På udgangssiden er opfangningsindretningen 8 over en afspærringsventil 10 tilsluttet et vakuum. Afspærringsventilen 10 er en simpel fra/til-ventil, i det foreliggende tilfælde en slangeklemmeventil.

30 På indgangssiden af opfangningsindretningen 8 udmunder en tilgangsledning 11 for skyllegas i udløbsgrenen 6.

I den i fig. 1 viste tilstand er ventilen 10 lukket, således at opfangningsindretningen 8 og udløbsgrenen 6 er afspærret fra vakuumkilden. Den fra separationssøjlen kom- 35 mende gasstrøm kan derfor ikke strømme ind i udløbsgrenen 6, men strømmer til detektoren 7. Desuden ledes gennem til-

gangsledningen 11 en svag skyllegasstrøm ind i udløbsgrenen 6 og strømmer ind i strømningsdeleren 4, hvor den forener sig med hovedstrømmen. Denne svage skyllegasstrøm hindrer, at de fra søjlen i retning mod detektoren strømmende stoffer ved diffusion kan nå ind i opfangningsindretningen og derved bevirke forurening af systemet.

Når et stof, der skal opfanges, dvs. en såkaldt GC-spids, har nået søjleenden 2, omskiftes apparatet til den i fig. 2 viste tilstand. Dette sker ved, at ventilen 10 åbnes. Ved åbning af ventilen opstår der i udløbsgrenen 6 et undertryk i forhold til trykket i udløbsgrenen 5, hvorved gasstrømmen ledes ind i opfangningsindretningen gennem udløbsgrenen 6. Differenstrykket i de to udløbsgrene kan desuden styres ved graden af ventilåbning, således at prøvestrømmen helt eller delvis kan føres til opfangningsindretningen. En del af strømmen kan altså også efter omskiftningen stadig ledes over detektoren og observeres.

Opfangningsindretningen 8 er vist i snit i fig. 3. Den består i hovedsagen af en mekanisme, som holder det nødvendige antal adsorptionsrør (i den foreliggende udførelsesform op til 10) i et langs en cylinderflade ensartet fordelt arrangement, og en drivmekanisme til at bringe ethvert ønsket af rørene ind i strømningsbanen. I den foreliggende udførelsesform er drivmekanismen pneumatisk.

Rørene 9 holdes ved hjælp af egnede holdere 12, 13 i en drejetromle 14. Drejetromlen har et antal hvilestillinger svarende til antallet af rør. I hver hvilestilling befinder et rør sig i den gasstrøm, der kommer fra udløbsgrenen 6, og som gennem en forbindelsesstuds 15 strømmer til vakuumkilden over ventilen 10.

Når stillingen af rørene skal ændres, løftes og drejes drejetromlen 14 ved hjælp af et pneumatisk apparat, som indbefatter et stempel 16 og en trykluftledning 17, hvorved et andet rør kommer ind i gasstrømmen. Den nøjagtige stilling af rørene tilvejebringes ved hjælp af et mekanisk låsesystem.

Ved den skiftende indføring af adsorptionsrør i gas-

strømmen udnyttes fuldt ud fordelen ved strømningsafgrening uden ventilkombinationer og uden hjælpestrømme til omstyring af strømningsretningen.

Strømningsdeleren 4 består af glas og et kvartsglas, 5 der i handelen er kendt under betegnelsen "Fused Silica". Separationssøjlen fremstilles også af disse to materialer. Herved opnår man samme kemiske inertie, således at alle stoffer, som uden at være nedbrudt udskilles i separationssøjlen, 10 intakte når hen til opfangningsindretningen. Ved det fri valg af tværsnittet i de to strømningsgrene forhindres endvidere ethvert tab af separationsydelse. Yderligere understøtter en skyllegasstrøm også strømningshastigheden i kapillarerne, hvilket indvirker positivt både på inertien og på separationsydelsen.

15 Som udførelseseksemplet viser, er apparatet ifølge opfindelsen opbygget væsentligt enklere end de kendte apparater til samme formål. Især kan der anvendes en meget simpelt konstrueret strømningsdeler, hvilket har en gunstig indvirkning både på fremstillingsomkostningerne og på drifts- 20 sikkerheden.

P A T E N T K R A V .

