

16
H-83



ОБЪЕДИНЕННЫЙ ИНСТИТУТ ЯДЕРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Лаборатория ядерных проблем

Ю.В. Норсеев, А.И. Яниковский

1027

ХРОМАТОМАТ - ПРИБОР,
АВТОМАТИЗИРУЮЩИЙ РАБОТУ
НА ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЙ КОЛОНКЕ

Дубна 1962 год

Ю.В. Норсеев, А.И. Яниковский

1027

1590/2 чф.
ХРОМАТОМАТ - ПРИБОР,
АВТОМАТИЗИРУЮЩИЙ РАБОТУ
НА ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЙ КОЛОНКЕ

Объединенный институт
ядерных исследований
БИБЛИОТЕКА

Дубна 1982 год

В в е д е н и е

Последние годы характеризуются в химии широким применением методов ионообменной хроматографии для разделения сложных смесей элементов. Эти методы обладают целым рядом существенных преимуществ по сравнению с классическими методами аналитической химии: возможность эффективного разделения элементов, крайне близких по своим химическим свойствам (например, редкоземельных или трансурановых элементов), быстрота и чистота разделения сложных смесей, удобство работы с ультрамалыми количествами элементов в малых объемах и т.д.

Одной из наиболее трудоемких операций при работе на ионообменной колонке (а в случае радиоактивных препаратов — и радиационноопасной) является отбор фракции элюата и анализ их на содержание того или иного элемента. Описываемый здесь прибор и предназначен для автоматизации этих трудоемких операций в частном случае хроматографического разделения радиоактивных редкоземельных элементов без носителей. Однако путем весьма несложных модификаций он может быть приспособлен к решению целого ряда других сходных задач.

1.1. Принцип действия

Блок-схема хроматомата представлена на рис. 1. Капли из колонки для хроматографического разделения собираются на алюминиевую ленту толщиной 30–40 мк и шириной 40 мм. Лента с катушки последовательно проходит через штамп, детектор капли, печь и свинцовую защиту, в которую помещен сцинтилляционный счетчик. Лента перемещается синхронным двигателем посредством механического привода с фрикционным сцеплением и зубчатой передачи. Запуск движения ленты происходит от импульса, вызванного падающей каплей в фоточувствительном детекторе. Движение прекращается микровыключателем, связанным с тянущим ленту роликом. Расстояние между каплями на ленте составляет 116 мм. Время от момента падения капли на ленту до выхода ее из хроматомата равно трем периодам капания. Запас ленты на катушке составляет 140 м, что соответствует 1300 каплям. Штамп печатает на ленте порядковые номера, что дает возможность идентифицировать капли по хроматограмме, и выдавливает в ленте лунки для лучшей фиксации капли. Детектор капли вынесен за защитный плексигласовый экран. Такая конструкция изолирует хроматографическую колонку с нанесенной на нее радиоактивностью от измерительной части прибора и представляет полную свободу в выборе формы и размера колонки. Капля детектируется фотоспротивлением, освещенным неоновой лампочкой. Печь предназначена для высушивания капель и в случае отсутствия необходимости в этом может быть легко снята. Измерителем радиоактивности является сцинтилляционный счетчик, помещенный в свинцовой защите. Со стороны хроматографической колонки, являющейся главным источником излучения, поставлена добавочная свинцовая стенка. Щелевой раздвижной коллиматор дает возможность согласовать чувствительность прибора с активностью капель. Хромато-

грамма записывается на ленте автоматического самопишущего потенциометра ЭПП-09 в логарифмическом масштабе, благодаря применению логарифмического интегратора.

Интегратор имеет два диапазона $10-10^4$ имп/сек и 10^2-10^5 имп/сек. Каждая пятая капля отмечается на ленте самописца меткой, что значительно упрощает идентификацию хроматограммы.

Для передвижения ленты применен синхронный двигатель СД-09 с системой шестерней, дающей возможность в нужных пределах менять скорость движения ленты. На кинематической схеме (рис. 2) указан диапазон изменения скоростей. Двигатель вращается непрерывно. Управление движением ленты осуществлено с помощью сцепления включаемого реле. Такая конструкция дает возможность существенно уменьшить инерцию системы. Привод сцепления осуществлен с помощью двух рычагов таким образом, что оно выключается, когда реле находится под током. Включение сцепления происходит под нажимом пружины.

2. Схема хроматомата

2.1. Детектор капли (рис. 3)

Капля падает на алюминиевую ленту через защитную воронку и прерывает световой пучок от неоновой лампочки МН-5, падающий на фотосопротивление ФС-К1. Падение капли вызывает в цепи фотосопротивления импульс тока. Воронка выполняет роль защиты детектора капли от загрязнения радиоактивностью. В случае необходимости ее можно легко снять и промыть.

2.2. Усилитель (рис. 3)

На вход усилителя подается отрицательный импульс. Частотная характеристика усилителя подобрана так, чтобы не усиливать ложных быстрых импульсов, возникающих при переключениях реле схемы и медленных изменений напряжения, вызванных изменением внешнего освещения детектора. На выходе усилителя для уменьшения выходного сопротивления поставлен катодный повторитель.

