

Dávkovacie a splynovacie zariadenie k plynovému chromatografu Chrom I

A. PRÍBELA

Katedra chémie a technológie sacharidov a potravín Slovenskej vysokej školy technickej, Bratislava

Opisuje sa nové dávkovacie a splynovacie zariadenie k plynovému chromatografu Chrom I, ktoré umožňuje dávkovať kvapalnú vzorku jednoduchou mikropipetou alebo injekčnou striekačkou s mikrometrickým posunom piesta. Splynovací blok sa vyhrieva samostatným 25 W telesom, pripojeným k pôvodnému vyhrievaciemu obvodu. Zariadenie sa naskrutkuje na originálnu splynovaciu komôrku prístroja.

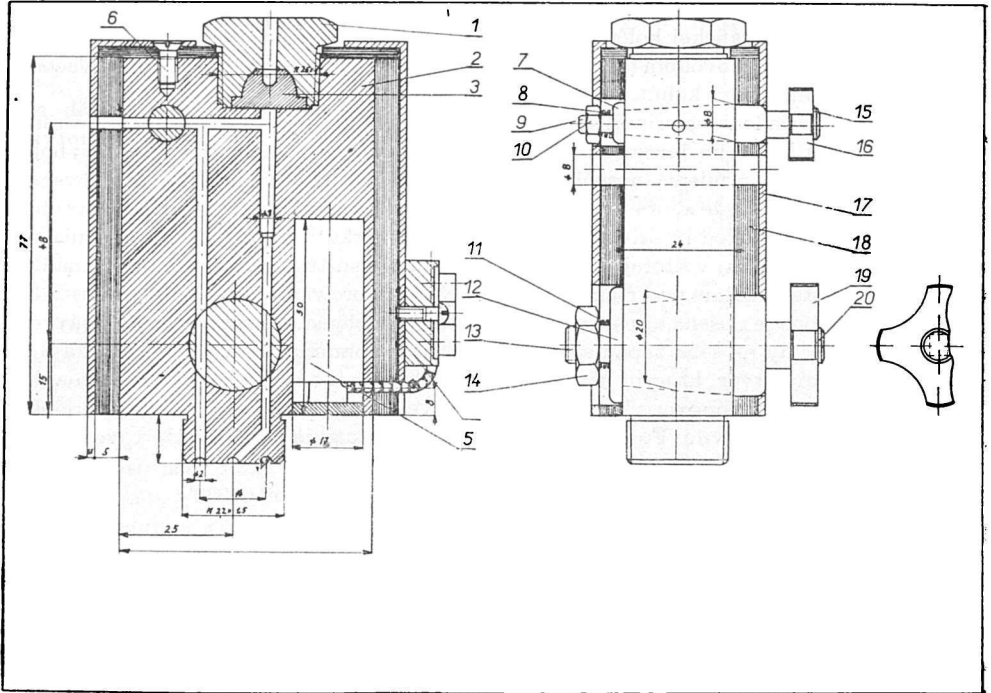
Predpokladom dobrého rozdelenia a kvantitatívneho stanovenia zmesi kvapalných látok plynovou chromatografiou je ich presné dávkovanie a rýchle prevedenie do plynnej fázy. K československému plynovému chromatografu Chrom I v originálnom vybavení je dodávaná obyčajná injekčná striekačka, ktorou sa vzorky priamo vstrekujú do splynovacej komôrky. Vzhľadom na to, že nástrek sa robí za pretlaku nosného plynu, vyžaduje sa od injekčnej striekačky čo najmenší pomer merného a mŕtveho priestoru, dokonalá tesnosť piesta a dostatočne jemné delenie. U nás vyrábané tuberkulínové striekačky sú na priame dávkovanie kvapalných vzoriek do plynového chromatografu Chrom I nevhodné, pretože nespĺňajú ani jednu z uvedených požiadaviek.

