



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

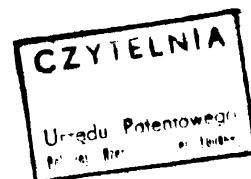
Int. Cl.³ G01N 31/08
G01N 33/00

Zgłoszono: 11.09.81 (P. 232988)

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 05.07.82

Opis patentowy opublikowano: 30.06.1984



Twórcy wynalazku: Andrzej Konopczyński, Andrzej Siedlecki

Uprawniony z patentu tymczasowego: Przemysłowy Instytut Motoryzacji,
Warszawa (Polska)

Mikroreaktor przepływowy

Przedmiotem wynalazku jest mikroreaktor przepływowy, przeznaczony do analizy cieczy i gazów na zawartość wody.

Znany z publikacji H.S. Knighta i F.T. Weissa w „Analytical Chemistry” 34, 749 (1962) reaktor zawiera rurkę wypełnioną węglikiem wapnia, która włączona jest między dozownik chromatografu i kolumnę chromatograficzną. Gaz nośny suszony jest w suszce wstępnej. Reaktor pracuje w systemie ciągłym.

Znany reaktor nie ma zabezpieczenia przed wprowadzeniem wilgoci podczas dozowania badanej próbki. Wilgość wprowadzona do reaktora wywołuje zaburzenia podczas analizy oraz uniemożliwia przedłużenie czasu reakcji. Gaz nośny suszony jest mało skutecznie, zaś sam reaktor stanowi martwą przestrzeń w stosunku do kolumny chromatograficznej.

Powyższe niedogodności usuwa mikroreaktor według wynalazku, w którym blok dozownika połączony jest blokiem zaworów iglicowych z reaktorem rurkowym i drogą odpływu stanowiącą rurkę boczną, które z kolei połączone są innym blokiem zaworów iglicowych z kolumną suszącą, zaworem trójdrożnym i pompą próżniową. Blok dozownika zawiera dozownik cieczy lub gazu z dwoma elastycznymi membranami, między którymi utworzona jest komora zabezpieczająca przed wilgocią. Do komory tej dołączone są króćce gazu pomocniczego. Na korpusie dozownika umieszczone są elementy grzejne, zaś na jego osłonie zamocowana jest termopara.

Zaletą mikroreaktora według wynalazku jest wyeliminowanie wpływu otoczenia podczas dozowania próbki dzięki zastosowaniu grzanego dozownika dwumembranowego. Reaktor rurkowy posiada drogę odpływu gazu, który umożliwia wyłączenie tego reaktora z chromatografu i włączenie go po dowolnym czasie bez przerywania strumienia gazu nośnego. Reaktor ma ponadto możliwość ewakuacji gazu ze swojej objętości bez zakłócania strumienia gazu nośnego. Pozwala to na oczyszczenie reaktora i zmniejszenie wpływu jego martwej przestrzeni, gdy próbka dozowana jest okresowo do opróżnionego z gazu reaktora. Mikroreaktor przepływowy może pracować zarówno przy ciągłym przepływie gazu nośnego jak i w systemie odłączania i włączania go do układu chromatografu, co pozwala na dowolne przedłużanie czasu reakcji.

Przedmiot wynalazku jest uwidoczniony w przykładzie wykonania na rysunku, na którym fig. 1 przedstawia schemat mikroreaktora, fig. 2 — dozownik cieczy lub gazu w półwidoku pół-

przekroju, fig. 3 — blok zaworów iglicowych, a fig. 4 — blok zaworów iglicowych w przekroju A-A.

Mikroreaktor przepływowy zawiera blok dozownika 1 połączony blokiem zaworów iglicowych 2 z reaktorem rurkowym 3 i drogą opływu, którą stanowi rurka bocznikowa 4. Reaktor rurkowy 3 i droga opływu połączone są blokiem zaworów iglicowych 5 z kolumną suszącą 6, zaworem trójdrożnym 7 i pompą próżniową 8. Blok dozownika 1 połączony jest również z kolumnami suszącymi 9 i panelem regulatora przepływu chromatografu 10.