1. Apparat til afgrening af gasstrømme, især i et gaschromatografisk anlæg med en til afgang (2) fra en separationssøjle (1) tilsluttet indløbsgren (3) og to fra et
5 forgreningspunkt til efterkoblede anlægsdele førende udløbsgrene (5,6), k e n d e t e g n e t ved, at en udløbsgren (6) over en afspærringsventil (10) er forbundet med en indretning, som tilvejebringer et i forhold til trykket i den anden udløbsgren (5) formindsket tryk.

10 2. Apparat ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at den første udløbsgren (6) er forbundet med en tilgangsledning (11) for skyllegas.

3. Apparat ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at der i den første udløbsgren (6) mellem forgreningspunktet
15 og afspærringsventilen (10) er anbragt en opfangningsindretning (8).

4. Apparat ifølge krav 3, k e n d e t e g n e t ved, at opfangningsindretningen (8) indeholder et antal adsorptionsrør (9), der skiftevis kan indkobles i strømnings-
20 vejen.

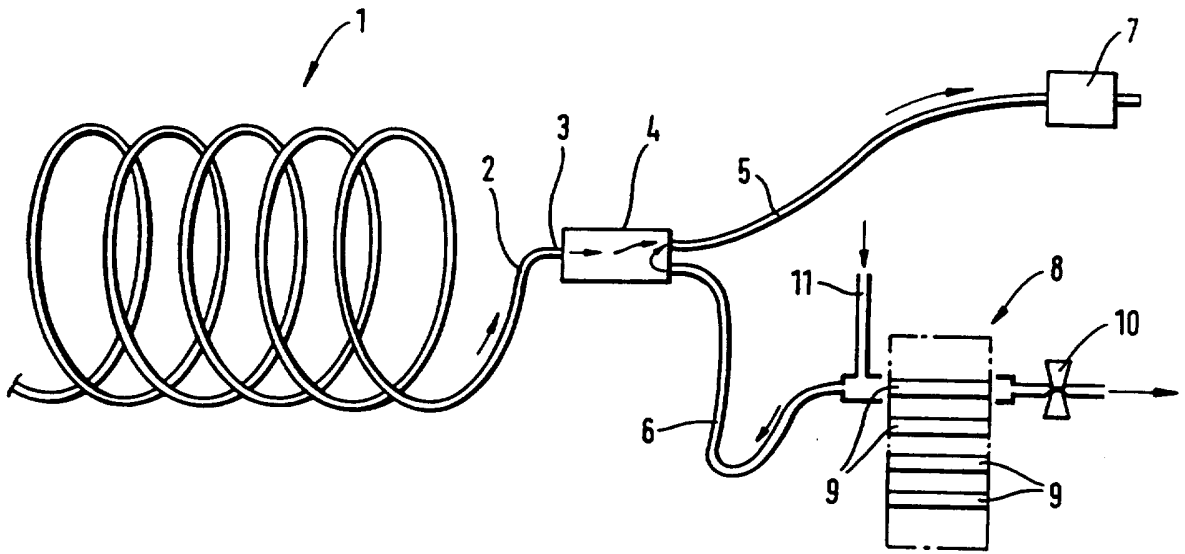


Fig.1

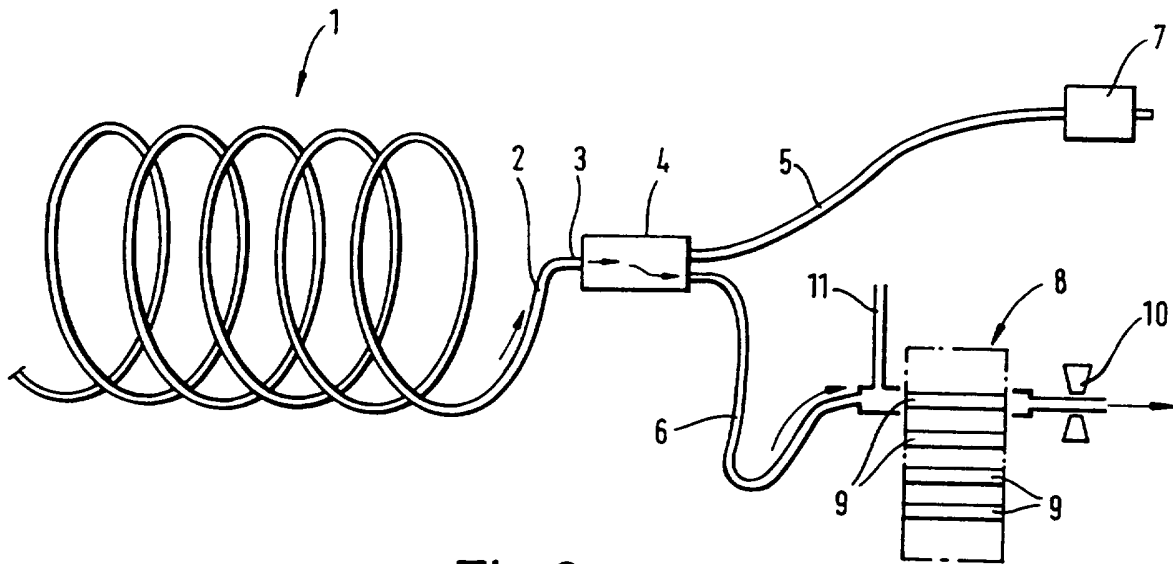
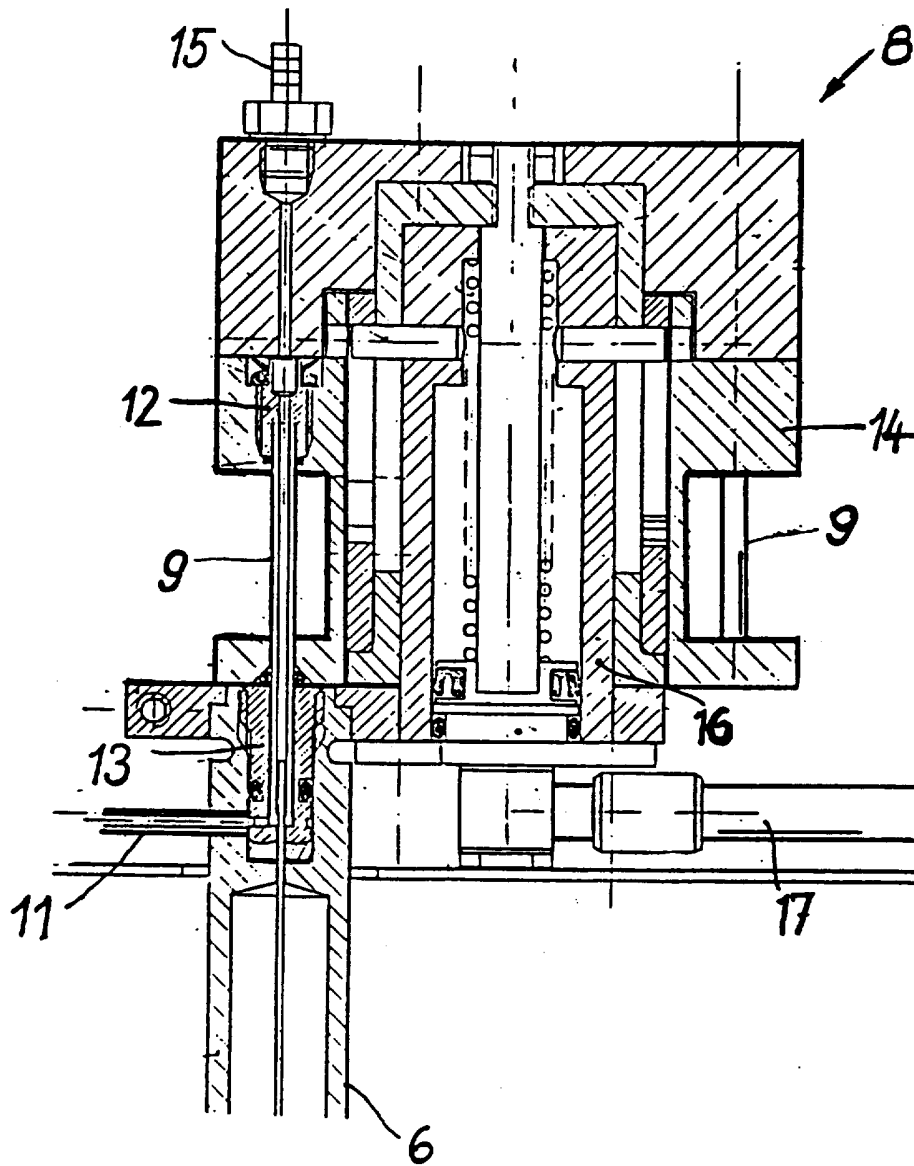


Fig.2

*Fig. 3*