



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 25.IX.1965 (P. 110 991)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 20.V.1967

Kl. 42 1, 3/09

MKP G 01 n

UKD

Współtwórcy wynalazku: dr Kazimierz Ostrowski, mgr inż. Jan Lasa

Właściciel patentu: Akademia Górniczo-Hutnicza (Katedra Fizyki II (Instytut Techniki Jądrowej), Kraków (Polska))

**Sposób pomiaru ilościowego składników rozdzielonych
na kolumnie chromatograficznej oraz proporcjonalny licznik
przepływowy do stosowania tego sposobu**

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób pomiaru ilościowego składników rozdzielonych na kolumnie chromatograficznej oraz proporcjonalny licznik przepływowy, służący do stosowania tego sposobu.

Pomiary za pomocą chromatografii gazowej wymagają detektorów. Działanie detektorów chromatograficznych opiera się na wykorzystaniu fizycznych własności gazów, na przykład na przewodnictwie cieplnym, stałej dielektrycznej, ciężarze właściwym, własnościach jonizacyjnych i innych. Znane detektory, oparte na procesach jonizacyjnych, to detektory płomieniowo-jonizacyjne, w których badane składniki są spalane w płomieniu wodoru, lub detektory radiojonizacyjne, zwane też beta-jonizacyjnymi, w których czynnikiem jonizującym jest promieniowanie β emitowane przez preparaty promieniotwórcze.

Znane są różne rodzaje detektorów radiojonizacyjnych, w których są wykorzystywane odpowiednio wybrane do danej analizy procesy fizyczne, związane z jonizacją. Przykładowo detektory rekombinacyjne opierają się na procesie rekombinacji jonów, natomiast detektory argonowe polegają na jonizacji badanych składników w zjawisko Penninga, a w detektorach ruchliwości są wykorzystywane zmiany ruchliwości elektronów, zaś tak zwany detektor przekroju czynnego opiera się na różnicach w przekrojach czynnych na jonizację.

2

Detektory radiojonizacyjne są to najczęściej proporcjonalne liczniki przepływowe składające się z korpusu, w którym jest rozciągnięty drut jako anoda i który to korpus wyposażony jest w dwa króćce dla przepływu gazu nośnego wraz z mierzonymi składnikami.

We wszystkich detektorach radiojonizacyjnych jako źródło promieniowania stosuje się preparaty promieniotwórcze o aktywności od 10 mC do 500 mC, zawierające tryt, stront ^{90}Sr , krypton ^{85}Kr lub promet ^{147}Pr , które w detektorach argonowych są umieszczone na jednej z elektrod.

Stosowanie w detektorach argonowych silnych źródeł promieniotwórczych powoduje znaczne zagrożenie radiologiczne dla obsługi i otoczenia.

W opisanych detektorach argonowych uzyskuje się sygnały prądowe o zakresie 10^{-8} do 10^{-12} A, co powoduje konieczność stosowania kosztownych wysokostabilnych elektrometrów dynamicznych.

Tych wad nie ma sposób pomiaru ilościowego składników rozdzielonych na kolumnie chromatograficznej oraz proporcjonalny licznik przepływowy do stosowania tego sposobu, według wynalazku, cechujący się bardzo małą objętością czynną, wewnątrz której jest umieszczony preparat promieniujący cząstki beta o aktywności rzędu kilku μC , przy czym anoda z rozciągniętego cienkiego drutu pełni tylko rolę elektrody zbiorczej. Licznik pracuje z wewnętrznym wzmocnieniem gazowym zależnym od składu gazu, przy czym

jest włączony do typowego układu pomiarowego, składającego się ze wzmacniacza, integratora liniowego, rejestratora samopiszącego i stabilizowanego zasilacza wysokonapięciowego.

Pomiar ilościowy składników rozdzielonych na kolumnie chromatograficznej przeprowadza się za pomocą rejestracji częstości zliczeń tegoż licznika, który spełnia rolę detektora rozdzielonych składników.

Proporcjonalny licznik przepływowy według wynalazku zawiera w małej objętości czynnej preparat promieniotwórczy, którego promieniowanie skierowane jest do objętości czynnej tegoż licznika. Licznik uwidocznił w przykładowym rozwiązaniu na rysunku, na którym fig. 1 przedstawia licznik w przekroju podłużnym a fig. 2 — schemat blokowy układu pomiarowego.