Blok dozownika 1 zawiera dozownik cieczy lub gazu 11, do którego dołączona jest kolumna 12 susząca. Dozownik cieczy lub gazu 11, przedstawiony na fig. 2, zbudowany jest z korpusu 13, w którego górną część wkręcona jest tuleja 14 z nakrętką 15. Między górną częścią tulei 14 i nakrętką 15 zaciśnięta jest membrana elastyczna 16, zaś między dolną częścią tulei 14 i korpusem 13 zaciśnięta jest druga elastyczna membrana 17. Między tymi membranami utworzona jest komora 18 zabezpieczająca przed wilgocią, do której dołączone są króćce gazu pomocniczego 19. W górnej części korpusu 13, poniżej membrany 17, znajduje się rurka gazu nośnego 20. Na środkowej części tego korpusu umieszczony jest element grzejny 21, stanowiący drut oporowy w izolacji połączony z autotransformatorem. Na korpus 13 nakręcona jest osłona 22 z zamocowaną na niej termoparą 23, do której dołącza się miernik temperatury.

Blok zaworów iglicowych 2 składa się z dwóch zaworów iglicowych dwójnika GD-1. Blok zaworów iglicowych 5, przedstawiony na fig. 3 i fig. 4, stanowi korpus 24 z trzema kanałami, w których umieszczone są iglice 25 z pokrętkami 26. Iglice te uszczelnione są w kanałach uszczelnkami pierścieniowymi 27. Kanały zamknięte są pokrywami zaworów 28 nałożonymi na korpus 24. W korpusie tym, prostopadle do kanałów, usytuowany jest reaktor rurkowy 3 wypełniony węglikiem wapniowym i uszczelniony w nim uszczelką 29. Kanały połączone są otworem z rurką 30 łączącą je z kolumną chromatograficzną. Rurka ta zamocowana jest w korpusie 24 za pomocą złączki 31 i uszczelniona w nim uszczelką baryłkową 32. Do dolnego kanału doprowadzona jest rurka bocznikowa 4 zamocowana w korpusie 24 za pomocą złączki 33 i uszczelniona uszczelką baryłkową 34. W korpus 24 wkręcony jest króciec do wysysania próżni 35.

Zamykanie kanałów iglicami 25 umożliwia kierowanie gazu nośnego lub poreakcyjnego kolejno drogą opływu lub przez reaktor rurkowy 3 z jednoczesną możliwością ewakuacji gazu z objętości tego reaktora bez przerywania strumienia gazu nośnego podawanego na chromatograf.

Działanie mikroreaktora według wynalazku jest następujące: gaz nośny, po wysuszeniu w kolumnach suszących 9, przepływa przez dozownik cieczy lub gazu 11, a po przepłynięciu przez reaktor rurkowy 3 lub rurkę bocznikową 4, wpływa na kolumnę chromatograficzną i następnie na detektor np. płomieniowo-jonizacyjny. Gaz pomocniczy suszony jest w kolumnie suszącej 12, po czym przepływa między membranami 16 i 17 dozownika cieczy lub gazu 11.

Dozowanie próbki wykonuje się strzykawką, której igłą przebija się napierw membranę 16, a po wysuszeniu tej igły w strumieniu gazu pomocniczego, przebija się membranę 17. Dozowana próbka odparowuje w dozowniku cieczy lub gazu 11 i wpływa do reaktora rurkowego 3. Reaktor ten może pracować dwójako. Reakcję prowadzi się podczas ciągłego przepływu strumienia gazu nośnego lub próbkę dozuje się do reaktora rurkowego 3, z którego uprzednio ewakuuje się gaz, po czym reaktor ten odcina się od strumienia gazu nośnego, który płynie w tym przypadku drogą opływu. Po zakończeniu reakcji włącza się reaktor rurkowy 3 do strumienia gazu nośnego, co powoduje sprężenie powstałych gazów i zmniejszenie przestrzeni martwej tego reaktora. Następnie gaz reakcyjny wpływa do kolumny chromatograficznej, na której następuje jego rozdział analityczny. Wypływające substancje oznaczane są ilościowo za pomocą detektora np. płomieniowo-jonizacyjnego. Powstający sygnał elektryczny, po wzmocnieniu w układzie elektrometru, rejestrowany jest na rejestratorze taśmowym.

