

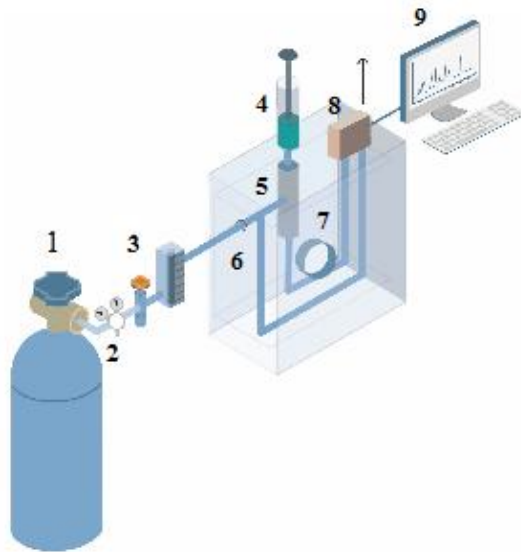
Лабораторна робота № 2

Газовий хроматограф: устрій та робота з ним.

Мета роботи. Ознайомитися з будовою газового хроматографу та з призначенням головних вузлів приладу. Отримання практичних навиків роботи з хроматографом та заміни його комплектуючих.

Обладнання та реактиви. Газовий хроматограф з мас-спектрометричним детектором GCMS-QP 2020 SHIMADZU.

Теоретична частина. Газовий хроматограф – прилад, що використовують у газохроматографічному аналізі для розділення та детектування летких речовин. Схему газового хроматографу наведено на рис. 1.

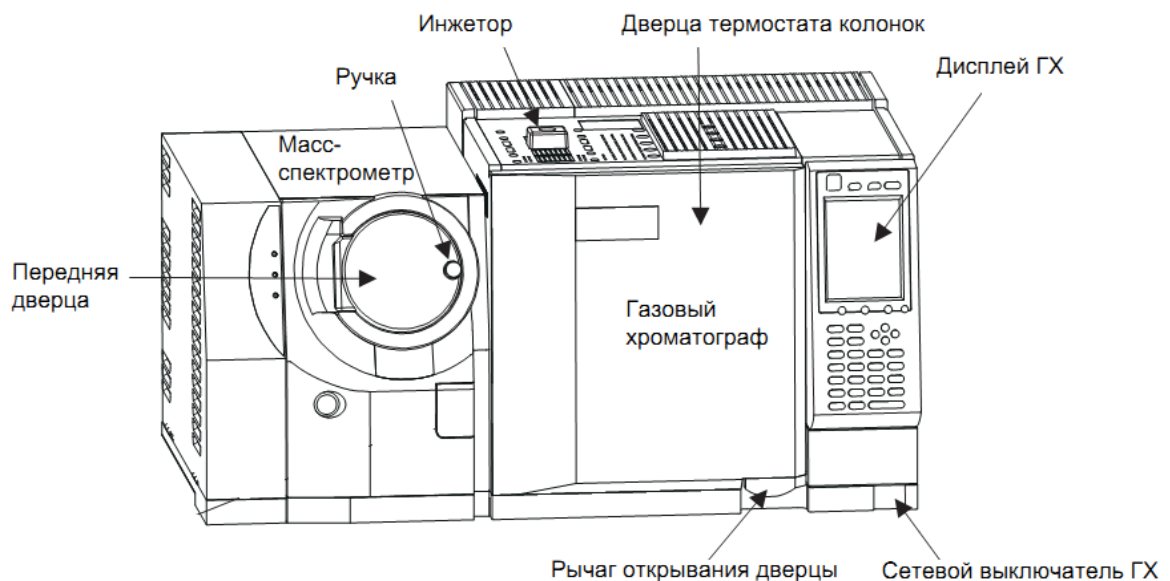


Головними вузлами приладу є: балон з газом-носієм (1), манометри для контролю тиску у балоні та подачі у хроматограф (2), фільтри для очищення газу-носія (3), дозуючий пристрій (4) та інжектор (5), канал для скиду проби (відкритий при введенні проби з поділом потоку) (6), хроматографічна колонка (7), детектуюча система (8) та комп'ютер з програмним забезпеченням для обробки результатів хроматографічного аналізу (9).