2.3. Автомат (рис. 4)

Усиленный отрицательный импульс, вызванный падением капли, запускает триггер, собранный на лампе 6НЗП. В состоянии покоя левая половина лампы открыта, так как через контакт реле Р1-1 на сетку подается положительное напряжение. Когда триггер срабатывает, контакт Р1-1 переключает левую сетку на шину земли, а на правую сетку через контакт Р1-2 подается положительное напряжение с заряженного конденсатора емкостью 2 мф. Триггер возвратится в исходное состояние только тогда, когда конденсатор в 2 мф разрядится через сопротивление 260 Ком, т.е. примерно через 0,5 сек.

Реле 1 включает через контакт Р1-3 реле 2. Контакт Р2-2 размыкается и включает сцепление. Лента начала движение. Цепь питания реле 2 замыкается теперь через контакт Р2-1 и микровыключатель (рис.3), так как шестерня с кулачком, нажимающим его, повернулась (рис. 2). Реле 2 продолжает работать даже после того, как через 0,5 сек триггер

вернется в исходное состояние. Через контакт P2-3 заряжается конденсатор 30 мф, поддерживающий на сетке тиратрона ТГ-1 0,1/0,3 отрицательное напряжение, а через контакт P2-4 заряжается конденсатор 30 мф в аноде тиратрона. Ток в обмотке реле 2 прекращается, когда кулачок нажмет на микровыключатель. Тогда замыкается пассивный контакт P2-2 и сцепление отключается. Контакты P2-3 и P2-4 размыкаются и в сеточной цепи тиратрона разряжается конденсатор 30 мф. Спустя некоторый промежуток времени, определяемый переменным сопротивлением 120 Ком, тиратрон зажигается и конденсатор анодной цепи тиратрона разряжается через обмотку реле 3. Контакт P3-1 включает обмотки электромагнита штампа и в ленте выдавливается очередное число и лунка. Небольшая задержка, осуществляемая применением цепи тиратрона, нужна для того, чтобы выдавливание числа и лунки происходило только после полного прекращения движения ленты. Контакт P3-2 запускает реле ТС. Реле ТС замыкает свой контакт через каждые пять включений, что соответствует каждой пятой лунке на ленте хроматомата. Через контакты ТС-1 и P2-5 коротко замыкается вход самопишущего потенциометра. Таким способом на хроматограмму наносятся метки при измерении каждой пятой капли.

Вместо сигнала от капли схему можно запустить также нажатием кнопки "пуск". Тумблером "включение сцепления" можно придать ленте непрерывное движение. Эти переключения нужны для зарядки хроматомата новым запасом алюминиевой ленты. Тумблер "включение двигателя" дает возможность отключить двигатель во время прогрева схемы или в перерыве опыта.

2.4. Канал записи числа импульсов

На рис. 5 изображена схема сцинтилляционной головки. Сигнал от ФЭУ через катодный повторитель передается кабелем на вход логарифмического интегратора (рис. 6). Здесь отрицательный импульс формируется короткозамкнутым кабелем задержки (около 1,5 мсек). Первый каскад выполняет роль фазоинвертора и одновременно усиливает сигнал в два раза. Положительный сформированный импульс усиливается в 100 раз усилителем с обратной связью и запускает триггер Шмидта, выполняющий роль дискриминатора. Импульс, выработанный триггером Шмидта, запускает "двойку", которая стандартизирует импульсы по амплитуде и удлиняет их, причем длительность соответствует интервалу времени между двумя последующими импульсами. Чем меньше средняя скорость счета, тем больше длительность вырабатываемых импульсов. Эти импульсы через катодный повторитель заряжают систему диодных насосов, выполняющую роль собственно логарифмического интегратора^{1/}. Суммированный ток диодных насосов усиливается усилителем с глубокой обратной связью. На выходе усилителя подключены самопишущий потенциометр ЭИП-09 с чувствительностью 10 мв и микроамперметр.

2.5. Схема питания хроматомата и соединения блоков

На рис. 7 приведена схема выпрямителя, а на рис. 8 - стабилизатора анодного напряжения. Ряд тумблеров позволяет управлять включением питания со стойки. Неоновые лампочки служат для контроля подачи напряжения.

На рис. 9 указаны соединения между блоками.

З а к л ю ч е н и е

Хроматомат существенно облегчает работу химиков-экспериментаторов и снижает радиационную опасность.

При разделении редкоземельных элементов (элюент-лактат аммония, $\text{pH}=4,5$) успешно использовалась алюминиевая лента. Примеры хроматограмм приведены на рис. 10.

В случае необходимости работы с минерально-кислыми или щелочными элюентами можно использовать ленту из других материалов.

В заключение авторы выражают благодарность И.А. Ютландову за постоянный интерес к работе и полезные советы при создании хроматомата, а также А.И. Акатову и А.К. Качалкину за выполнение ряда монтажных и механических работ.

Л и т е р а т у р а

1. A.H.Cook and R.G.Hitchins, J.Scientific Instruments 36, N^o 8, 337 (1959).

Рукопись поступила в издательский отдел
28 июня 1962 года.