Zastrzeżenie patentowe

Mikroreaktor przepływowy, zawierający reaktor rurkowy, kolumny suszące i bloki zaworów iglicowych, **znamienny tym**, że blok dozownika (1) połączony jest blokiem zaworów iglicowych (2) z reaktorem rurkowym (3) i drogą opływu stanowiącą rurkę bocznikową (4), które z kolei połączone

są blokiem zaworów iglicowych (5) z kolumną suszącą (6), zaworem trójdrożnym (7) i pompą próżniową (8), przy czym blok dozownika (1) zawiera dozownik cieczy lub gazu (11) z dwoma elastycznymi membranami (16, 17), między którymi utworzona jest komora (18) zabezpieczająca przed wilgocią, do której dołączone są króćce gazu pomocniczego (19), natomiast na korpusie (13) tego dozownika umieszczone są elementy grzejne (21), zaś na jego osłonie (22) zamocowana jest termopara (23).

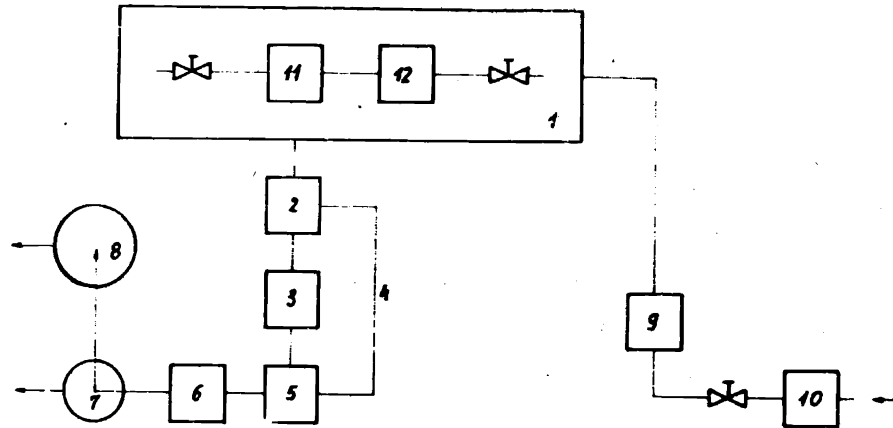


Fig. 1

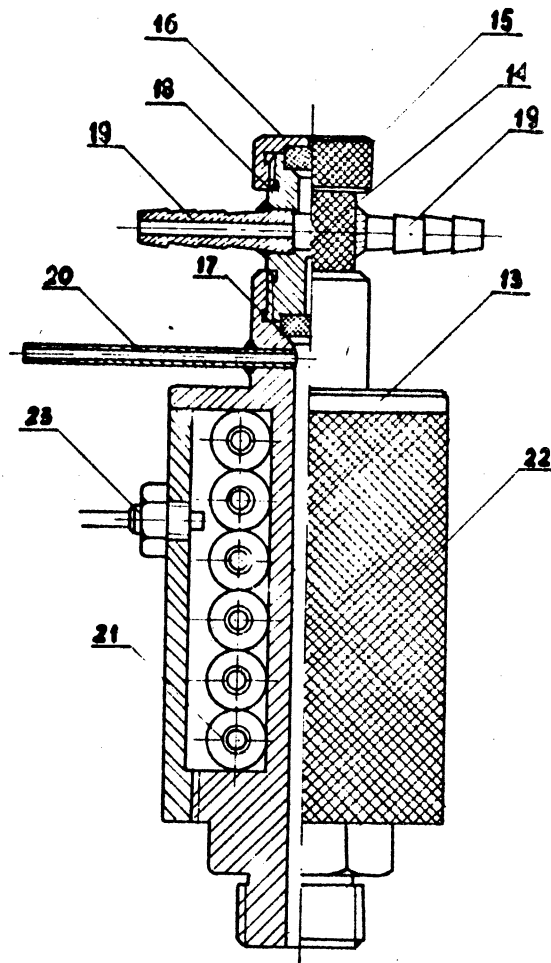


Fig. 2