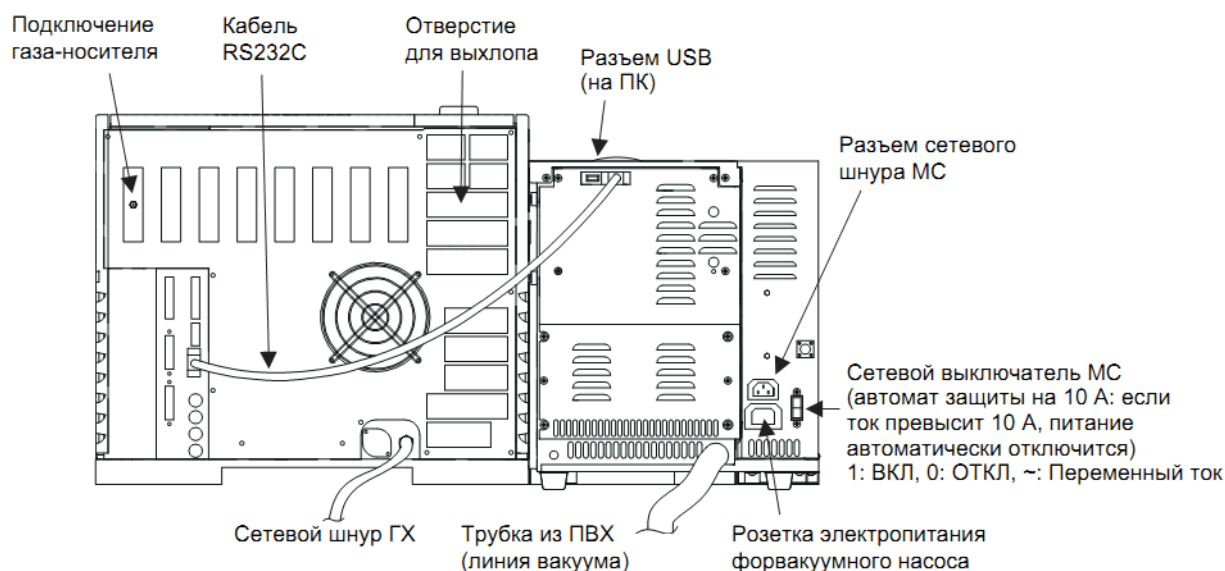
Компоненти газового хроматографу GCMS-QP 2020 SHIMADZU, що освоюють у лабораторній роботі, наведено на рис. 2.

Рис. 1. Схема газового хроматографу

Для контролю за тиском газу-носія у балоні, де він зберігається, та тиском подачі газу в хроматографічну систему використовують манометри. Тиск подачі газу-носія у систему повинен бути у межах від 3 до 8 атм.



(a)



(б)

Рис. 2. Газовый хроматограф GCMS-QP 2020 SHIMADZU: вид спереду (а) та ззаду (б)

Перед подачею газу-носія у хроматографічну систему його пропускають через фільтри, так як домішки у ньому призводять до скорочення часу служби хроматографічної колонки та спотворюють результати аналізу. Частіше за все використовують фільтри для видалення вологи, вуглеводнів та кисню. Фільтри можуть бути окремі для кожної з домішок або у одній конструкції, причому часто до конструкції такого «об'єднаного фільтру» («Triple trap») додають індикаторний адсорбент, що змінює колір при зносі фільтру (Рис. 3).



Рис. 3. «Об'єднаний фільтр», що використовують для очищення газу-носія

Для введення проби в хроматографічну систему використовують вузол, що складається з дозуючого пристрою (автосамплеру, що складається з: мікрошприцу на 10 мкл, що вбудовано в автоінжектор для автоматичного введення проби, пристрою для автоматичного переносу віали з пробю у каретку до автоінжектору) та інжектору (Рис. 4). Для запобігання потрапляння повітря у газ-носії в інжекторі є ряд ущільнювачів: септа, ущільнювач з золота та ущільнювальне кільце для лайнеру.

У лайнері, що розташовується у каналі інжектора, проба випаровується. Конструкція лайнеру залежить від способу введення проби: з поділом або без поділу потоку (Рис. 5). При введенні проби з поділом потоку взагалі-то потік газу носія розділюється на три частини: перший потік йде на продувку простору під септою, що проколюється голкою мікрошприца, другий потік (найбільша частина) з частиною проби виводиться з системи по бічному каналу у інжекторі, а третій з частиною проби потрапляє у колонку. При введенні проби без поділу потоку потік газу-носія розділюється на два: для продувки септи та для переведення проби у колонку.