Problémom dávkovania kvapalných vzoriek sa zaoberal rad autorov, ktorí opisujú rozličné systémy dávkovačov [1—6]. Otázka presného dávkovania vzoriek je obzvlášť aktuálna pri používaní čs. komerčného prístroja Chrom I, ako to dokazujú práce, špeciálne zamerané na túto problematiku [7—10]. V predloženej práci opisujeme nové riešenie dávkovacieho a splynovacieho zariadenia vlastnej konštrukcie.

Experimentálna časť

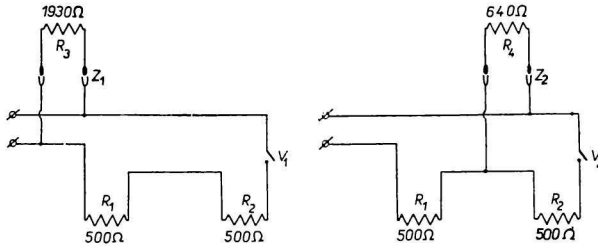
Opis a funkcia zariadenia

Teleso dávkovacieho zariadenia je zhotovené z nehrdzavejúcej ocele. Jadrá kohútov sú z mosadze, aby sa dosiahla ich lepšia tesnosť. Čelný a bočný prierez celého zariadenia je na obr. 1. Vstrekovací otvor je uzatvorený penicilínovou zátkou ako na originálnej komôrke. Vyhrievanie splynovacieho priestoru je realizované vmontovaným samostatným telesom, ktoré sa napojí na pôvodný vyhrievací obvod podľa schémy na obr. 2, a to buď do série — riešenie I, alebo paralelne — riešenie II. V prvom prípade sa vypínačom V_1 rozpojí pôvodný obvod a do zásuvky Z_1 sa zasunie prívod telesa R_4 (1930 Ω , t. j. 25 W), alebo v druhom prípade sa vypínačom V_2 odpojí odpor R_2 a do zásuvky Z_2 sa zasunie



Obr. 1. Čelný a bočný prierez dávkovačom.

1. prítlačná matica; 2. blok telesa; 3. penicilínová zátku; 4. svorkovnica; 5. vyhrievacie teleso; 6. skrutka izolačného obalu; 7 + 12. podložky; 8 + 11, pružiny; 9 + 13. jadrá kohútov; 10 + 14. matice; 15 + 20. upevňovacie skrutky; 16 + 19. ovládacie kolieska; 17. vonkajší obal; 18. azbestová izolácia.



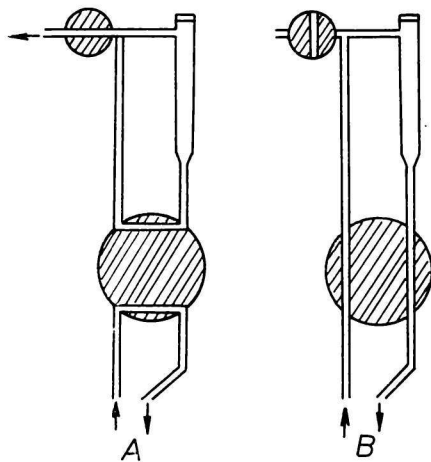
Obr. 2. Schéma zapojenia vyhrievacieho telesa.

I. sériové zapojenie; II. paralelné zapojenie.

prívod telesa R_3 (640Ω , t. j. 75 W). V tomto zapojení bude mať R_3 výkon asi 24 W , čo je približne rovnaká hodnota ako R_2 . R_1 je predradený odpor vyhrievacej špirály a je umiestnený na vnútornej doske termostatu. Vzhľadom na odizolovanie dávkovacieho zariadenia sú podmienky splynovania podobné ako v pôvodnom prístroji. Navyše doba zdržania vzorky v dávkovači môže byť ľubovoľne dlhá.

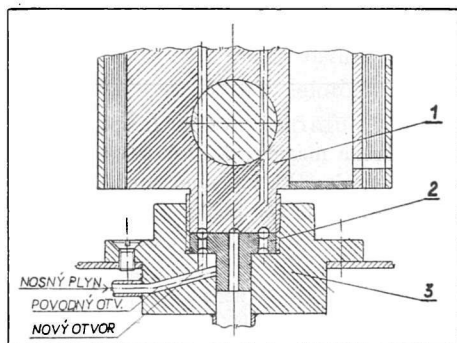
Ak otvory dvojestného kohúta sú vo vodorovnej polohe, prechádza nosný plyn kohútom do chromatografickej kolóny (obr. 3, poloha *A*). Otočením o 90° spojí sa prívod dusíka s nástrekovým obvodom (obr. 3, poloha *B*). Na vyrovnanie pretlaku v dávkovacom obvode slúži jednocestný kohút.