W korpusie 1 licznika jest umieszczony rozciągnięty drut wolframowy 2 stanowiący anodę tegoż licznika (fig. 1). Drut 2 jest zamocowany jednym końcem w wysokonapięciowe złącze 3, drugim zaś końcem jest zamocowany za pośrednictwem sprężyny 4 w izolatorze 5. Do korpusu 1 jest wkręcony wkręt 6, na którym jest umieszczony promieniotwórczy preparat 7 o aktywności około 10 μC , którego promieniowanie jest skierowane do objętości czynnej licznika. Gaz nośny, na przykład argon, neon lub hel, wraz z mierzonymi składnikami jest doprowadzany do licznika poprzez króciec 8 a odprowadzany poprzez króciec 9.

Powstałe w przepływowym liczniku 10, pracującym w zakresie proporcjonalnym według wynalazku, impulsy napięciowe są doprowadzane poprzez przedwzmacniacz 11 do wzmacniacza 12 a po wzmocnieniu ich ilość zostaje zsumowana w czasie w integratorze 13 (fig. 2). Na wyjściu z integratora 13 znajduje się rejestrator 14, rejestrujący średnią ilość impulsów. Licznik 10 jest zasilany napięciem ze stabilizowanego zasilacza 15.

W przepływającym przez licznik gazie nośnym preparat promieniotwórczy 7 powoduje powstanie pewnej ilości impulsów, które są rejestrowane przez integrator 13, dając na rejestratorze 14 linię odpowiadającą tak zwanemu poziomowi zerowemu. Pojawianie się kolejne w strumieniu gazu nośnego, rozdzielonych na kolumnie chromatograficznej składników powoduje wzrost lub spadek ilości impulsów rejestrowanych przez integrator 13 zależnie od własności fizycznych tych składników.

Przykład I. Do pomiaru ilościowego składników, rozdzielonych na kolumnie chromatograficznej, użyto neonu jako gazu nośnego o prędkości przepływu $v = 30 \text{ cm}^3/\text{min}$; przy zakresie integratora wynoszącym 10 000 imp/sek i stałej czasowej = 1,5 sek, poziomie dyskryminacji = 10 V. Napięcie zasilające licznik proporcjonalny wynosiło 850 V, wzmocnienie wzmacniacza = 50 dB a poziom zerowy = 9 500 imp/sek.

Dla próbki powietrza o objętości 10 μl , rozdzie-

lonej na kolumnie chromatograficznej wypełnionej sitem cząsteczkowym 5 A, uzyskano:

dla tlenu — spadek częstości zliczeń do 7 000 imp/sek

dla azotu — spadek częstości zliczeń do 4 000 imp/sek

Przykład II. Do pomiaru ilościowego składników, rozdzielonych na kolumnie chromatograficznej, użyto argonu jako gazu nośnego o prędkości przepływu $v = 20 \text{ cm}^3/\text{min}$, przy zakresie integratora wynoszącym 10 000 imp/sek i stałej czasowej = 1,5 sek, poziomie dyskryminacji = 45 V, oraz napięciu zasilającym licznik proporcjonalny 1 400 V. Dla próbki o objętości 10 μl , zawierającej etan, izopentan i pentan, rozdzielonej na kolumnie chromatograficznej o długości 15 m wypełnionej silikazalem, uzyskano:

dla etanu — wzrost częstości zliczeń do 18 000 imp/sek

dla izopentanu — wzrost częstości zliczeń do 15 000 imp/sek

dla pentanu — wzrost częstości zliczeń do 16 000 imp/sek

Dzięki zastosowaniu w liczniku według wynalazku preparatu promieniotwórczego o bardzo małej aktywności unika się stosowania w detektorach źródeł z preparatami trytowymi o dużej aktywności, niebezpiecznymi dla otoczenia. Zastosowana przy tym aparatura pomiarowa jest łatwo dostępna w każdym laboratorium fizyki jądrowej i w pełni zastępuje kosztowne i trudno dostępne elektrometry dynamiczne. Uzyskany zaś pomiar ilościowy składników rozdzielonych na kolumnie chromatograficznej jest bardzo dokładny, gdyż czułość detekcji impulsowej nie ustępuje czułości innych metod pomiarowych.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób pomiaru ilościowego składników rozdzielonych na kolumnie chromatograficznej, **znamienny tym**, że pomiaru ilościowego składników dokonuje się za pomocą rejestracji częstości impulsów proporcjonalnego licznika przepływowego jako detektora tych składników.
2. Proporcjonalny licznik przepływowy do pomiaru ilościowego składników rozdzielonych na kolumnie chromatograficznej według zastrz. 1, składający się z korpusu, w którym jest umieszczony rozciągnięty drut jako anoda, który to korpus jest wyposażony w dwa króćce dla przepływu gazu nośnego wraz z mierzonymi składnikami, **znamienny tym**, że w małej objętości czynnej licznika jest umieszczony promieniotwórczy preparat (7), którego promieniowanie jest skierowane do objętości czynnej tegoż licznika.