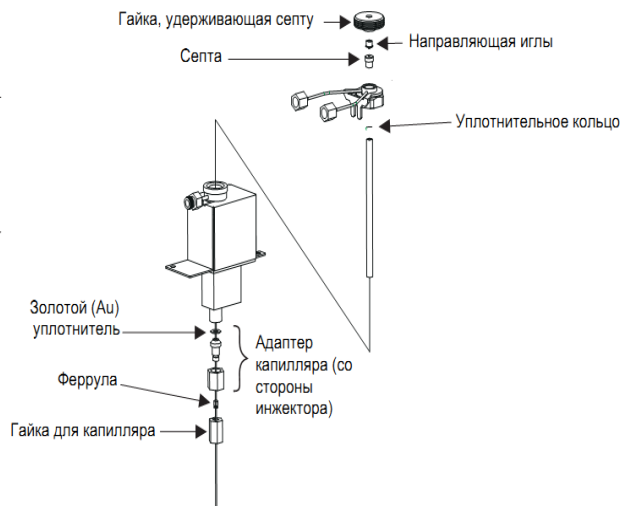


Рис. 4. Ущільнючі системи інжектору

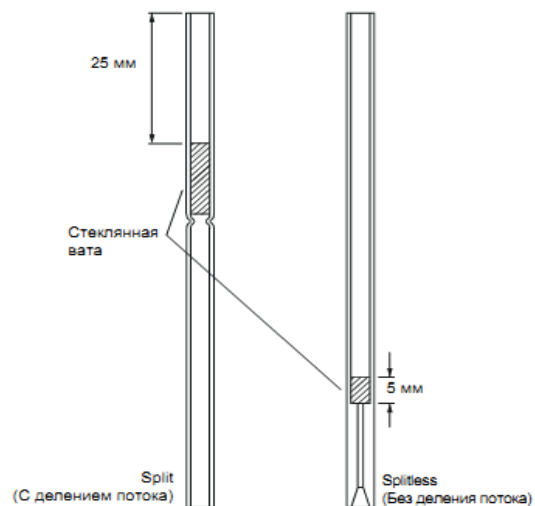


Рис. 5. Конструкція лайнеру

Для герметизації системи у місцях з'єднання хроматографічної колонки з інжектором з одного її кінця та детектором з другого використовують ферули з графіту або веспелу. Ферули розташовуються у гайках для капіляра та щільно обжимають колонку (Рис. 4). При монтуванні колонки в хроматограф її кінці необхідно підготувати та обрізати за допомогою шаблонів (Рис. 6). Місце під гайкою треба позначити стрічкою та після зняття шаблону обробити кінець колонки ацетоном. Після приєднання до інжектору та детектору підготовленої колонки маркерувальну стрічку треба прибрати.