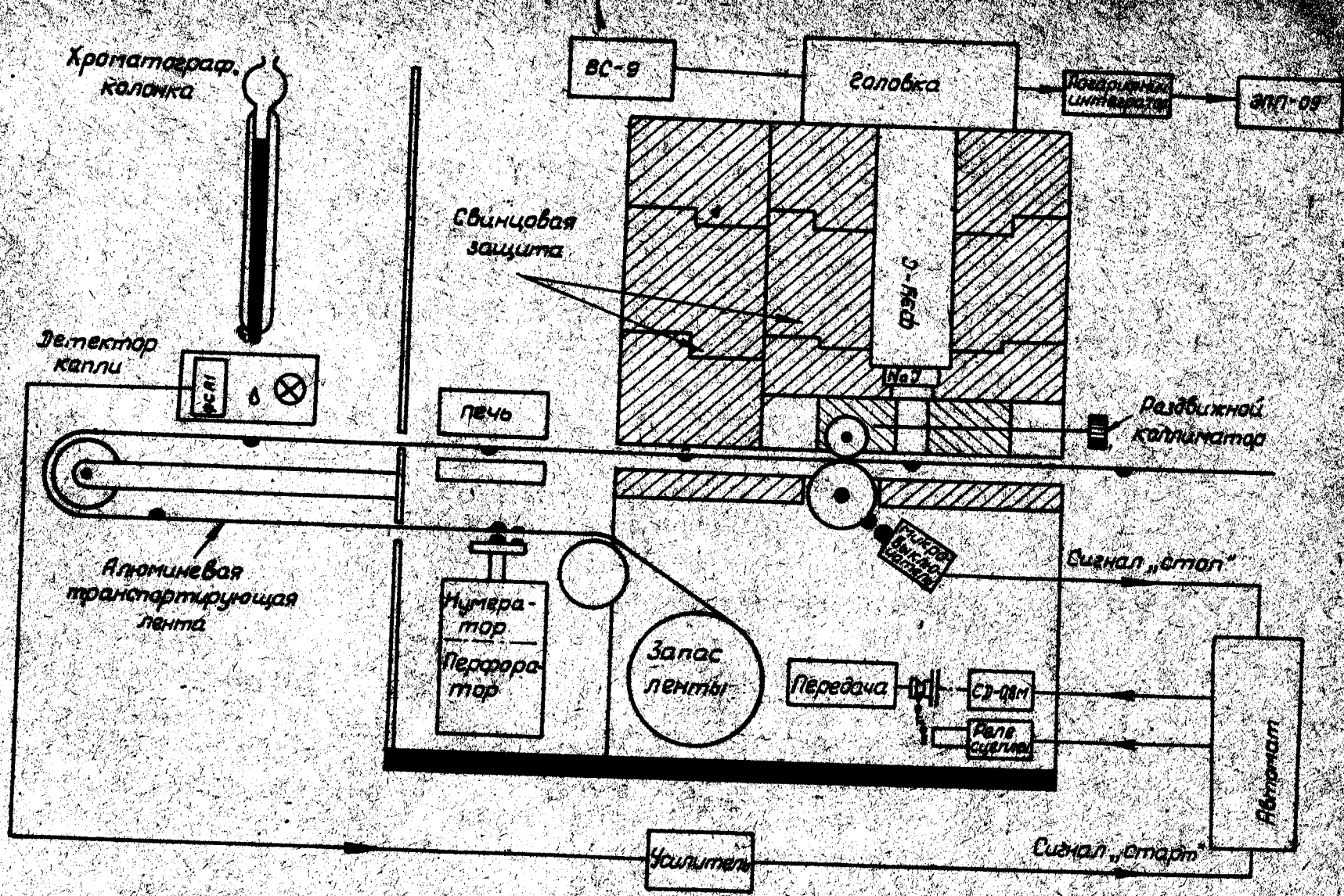


Рис. 1. Блок-схема хроматографа.

