

EXPERIMENTÁLNA TECHNIKA

IZOCHORICKÝ DÁVKOVAČ PLYNOV

JÁN JANDA

Výskumný ústav acetylénovej chémie v Novákoch

Pri laboratórnych prácach s plynmi, ako je napr. aplikácia chromatografie plyn—kvapalina, výskum katalytických procesov a mnoho iných prípadov, často sa vyžaduje priviesť do pretlakového systému ďalšie množstvo plynu. V tom prípade sa obvykle pri normálnom tlaku odmeria plyn v byrete za použitia ortuti ako uzavieracej kvapaliny. Takto odmeraný plyn sa do aparatury privedie tým spôsobom, že sa buď zvýšením hladiny ortuti v pomocnej nádobke plyn do aparatury natlačí, alebo sa použije obtokový systém s niekoľkými pomocnými ventilmi (1). Najväčším nedostatkom takýchto metód dávkovania plynov v prietokových systémoch je náhla a pritom z prípadu na prípad nepravidelná zmena tlaku v pokusnej aparature. Náhla zmena tlaku systému má nepriaznivé následky najmä pri plynovom chromatografe, ktorý pracuje s dusíkom ako nosným plynom a ktorý využíva princíp tepelnej vodivosti ako detektor. V tom prípade sa takýto spôsob dávkovania plynných vzoriek prejaví v „rozladení“ nulového chodu prístroja, konečným dôsledkom čoho je potom celková neistota pri vyhodnocovaní nameraných výsledkov.

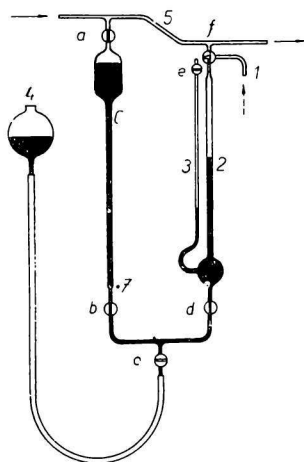
Experimentálna časť

Pri práci s plynovým chromatografom sme pozorovali, že pre veľmi výhodný spôsob dávkovania plynných vzoriek, ktorý úplne vylučuje uvedené nedostatky, možno použiť princíp byrety na spôsob U-trubice zabudovanej do tlakovej časti aparatury tak, aby vzorka plynu odmeraná pri normálnom tlaku bola do aparatury vodená pretlakom ortuťového stĺpca vytvoreného rozdielom hladín v pomocnom ramene a v meracej byrete, pričom celá dávkovacia časť je pod tlakom panujúcim v pokusnej aparature. Schematický náčrt takéhoto dávkovača spolu s naznačením jeho zapojenia do chromatografickej aparatury je na obr. 1.

Napojením prenosnej vzorkovacej nádobky na potrubie 1 sa pri otvorených kohútach *c*, *d*, *e*, *f* pohybom pomocného zásobníka ortuti 4 naplní kalibrovaná plynová byreta 2 skúšaným plynom. Kohúty *a* a *b* sú pritom uzavreté. Množstvo plynu v plynovej byrete sa zmeria vyrovnaním hladín ortuti v plynovej byrete 2 a v pomocnom ramene 3 pohybom zásobníka ortuti 4, pričom poloha kohútov, s výnimkou uzavretia trojcestného kohúta *f*, zostáva nezmenená. Po uzavretí kohútov *c* a *e* a po otvorení kohútov *a* a *b* sa tlak plynu v meracej byrete upraví na tlak v aparature zvýšený o hydrostatický tlak ortuti daný rozdielom hladín v obidvoch ramenách (2 a 6). Tým je navzorkovaný plyn pripravený pre dávkovanie. Dávkovanie sa uskutoční jednoduchým otočením trojcestného kohúta *f* do polohy naznačenej na obr. 1. Množstvo plynu privedeného do aparatury sa zmeria opäť pri normálnom tlaku vyrovnaním hladín ortuti v častiach 2, 3 a 4, pričom sa kohúty *c*, *d*, *e*, prípadne aj kohút *a*, nachádzajú v polohe otvorenej a kohúty *b* a *f* sú zatvorené.

Pri usporiadaní aparatury podľa predloženej schémy je podmienkou správneho dávkovania neprerušný tok nosného plynu potrubím 5, ktorý zaručuje dopravu skúšaného

plynu v požadovanom smere. Vzhľadom na to, že premiestenie navzorkovaného plynu z byrety 2 do chromatografickej aparatúry sa uskutočňuje pomocou rovnakého množstva nosného plynu vstupujúceho v tom istom okamihu do rozšírenej časti pomocného ramena 6, môže totiž pri nesprávnom pomere medzi výtokovou rýchlosťou skúšaného plynu a prietokovou rýchlosťou nosného plynu dôjsť k takej situácii, keď časť navzorkovaného plynu sa premiesti do pomocného ramena 6. Za tým účelom je pomocné rameno 6 v mieste 7 zúžené na taký priemer kapiláry (obvykle stačí zúženie na 0,5—1,0 mm), ktorá dovoľí,



Obr. 1. Schéma izochorického dávkovača plynov.

aby výtoková rýchlosť plynu z byrety bola najviac $\frac{2}{3}$ hodnoty prietokovej rýchlosti nosného plynu v potrubí 5. Ak to podmienky pokusu dovoľia, je výhodné zaradiť do potrubia 5 medzi kohúty *a* a *f* ďalší kohút; ten potom zostáva v čase dávkovania skúšaného plynu uzavretý.

Súhrn

Opisuje sa schéma a funkcia izochorického dávkovača plynov vhodného pre chromatografiu plyn—kvapalina alebo pre iné aplikácie.

ИЗОХОРНЫЙ ДОЗАТОР ГАЗОВ

ЯН ЯНДА

Исследовательский институт ацетиленовой химии в Новаках

Выводы

В статье описывается схема и функция изохорного дозатора газов, пригодного для хроматографии газ—жидкость или же для иных приложений.

Поступило в редакцию 3. 10. 1958 г.

ISOCHORE DOSIERVORRICHTUNG FÜR GASE

JÁN JANDA

Forschungsinstitut für Azetylenchemie in Nováky

Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wird das Schema und die Funktion einer isochoren Dosier-
vorrichtung für Gase beschrieben, welche für die Chromatographie von Gas—Flüssigkeit
oder für andere Applikationen geeignet ist.

In die Redaktion eingelangt den 3. 10. 1958

LITERATÚRA

I. F r e d e r i c k s E. M., B r o o k s F. R., Anal. Cnem. 28, 297 (1956).

Došlo do redakcie 3. 10. 1958

*Adresa autora:**Dr. inž. Ján J a n d a, Nováky, Výskumný ústav acetylénovej chémie.*