



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

204139

(11) (B1)

(22) Přihlášeno 28 12 75
(21) (PV 2134-77)

(40) Zveřejněno 31 07 80

(45) Vydáno 15 12 83

(51) Int. Cl.³
G 01 N 7/06
G 01 N 31/08

(75)

Autor vynálezu

FRANC JAROSLAV ing. CSc., PARDUBICE

(54) Zařízení k stanovení poměru uhlíku k síře plynovou chromatografií

1

Předmětem vynálezu je zařízení k stanovení poměru uhlíku k síře plynovou chromatografií.

Plynové chromatografie se v posledních letech používá také k elementární analýze organických látek, v malé míře i zjištění obsahu síry. V literatuře popisovaná elementární analýza, při které se zjišťuje obsah síry, se však týká čistých látek a plynová chromatografie je použita pouze jako prostředek pro oddělení spalných produktů po destrukci zkoušené látky. Tak například E. P. Chicherina (Dokl. Akad. Nauk Uzb. SSR 28, /1971/ 39) spaluje látku při 1000 °C a plynovou chromatografií rozděluje kysličník siřičitý od kysličníku uhličitého vzniklého z uhlíku a acetyleny vzniklého z vody reakcí s karbidem vápníku. Voda je produktem reakce mezi vodíkem a kyslíkem v molekule. M. N. Čumačenko a N. N. Aleksejeva v časopise Izv. Akad. Nauk SSSR, Ser. Chim. (1969) 964, uveřejnili práci, ve které rovněž stanovují poměr uhlíku k síře spálením organické látky a chromatografickým spalných produktů. P. W. H. Schuessler v Journal Chromat. Sci. 7 (1969) 763 spaluje látku v čistém kyslíku a kysličník siřičitý odděluje od ostatních spalných zplodin chromatograficky. S. Mesarić (Croat. Chem. Acta 42/1970/ 13, Anal. Abstr. 20 /1971/ 236) stanovuje sí-

2

ru vedle kyslíku oxidací na manganistanu stříbrném, kde se oxiduje kysličník uhelnatý na uhličitý a síra na karbonylsulfid a sirouhlík. Jiným způsobem jak citlivěji zjišťovat látky přítomné v chromatografované směsi a obsahující síru jsou speciální detektory, které jsou citlivé na přítomnost tohoto prvku v molekule ve srovnání s přítomností jen uhlíku, vodíku nebo kyslíku. Jsou to hlavně plamenofotometrické detektory, které jsou kromě toho citlivé na přítomnost fosforu. Jiným selektivním detektorem pro síru je například elektrolytický detektor. Metoda, která by umožňovala jednak identifikovat na chromatogramu pík náležející látce obsahující síru a současně určit poměr mezi sírou a uhlíkem, doposud neexistuje.

Zařízení k provádění způsobu podle tohoto vynálezu sestává z tlakové láhve, k níž je připojen sušič plynu, manostat a manometr, na který je dále připojena přes komůrky detektorů chromatografická kolona opatřená dávkovacím zařízením a hydrogenní píčka, přičemž mezi píckou a první detektor je umístěn první absorbér, mezi oběma detektory je umístěn druhý absorbér a oba detektory jsou dále spojeny se zapisovačem.

Na připojeném výkrese je znázorněno za-

řízení podle vynálezu využívající plynového chromatografu. K tlakové láhvi 1 je připojen sušič 2 plynu, na který dále navazuje manostat 3 a manometr 4. Na manometr 4 je napojena přes srovnávací komůrky detektorů 7 a 8 chromatografická kolona 6, opatřená dávkovacím zařízením 5, dále hydrogenační píčka 9. Mezi píckou 9 a první detektor 7 je umístěn první absorbér 10 a mezi oba detektory 7 a 8 je vložen druhý absorbér 11. Detektory 7 a 8 jsou spojeny se zapisovačem 12. K detektoru 8 je dále připojen průtokoměr 13.

Funkce zařízení je následující: do proudy nosného plynu, v tomto případě vodíku, který se vede z tlakové láhve 1 přes sušič 2 plynu, manostat 3, manometr 4 a srovnávací komůrky detektorů 7 a 8, se dávkuje dávkovacím zařízením 5 s výhodou injekční stříkačkou, směs látek, které se na chromatografické koloně 6 rozdělí. Po rozdělení proudou čisté složky hydrogenační píckou 9, která je naplněna platinovou sítinou zahřátou na teplotu 800 °C. Na této síti se každá složka nejprve pyrolyzuje a pak hydrogenuje, přičemž vznikají metan, sirovodík,

popřípadě voda, amoniak. Mezi hydrogenační píckou 9 a první detektor 7 je zapojen první absorbér 10 naplněný chloristanem hořečnatým a kysličníkem fosforečným, které absorbují jednak vodu a jednak amoniak, takže do prvního detektoru 7 vstupuje směs metanu a sirovodíku. Druhý absorbér 11, který je umístěn mezi prvním detektorem 7 a druhým detektorem 8 je naplněn nátrovným azbestem a absorbuje sirovodík, takže druhý detektor 8 zaznamenává jenom množství metanu. Signály z obou detektorů 7 a 8 se vedou na zapisovač 12 — elektronický kompenzační milivoltmetr, který oba zaznamenává. Z poměru ploch vymezených chromatografickými vlnami náležejícími jednak metanu a sirovodíku a jednak sirovodíku, lze vypočítat poměr uhlíku k síře. Ke kalibraci se použije známá organická látka obsahující síru, která se nadávkuje do chromatografu.

Zjištěný poměr uhlíku k síře se použije jednak pro identifikaci píků na chromatogramu a jednak pro zjištění elementárního složení příslušné komponenty.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Zařízení k stanovení poměru uhlíku k síře plynovou chromatografií, vytvořené tlakovou láhví, k níž je připojen sušič plynu, manostat a manometr, vyznačené tím, že k manometru (4) je připojena přes komůrky detektorů (7 a 8) chromatografická kolona (6), opatřená dávkovacím zařízením (5) a hydroge-

nační píčka (9), přičemž mezi píckou (9) a první detektor (7) je umístěn první absorbér (10), mezi oběma detektory (7 a 8) je umístěn druhý absorbér (11) a oba detektory (7 a 8) jsou spojeny se zapisovačem (12).

1 list výkresů