В65 131.013

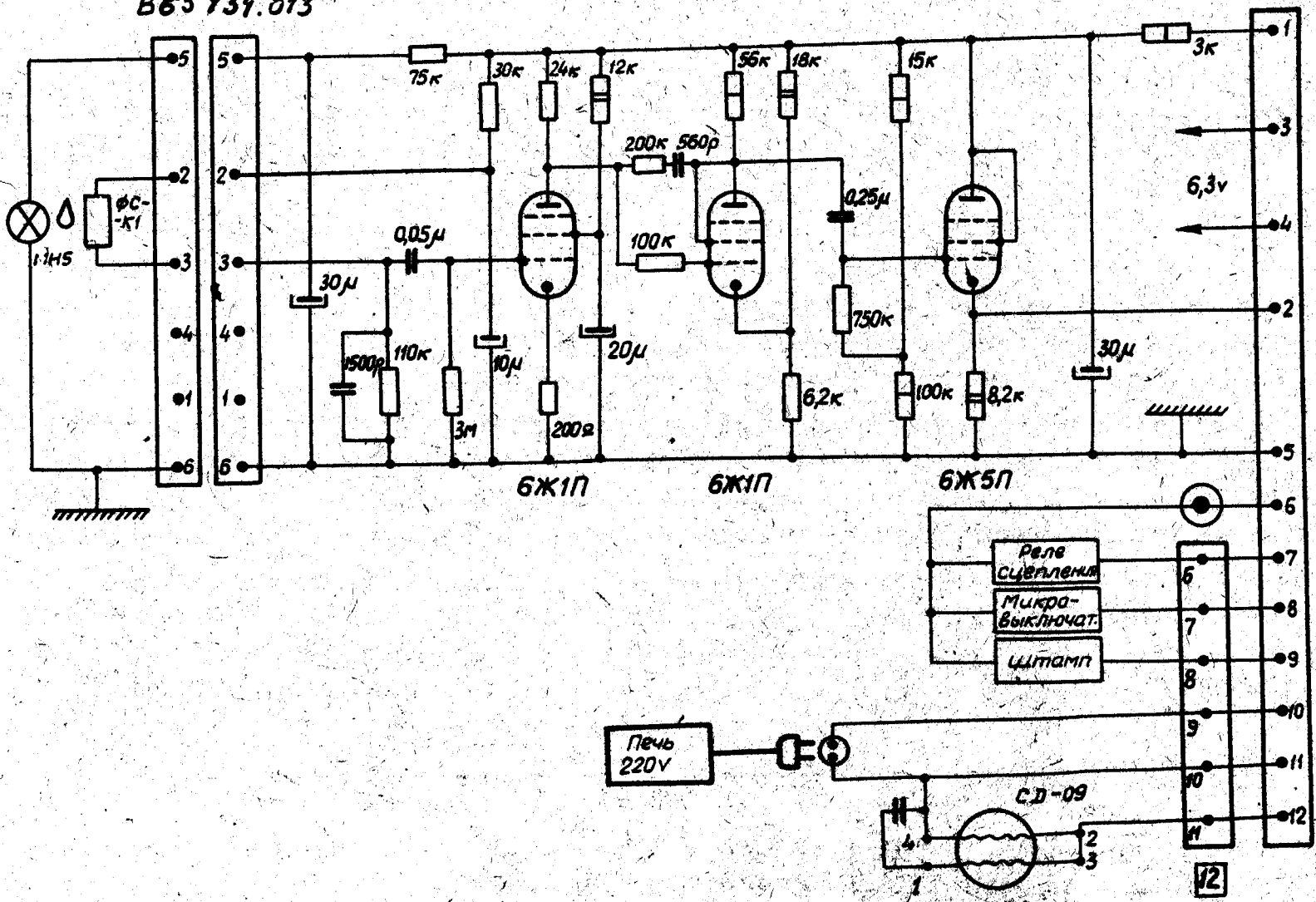


Рис. 3. Детектор капли. Усилитель.

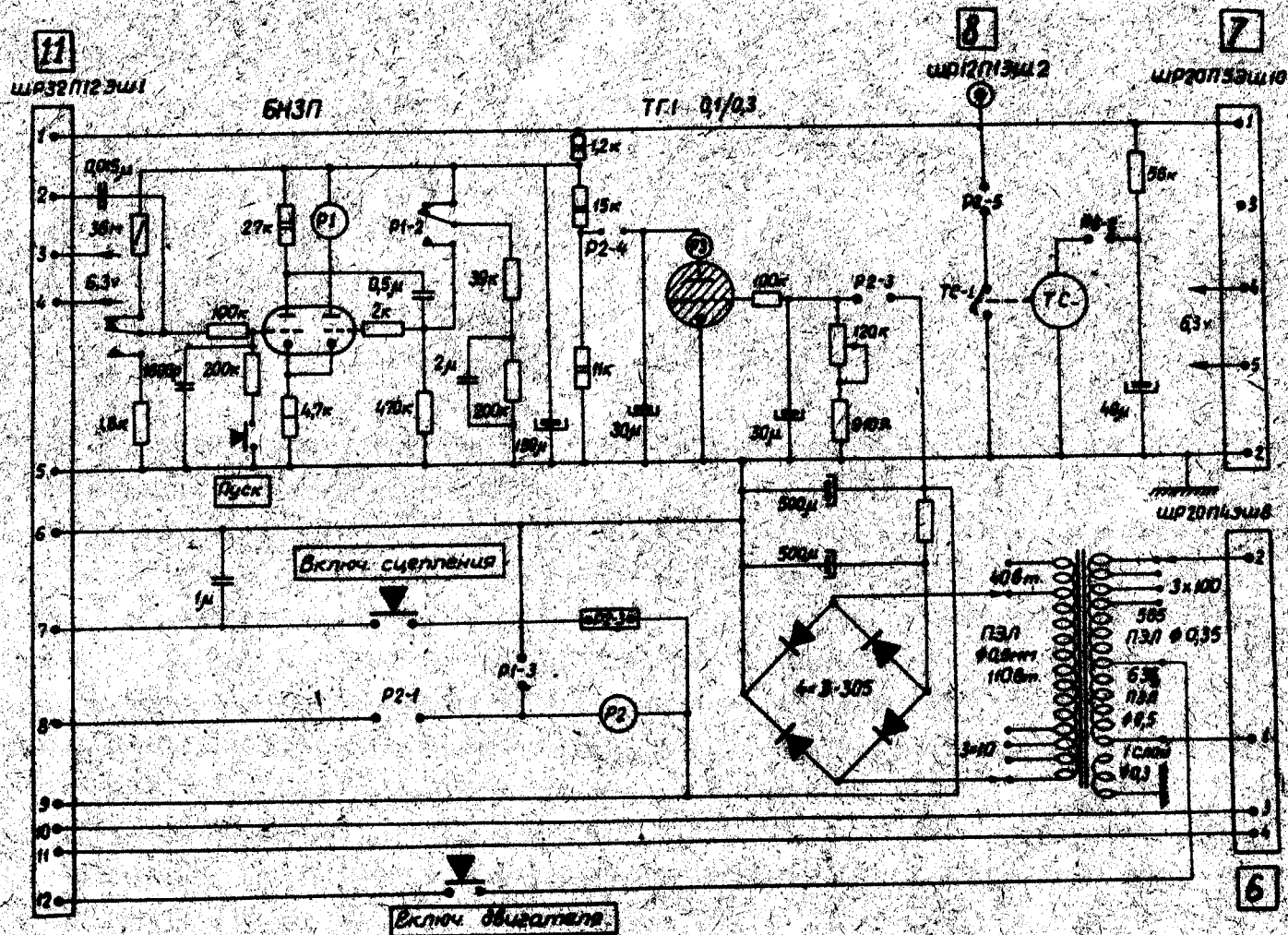


Рис. 4. Автомат.