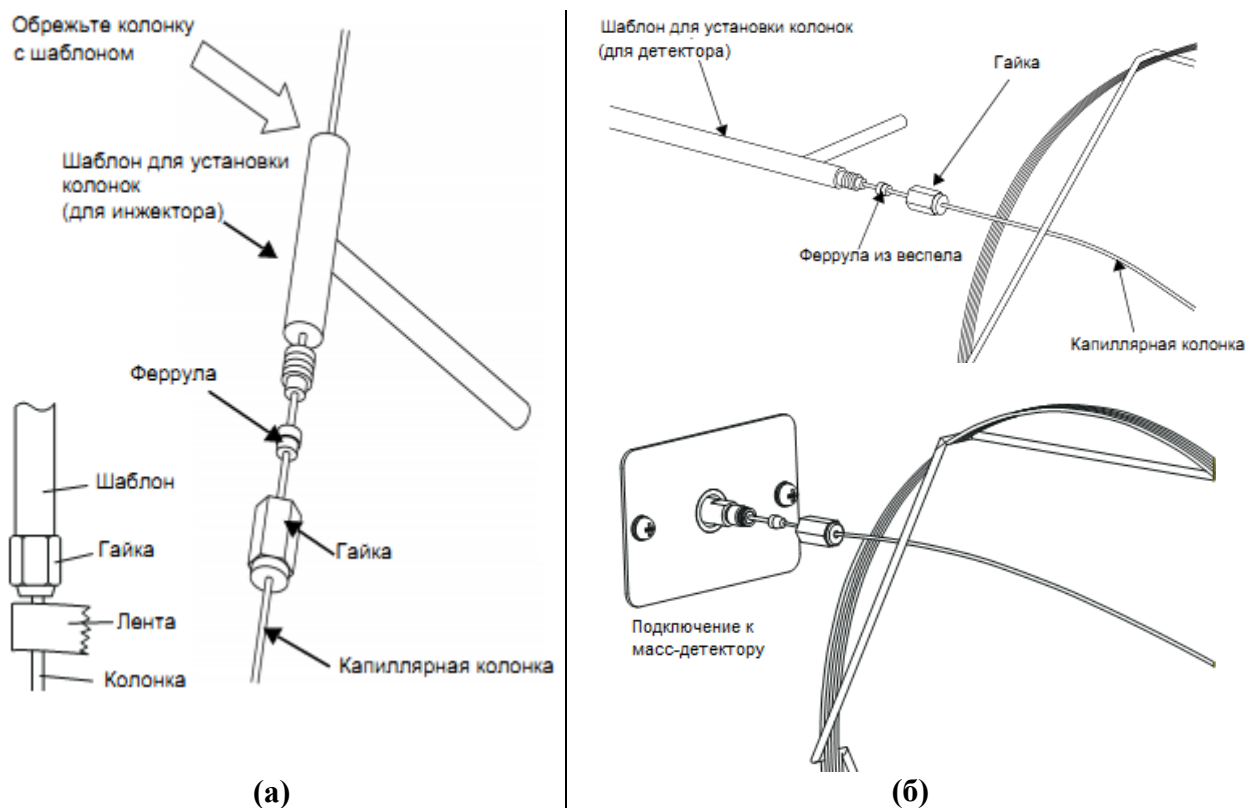


Рис. 6. Підготовка колонки до монтування в хроматограф: до інжектору (а) та до детектору (б)

Для детектування компонентів суміші, що розділено у хроматографічній колонці, в GCMS-QP 2020 SHIMADZU використовують мас-спектрометричний детектор (Рис. 7).

Через інтерфейс компонент потрапляє в комірку джерела іонів, де «бомбардується» електронами з енергією 70 еВ, що генеруються катодами у комірці. Такий вплив призводить до фрагментації аналіту та утворенні позитивно заряджених іонних фрагментів (заряд - +1), причому якісний склад та відносна кількість цих фрагментів – індивідуальні для аналіту. Заряджені фрагменти аналіту потрапляють у селектор мас (чотири графітових електроди) та доставляються до детектору, де ресструються. Результати детектування оброблюються за допомогою програмного забезпечення. Результати аналізу представляються у вигляді хроматограми або звіту, а також для кожного компоненту наводиться мас-спектр з його ідентифікацією за бібліотекою спектрів.