Dávkovacie zariadenie sa pripojí k plynovému chromatografu Chrom I naskrutkovaním na vstrekovaciu komôrku termostatu namiesto záchytky penicilínovej zátky. Aby bolo zabezpečené nútené prúdenie nosného plynu dávkovačom, je originálna vstrekovacia komôrka upravená tak, že zhora je vyvŕtaný 2 mm otvor, vzdialenosti 7 mm od stredu, ktorý sa napojí na pôvodný prívod dusíka. Medzi komôrku a dávkovacie zariadenie sa vsunie teflóňová vložka, v ktorej je zo spodnej strany vysústružený kružnicový kanálik, na štyroch miestach kolmo prevŕtaný tak, že nový otvor pre vstup nosného plynu ústi do kanálíka. Podobne je riešená aj päťka dávkovacieho zariadenia. Po zaskrutkovaní dávkovača kanáliky vždy na seba zapadnú bez ohľadu na polohu vložky a päťky. Vložka má v strede vyvŕtaný otvor, ktorým potom prúdi nosný plyn z dávkovacieho zariadenia do kolóny. Zasunutím teflóňovej vložky do nástrekovej komôrky sa súčasne uzatvorí pôvodný otvor nosného plynu. Funkciu teflóňovej vložky ukazuje detailný náčrt na obr. 4.



Obr. 3. Funkcia kohútov.

A. Dávkovacím zariadením neprechádza nosný plyn pred dávkovaním. *B.* Po splynení vzorky dávkovacím okruhom prechádza nosný plyn.



Obr. 4. Funkcia teflóňovej vložky pri naskrutkovaní dávkovacieho zariadenia na termostat plynového chromatografu. 1. teleso dávkovača; 2. teflóňová vložka; 3. termostat chromatografu.

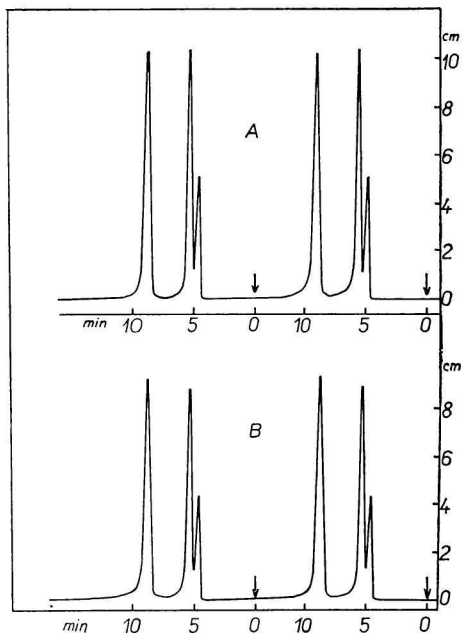
Pracovný postup a výsledky

Dvojestný kohút (13) sa otočí otvormi do vodorovnej polohy, čím sa preruší tok nosného plynu cez nástrekový okruh. Kohútom (9) sa najprv uvoľní pretlak v nástrekovom obvode, kohút sa znova uzatvorí a cez penicilínovú zátku sa injekčnou ihlou, spojenou so Schelbachovou mikropipetou, odmeriava vzorka v množstve 1—100 μl . Pomocou tohto zariadenia možno na dávkovanie použiť aj tuberkulínovú striekačku s mikrometrickým posunom piesta. Keďže pretlak v dávkovacom obvode je zrušený, nedochádza k pretláčaniu vzorky vedľa piesta.