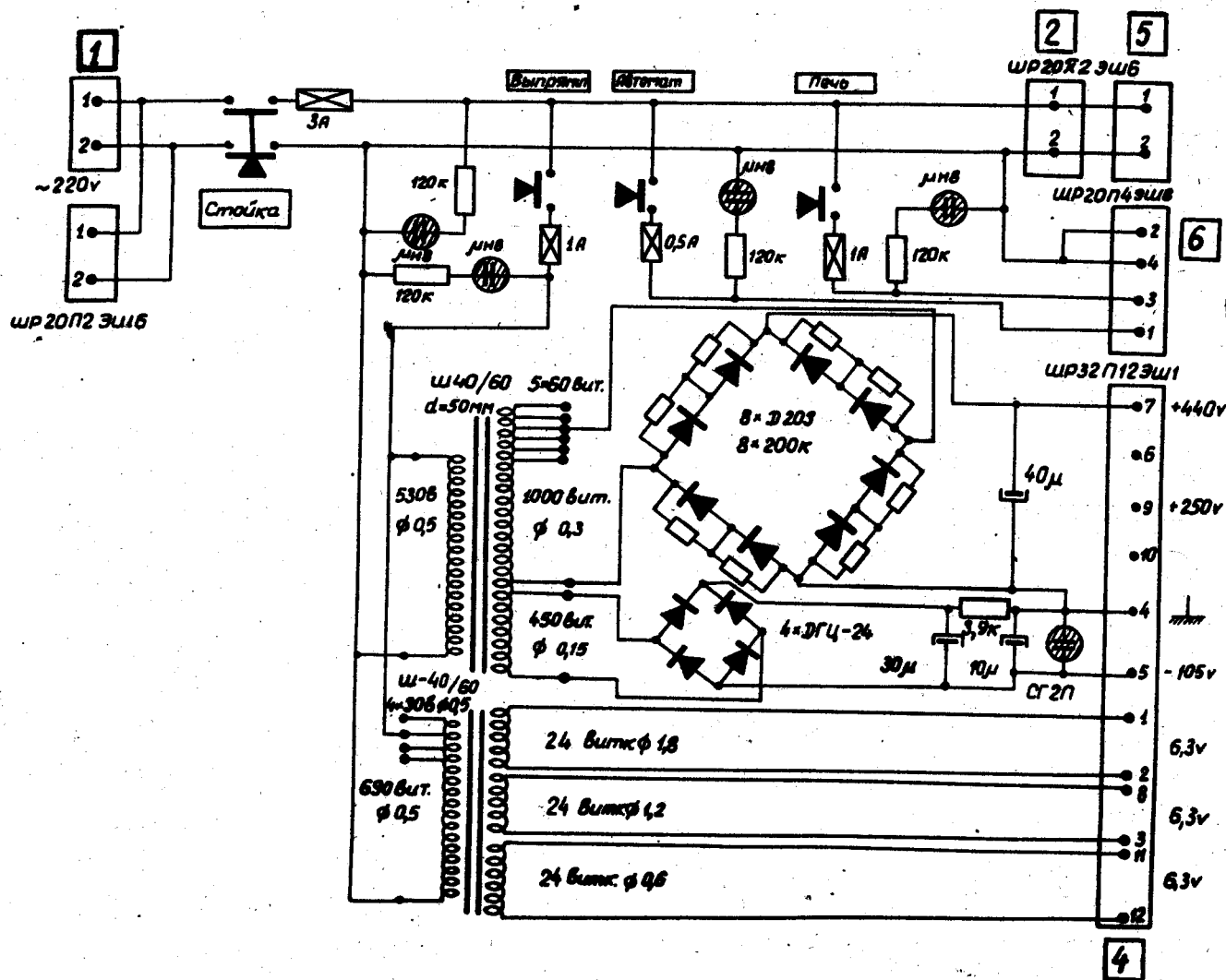


Рис. 7. Выпрямитель.

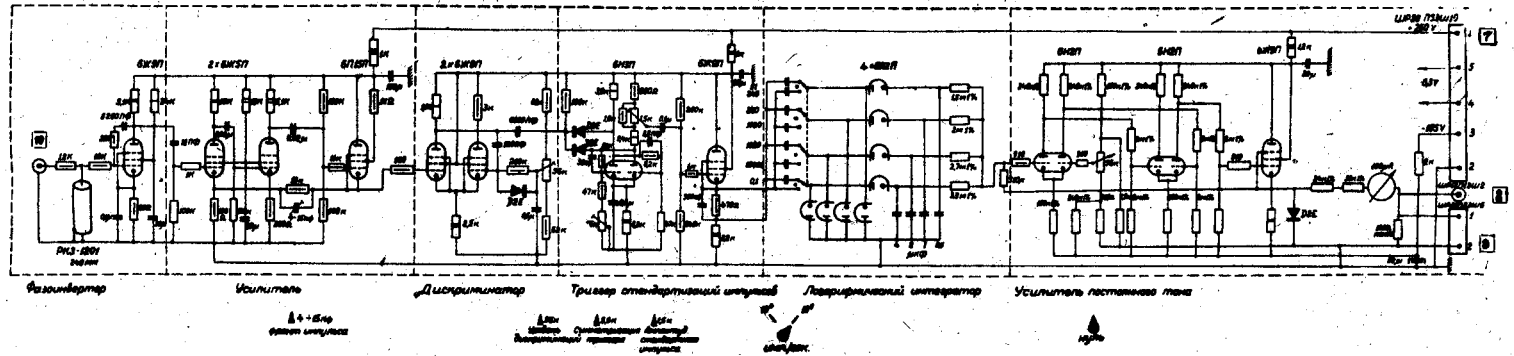


Рис. 8. Логарифмический интегратор.