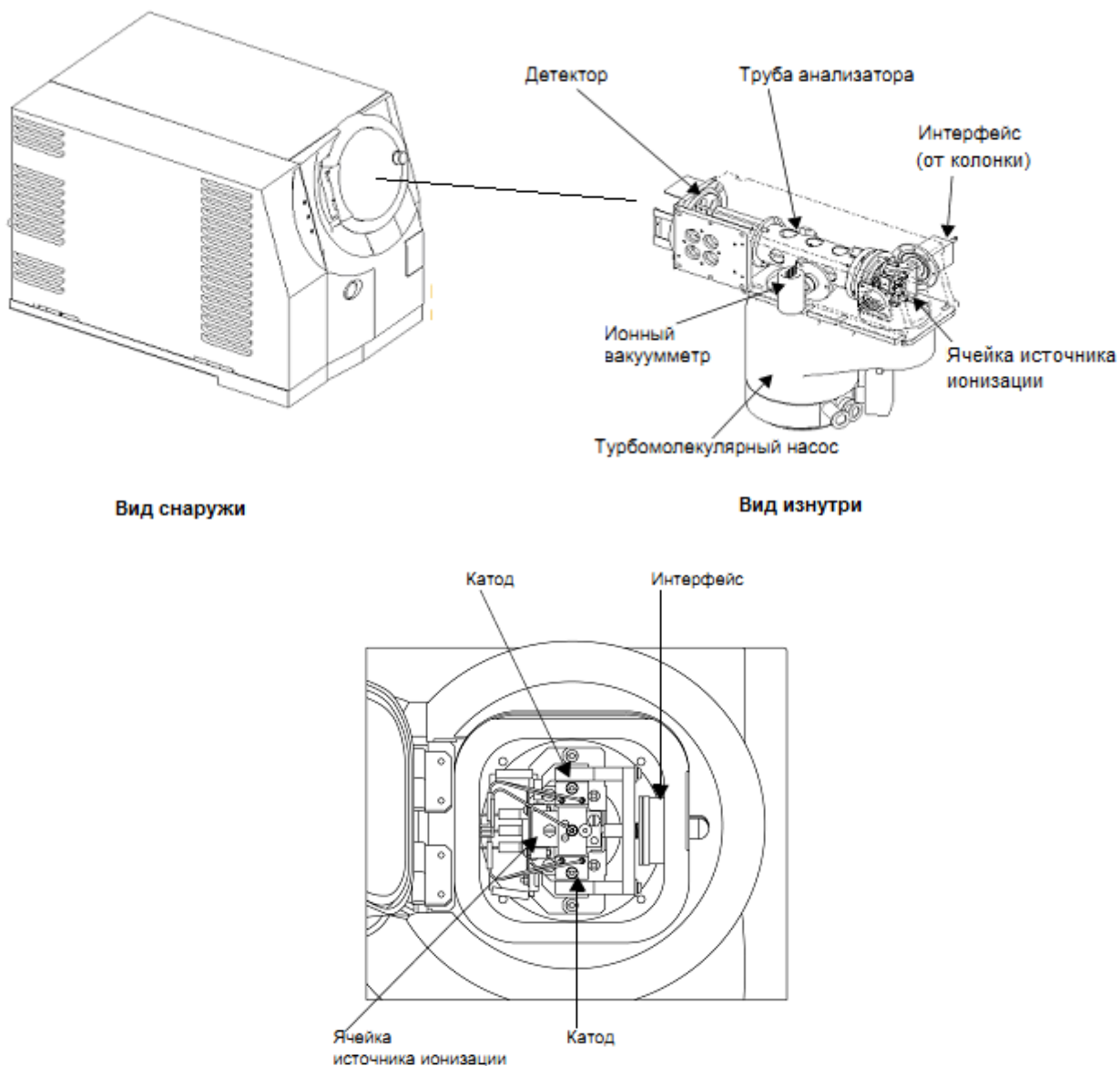


Рис. 7. Будова мас-спектрометричного детектору

Для забезпечення вакууму у комірці джерела іонів до мас-спектрометру приєднано форвакуумний насос, його будову наведено на рис. 8.

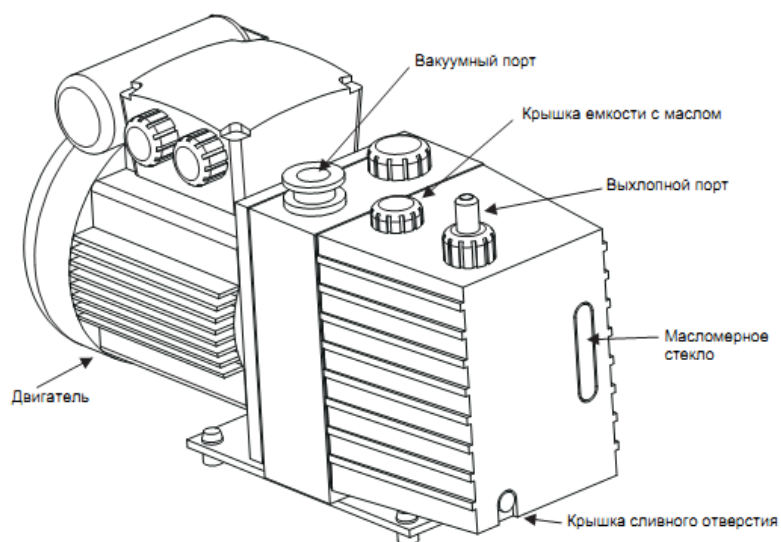


Рис. 8. Форвакуумный насос

При роботі з газовим хроматографом з мас-спектрометричним детектором потрібно пам'ятати, що це складне та дороге обладнання. Окремі його частини (інжектор, мас-спектрометр, задня панель хроматографа) дуже нагріваються, тому потрібно бути обережними!