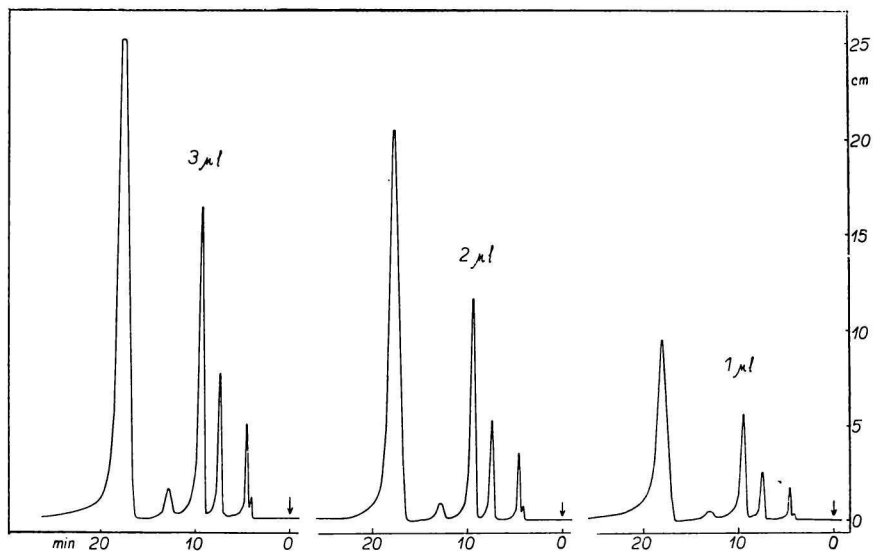
Obr. 5. Chromatografický záznam zmesi metylalkoholu, etylalkoholu a propylalkoholu.

A. dávkované 2,1 μ l injekčnou striekačkou s mikrometrickým posunom piesta; B. dávkované 2,0 μ l tej istej vzorky mikropipetou.

Chromatografická kolóna bola 1,7 m dlhá o priemere 6 mm. Jej náplňou bol *Sterchamol* o zrnitosti 0,1–0,3 mm s polyetylén glykolom 1500 ako zakotvenou fázou v pomere 85 : 15 %. Teplota kolóny bola 100 °C, rozsah zapisovača 0,2 mV, redukcia citlivosti 1/1000, resp. 1/200, prietok vodíka 20 a dusíka 30 ml/min. Posun registračného papiera bol 0,5 cm/min. Teplota splynovača bola približne 130 °C.



Na obr. 5 je znázornená reprodukovateľnosť zápisu chromatografických vln dvoch paralelných stanovení zmesi alkoholov, dávkovaných injekčnou striekačkou s mikrometrickým posunom piesta (krivka A) a jednoduchou mikropipetou (krivka B). V prvom



Obr. 6. Chromatogram zmesi metylalkoholu, etylalkoholu, *n*-propylalkoholu, *i*-butylalkoholu, *n*-butylalkoholu a *i*-amylalkoholu. Dávkované 1, 2 a 3 μ l injekčnou striekačkou.

prípade sa pipetovalo 2,1 μl , v druhom 2,0 μl . Obr. 6 ukazuje chromatografické krivky zmesi alkoholov, dávkaných v množstvách 1, 2 a 3 μl injekčnou striekačkou za rovnakých podmienok ako v predchádzajúcom prípade. Z výsledkov vidieť, že reprodukovateľnosť dávkaných množstiev vzoriek je pomerne dobrá.

Záver

Výhodou navrhovaného zariadenia je, že vzorku možno dávkovať jednoducho mikropipetou. Počas dávkovania a splynovania nie je prerušený prúd nosného plynu, takže záznam nulovej čiary sa nemení ani pri vysokej citlivosti zapisovača. Montáž a demontáž zariadenia je jednoduchá a rýchla. Použitelnosť zariadenia sa preskúšala do 150 °C, pri vyšších teplotách zábrusy dostatočne netesnili.

Zariadenie bolo zhotovené v dielňach vedeckého výskumu Chemickej fakulty SVŠT. Za technické rady a pripomienky pri realizácii ďakujem vedúcemu dielni Š. Šefčíkovi a za zhotovenie dávkoča E. Krátkemu.