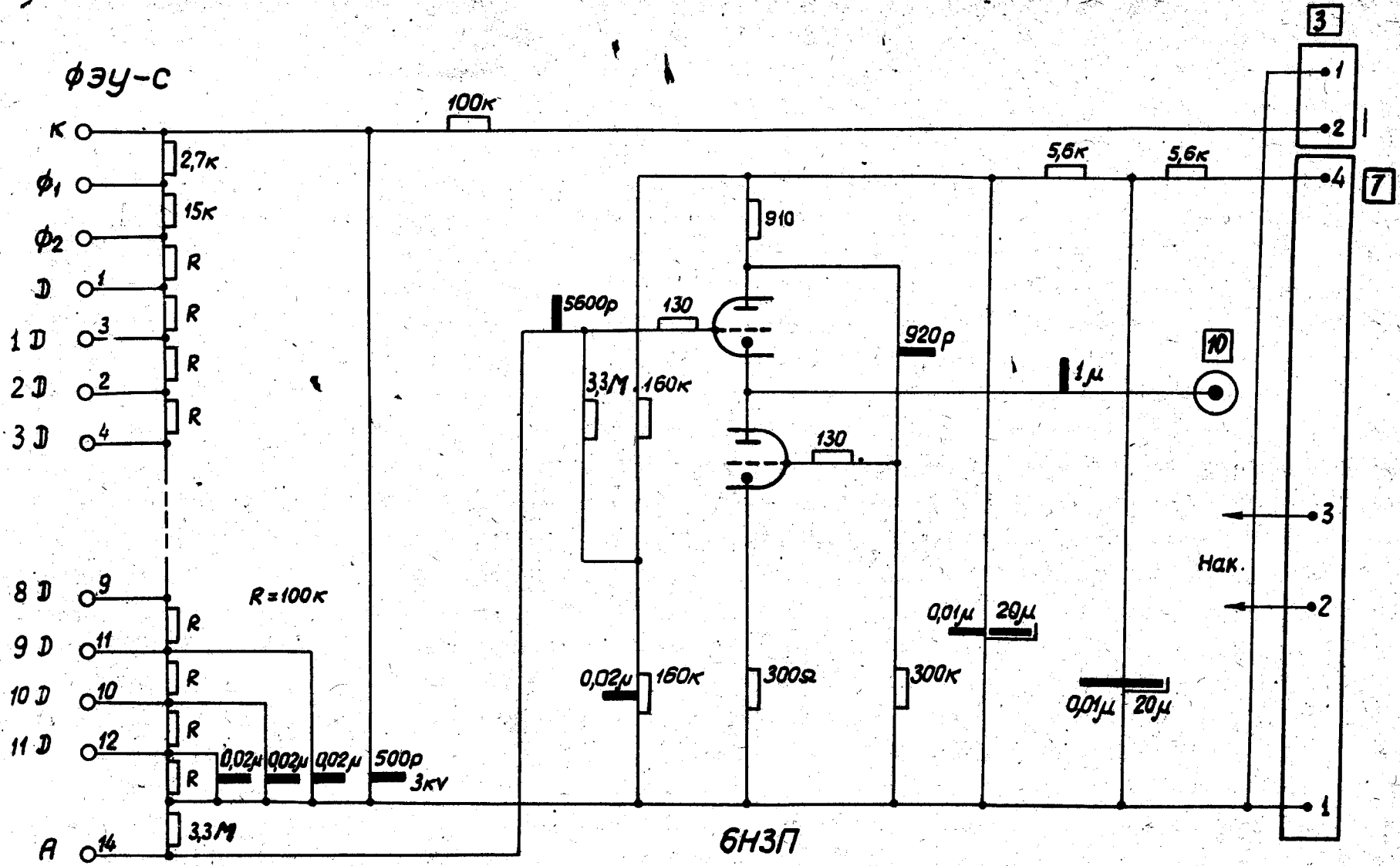


Рис. 5. Датчик.

