

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

89 764

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 21.12.74 (P. 176 767)

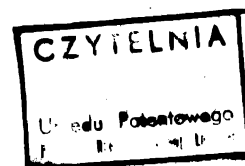
Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 01.12.75

Opis patentowy opublikowano: 30.08.1977

MKP G01n 31/08

Int. Cl.² G01N 31/08



Twórca wynalazku: Aleksandra Rusin

Uprawniony z patentu: Główny Instytut Górnictwa, Katowice (Polska)

Aparat do mikroskalowego, elucyjnego rozdziału hydrogenizatów węglowych

Przedmiotem wynalazku jest aparat do mikroskalowego, elucyjnego rozdziału hydrogenizatów węglowych na główne klasy węglowodorów.

Hydrogenizaty węglowe stanowiące surowiec do otrzymywania paliw płynnych z węgla, są złożonymi mieszaninami wysokowrzących i poliskondensowanych węglowodorów aromatycznych, naftenowych i parafinowych, o nieznanym składzie jakościowym i ilościowym.

Badania składu hydrogenizatów węglowych, niezbędne dla opracowania optymalnych warunków technologicznych otrzymywania z węgla paliw płynnych, prowadzi się w aparatach do elucyjnego rozdziału. Znane dotychczas aparaty, do elucyjnego rozdziału zawierają kolumny wykonane z różnych materiałów w kształcie walców o najrozmaitszych wymiarach. W takich aparatach próbkę hydrogenizatu węglowego wprowadza się u góry kolumny i frakcjonuje stosując nadciśnienie lub u dołu kolumny poprzez zbiorniki i krany stosując do jej rozdziału podciśnienie.

W trakcie badań prowadzonych aparatami z górnym wprowadzeniem próbki do kolumny, w adsorbencji tworzą się różnego rodzaju „uprzywilejowane” kanaliki wyłączające część absorbenta z rozdziału, co w konsekwencji prowadzi do dużych błędów w analizie. Stosowanie aparatów z dolnym wprowadzeniem próbki do kolumny eliminuje wprawdzie możliwość tworzenia się „uprzywilejowanych” kanałków w adsorbencji, jednak część próbki wprowadzanej poprzez zbiorniczek i kran, dostaje się zawsze pomiędzy szlify kranu, powodując duże różnice w oznaczeniach ilościowych. Ma to bardzo istotne znaczenie zwłaszcza w przypadku operowania małymi objętościami próbek, gdy minimalna strata próbki prowadzi do bardzo dużych błędów. Ponadto z obawy przed zanieczyszczeniem próbki, nie pokrywa się kranów żadnymi smarami. Powoduje to nieszczelność kranów i stwarza konieczność stosowania bardzo wysokiej próżni dla przeciągnięcia eluentu przez kolumnę, co z kolei jest przyczyną bardzo gwałtownego parowania eluatów w odbieralnikach.

Celem wynalazku jest opracowanie takiego aparatu do mikroskalowego, elucyjnego rozdziału hydrogenizatów węglowych, któryby wyeliminował powyższe wady i niedogodności

Cel ten został osiągnięty za pomocą aparatu według wynalazku, zawierającego rozdzielającą kolumnę w kształcie zbliżonym do litery „U”. Krótsze ramię kolumny do wprowadzania próbki hydrogenizatu węglowego

jest zaopatrzone w zamykający korek i połączone poprzez krany ze zbiornikami eluentów. Dłuższe ramie kolumny jest zakończone odbierającą nasadką i kolektorem frakcji.