ДОЗИРУЮЩЕЕ И ГАЗИФИЦИРУЮЩЕЕ ПРИСПОСОБЛЕНИЕ К ГАЗОВОМУ ХРОМАТОГРАФУ ХРОМ I

А. Прибела

Кафедра химии и технологии сахаридов и пищевых продуктов
Словацкого политехнического института, Братислава

Описывается дозирующее и газифицирующее приспособление к газовому хроматографу Хром I. С помощью двухходового крана газ-носитель вводится в колонну прямо или через дозирующую часть прибора. Перед введением образца в дозирующей части прибора выравнивается давление газа-носителя с атмосферным давлением одноходовым краном, что дает возможность дозировать жидкие образцы обычной микропипеткой, законченной иглой для впрыскивания или туберкулиновым шприцем с микрометрическим сдвигом поршня. Газификация образца производится отдельно нагреваемым приспособлением, смонтированным в установку. Нагревательный прибор подключается в первоначальную цепь несложно. Дозирующее приспособление навинчивается на термостат газового хроматографа и с помощью специальной тефлоновой прокладки обеспечивается принудительное прохождение газа — носителя через дозирующую часть. Газификация и воспроизводимость записи хроматограммы является хорошей.

Preložila T. Dillingerová

DOSIERUNGS- UND VERGASUNGSVORRICHTUNG
ZUM GASCHROMATOGRAPHEN CHROM I

A. Príbela

Lehrstuhl für Chemie und Technologie der Saccharide und Lebensmittel
an der Slowakischen Technischen Hochschule, Bratislava

Es wird eine Dosierungs- und Vergasungsvorrichtung zum Gaschromatographen Chrom I beschrieben. Mittels eines Zweiweghahns wird das Trägergas direkt oder durch einen Dosierungskreis in die Kolonne eingeführt. Vor dem Zusetzen der Probe wird im Dosierungskreis der Überdruck des Trägergases mit dem atmosphärischen Druck durch einen Einweghahn ausgeglichen, wodurch es ermöglicht wird, flüssige Proben mittels einer einfachen Mikropipette, die in einer Injektionsnadel endigt, oder mittels einer Tuberkulinspritze mit einer mikrometrischen Verschiebung des Kolbens zu dosieren. Die Vergasung der Probe erfolgt durch einen selbständig geheizten Körper, der in diese Vorrichtung eingebaut ist. Der Heizkörper wird in den ursprünglichen Kreis mittels einer kleinen Anordnung eingeschaltet. Die Dosierungsvorrichtung wird an den Thermostaten des Gaschromatographen angeschraubt, und mit Hilfe einer speziellen Tefloneinlage wird sichergestellt, daß der Trägergasstrom durch die Dosierungsvorrichtung hindurchzutreten genötigt wird. Die Vergasung und die Reproduzierbarkeit der chromatographischen Registrierung sind gut.

Preložil K. Ullrich

LITERATÚRA

1. James A. T., Martin A. J. P., *Biochem. J.* **50**, 679 (1952).
2. Joklík J., Bažant V., *Chem. listy* **53**, 277 (1959).
3. Kaiser R., *Gaschromatographie*, 68. Akademische Verlagsgesellschaft, Leipzig 1960.
4. Patton H. W., Poey G. P., *Anal. Chem.* **28**, 1685 (1956).
5. Ray N. H., *J. Appl. Chem.* **4**, 21 (1954).
6. Šingliar M., *Plynová chromatografia v praxi*, 97. Slovenské vydavateľstvo technickej literatúry, Bratislava 1961.
7. Dubský H. E., Janák J., *J. Chromatography* **4**, 1 (1960).
8. Berezkin V. G., Janák J., *Zavod. lab.* **12**, 1506 (1962).
9. Kavan I., *Chem. listy* **58**, 309 (1964).
10. Baštář L., *Chem. listy* **58**, 683 (1964).

Do redakcie došlo 20. 4. 1964

Adresa autora:

Inž. Alexander Príbela, Katedra chémie a technológie sacharidov a potravín SVŠT,
Bratislava, Kollárovo nám. 2.