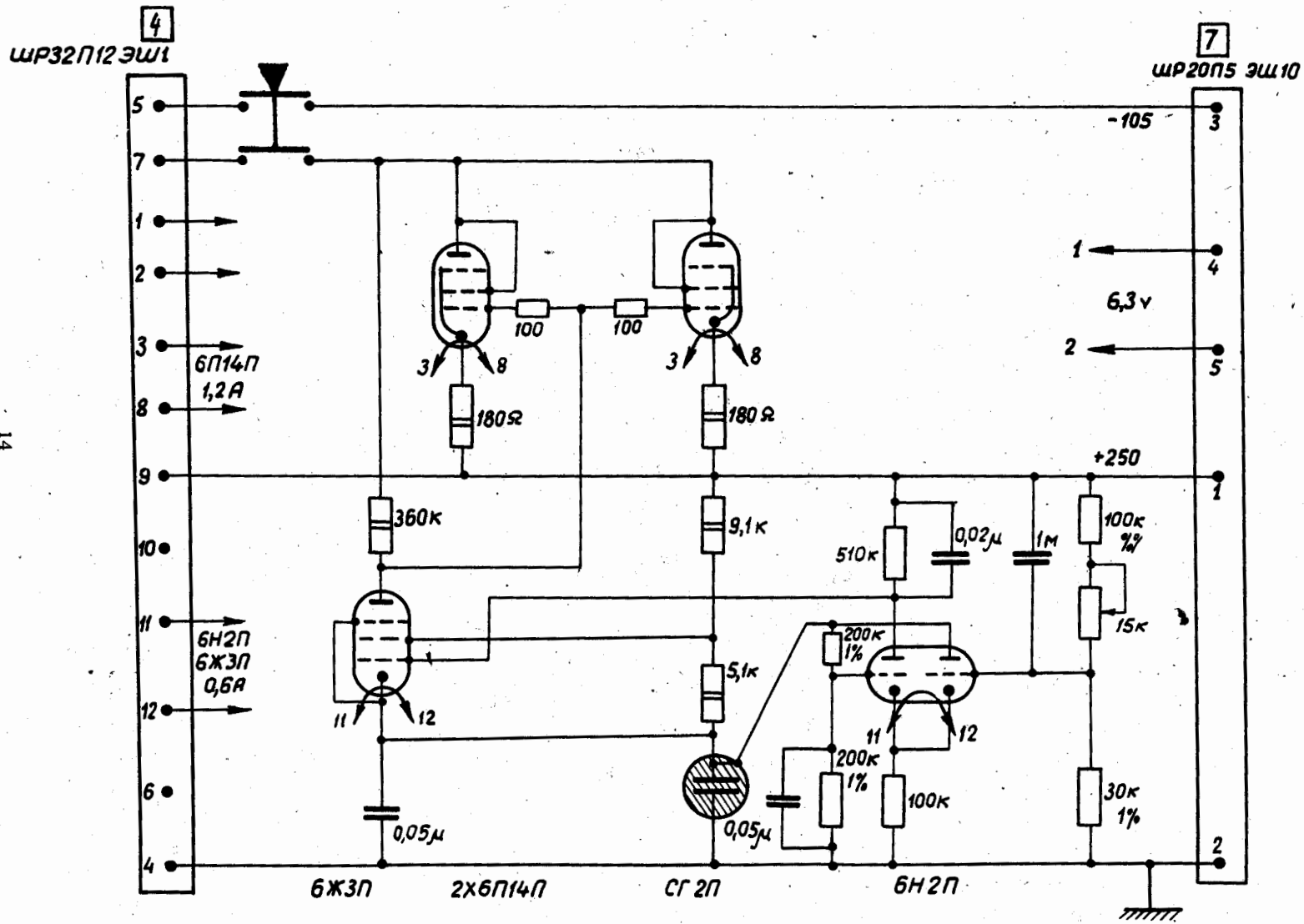


Рис. 8. Стабилизатор анодного напряжения.