Taki aparat do mikroskalowego, elucyjnego rozdziału hydrogenizatów węglowych, jest prosty w konstrukcji i obsłudze. Zastosowanie w aparacie kolumny w kształcie zbliżonym do litery „U” umożliwia wprowadzanie próbki hydrogenizatu węglowego bezpośrednio na dolną powierzchnię adsorbenta z pominięciem dotychczasowych zbiorników próbek i kranów. Pozwala to na uniknięcie błędów analizy wynikających ze strat próbek. Dołączenie do kolumny poprzez krany zbiorników eluentów, zamiast jednego zbiornika oddzielonego od kolumny jednym kranem, umożliwia ciągłe prowadzenie procesu elucji w przypadkach konieczności kilkukrotnej zmiany rozpuszczalników. Ponadto aparat może pracować z podciśnieniem lub nadciśnieniem, przy czym zastosowanie nadciśnienia ułatwia znacznie utrzymanie stałego przepływu eluentu przez kolumnę i bardzo istotnie zmniejsza gwałtowność parowania eluatów w kolektorach frakcji oraz dodatkowo usuwa problemy związane z dokładnym dopasowywaniem wszystkich połączeń szlifowych.

Przedmiot wynalazku jest uwidoczniony w przykładowym wykonaniu na rysunku w widoku z przodu.

Jak uwidoczniono na rysunku, wykonany ze szkła aparat do mikroskalowego, elucyjnego rozdziału hydrogenizatów węglowych, jest zaopatrzony w osadzoną na płycie rozdzielącej kolumnę 1, mającą kształt zbliżony do litery „U” o ramionach różnej długości. Krótsze ramie kolumny 1 jest zamykane korkiem 2 i połączone odpowiednio poprzez krany 3, 4, 5, 6 z dwoma zbiornikami 7, 8 eluentów, natomiast jej dłuższe ramie jest zakończone odbierającą nasadką 9 i kolektorem 10 frakcji.

Badanie składu hydrogenizatów węglowych tak skonstruowanym aparatem, prowadzi się w sposób następujący. Przy zamkniętych kranach 3, 5 napełnia się kolumnę 1 18 g tlenu glinu o wymaganej aktywności, przykrywając górną i dolną powierzchnię adsorbenta korkami z waty. Tak przygotowaną kolumnę 1 mocuje się za pomocą uchwytów na płycie, łącząc jej krótsze ramie z zamkniętymi u dołu kranami 4, 6 zbiornikami 7, 8 eluentów, a dłuższe z odbierającą nasadką 9 i kolektorem 10 frakcji. Następnie za pomocą pipety wprowadza się odpowiednią ilość próbki bezpośrednio na dolną powierzchnię adsorbenta. Po wchłonięciu całej ilości próbki, zamyka się dokładnie krótsze ramie kolumny 1 korkiem 2, otwiera obydwie krany 3, 4 zbiornika 7 eluentów, podłącza odpowiednie ciśnienie azotu i prowadzi elucję badanej próbki z jednoczesnym odbieraniem w kolektorze 10 2 ml porcji eluatu. Zmianę eluenta przeprowadza się przez zamknięcie kranów 3, 4 zbiornika 7 i otwarcie kranów 5, 6 zbiornika 8. W przypadku konieczności stosowania kilku rozpuszczalników w jednym procesie elucji wyjmuje się z aparatu zbiornik 7 przy zamkniętych kranach 3, 4 i wylewa pozostały eluent, a po przemyciu napełnia się go odpowiednim eluentem i ponownie wstawia do aparatu, nie przerywając elucji prowadzonej w tym czasie eluentem ze zbiornika 8.

Zastrzeżenie patentowe

Aparat do mikroskalowego, elucyjnego rozdziału hydrogenizatów węglowych zawierający rozdzielającą kolumnę wypełnioną adsorbentem, z n a m i e n n y t y m, że rozdzielająca kolumna (1) ma kształt zbliżony do litery „U”, której krótsze ramie do wprowadzania próbki hydrogenizatu węglowego jest zaopatrzone w zamykający korek (2) i połączone poprzez krany (3, 4, 5, 6) ze zbiornikami (7, 8) eluentów, natomiast dłuższe ramie jest zakończone odbierającą nasadką (9) i kolektorem (10) frakcji.