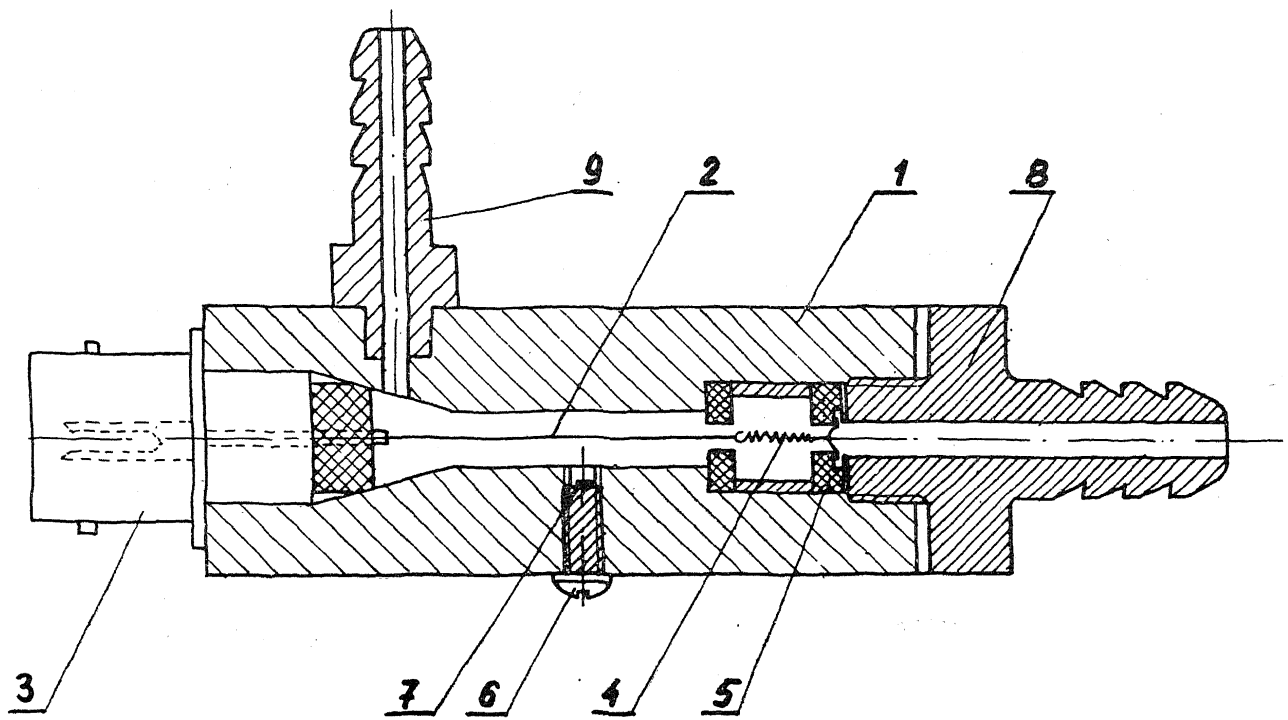


fig. 1.

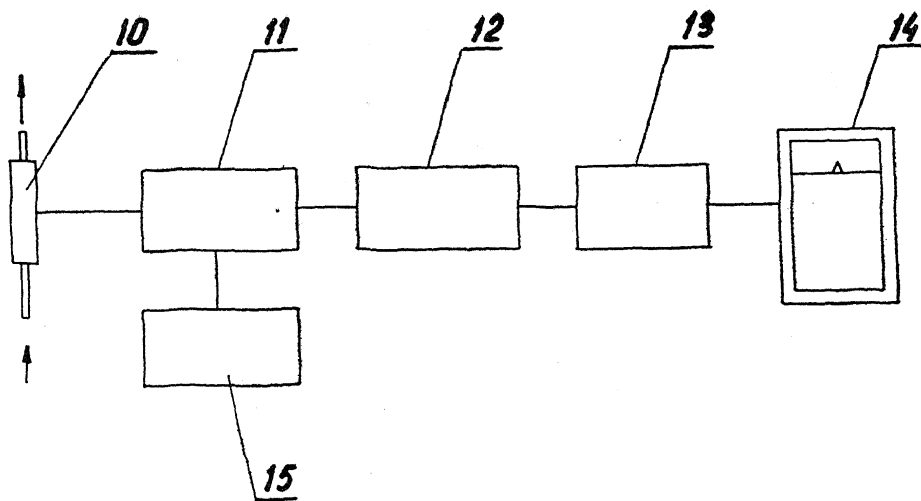


fig. 2.