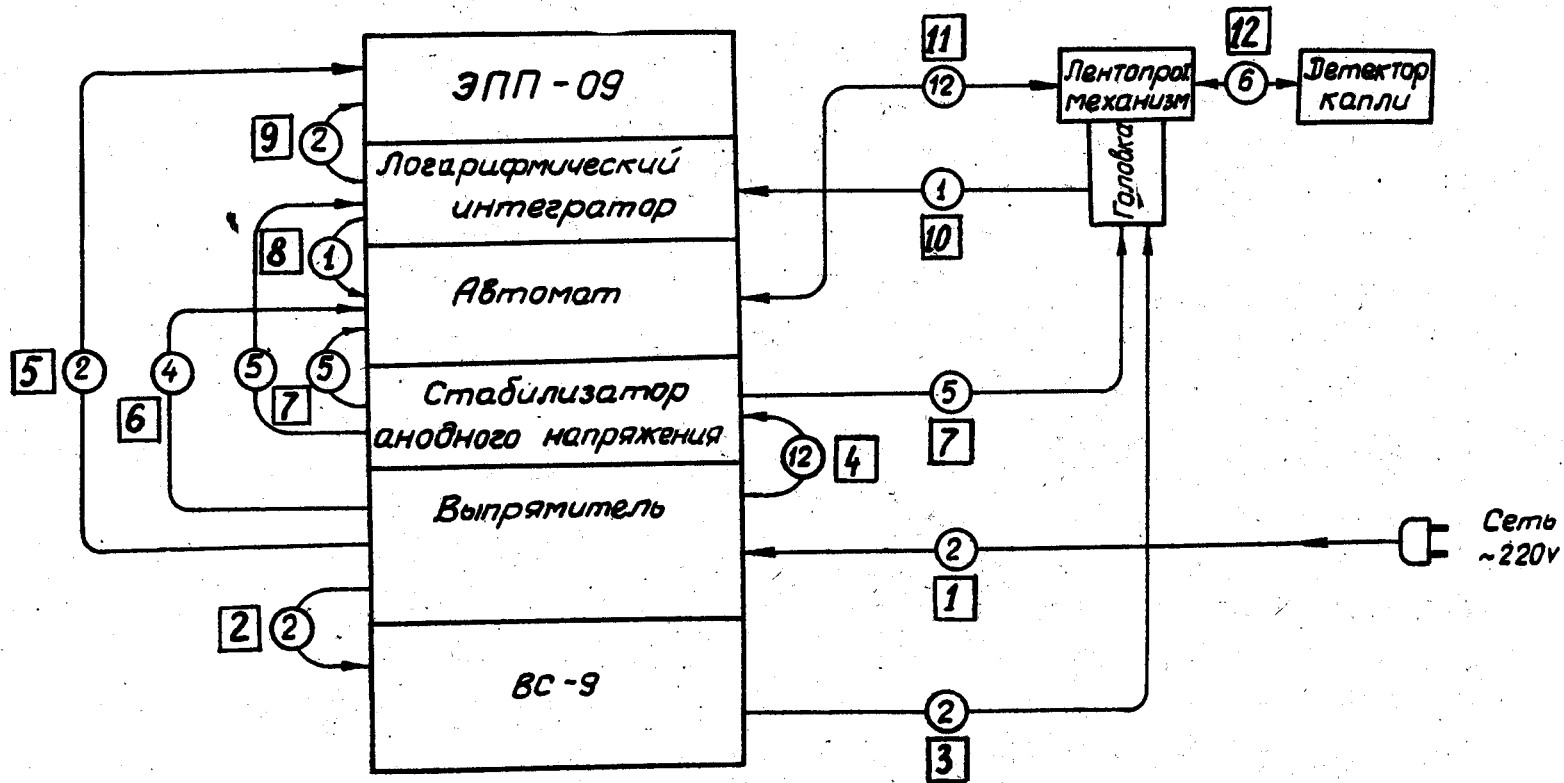


Рис. 9. Схема соединения между блоками.

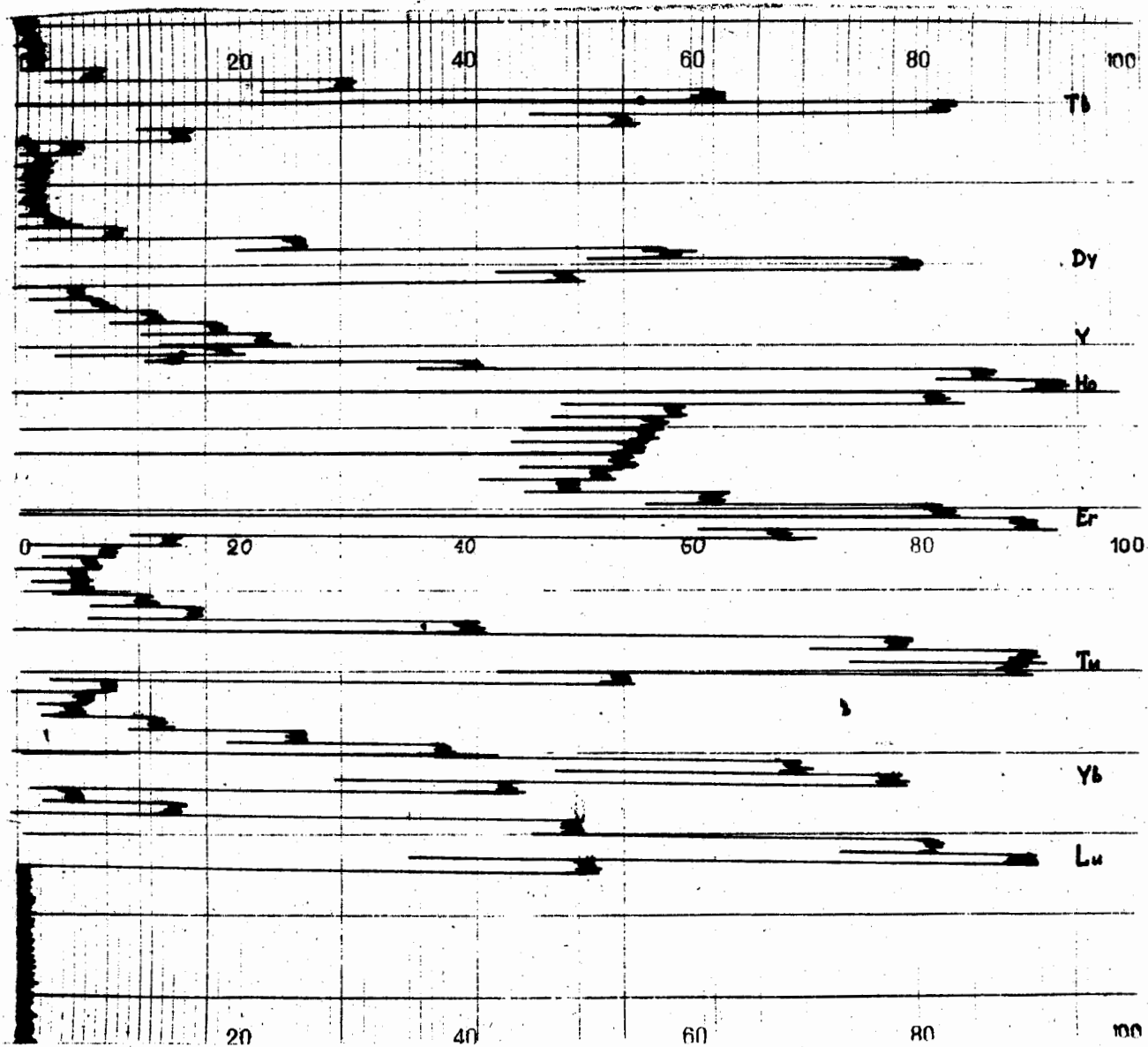


Рис. 10. Хроматограмма.