



CHROM G10

KOMPAKTNÍ PLYNOVÝ CHROMATOGRAF

Konec dvacátého století se zdál být i koncem plynové chromatografie. Až do masového nasazení kapilárních křemenných kolon se zdálo, že místo na slunci bude patřit kapalinové chromatografii a dalším analytickým technikám. Nestalo se tak. Renesance plynové chromatografie v novém století je spjata nejen s křemennými kolonami, ale také s novými stacionárními fázemi a rozšířením hmotnostních detektorů (GC-MS). A tak je dnes plynová chromatografie stále populární metodou a to nejen ve výzkumných laboratořích, ale stále více v kontrolních průmyslových laboratořích a přímo v provozech při on-line měřeních. A právě do této oblasti směřuje nový chromatograf CHROM G10. Labio vyvíjí a vyrábí plynové chromatografy od roku 1993. Jméno nejnovějšího typu – CHROM G10 – bylo vybráno, jako alespoň symbolické ocenění pionýrů české chromatografie. Podobně jako jeho předchůdci řady GC je i CHROM G10 malý kompaktní přístroj, odolné konstrukce, vyrobený převážně z nerezavějící oceli. Je vhodný nejen pro laboratoře ale i do méně příznivých provozních podmínek chemických výroby.



Celkový pohled na chromatograf CHROM G10

Přesto je ale CHROM G10 moderní přístroj disponující všemi moderními funkcemi a vyznačující se špičkovou citlivostí. Je určen pro všechny typy chromatografických analýz a je dodáván v jedno nebo dvoukanálovém provedení s množstvím různých injektorů a detektorů.

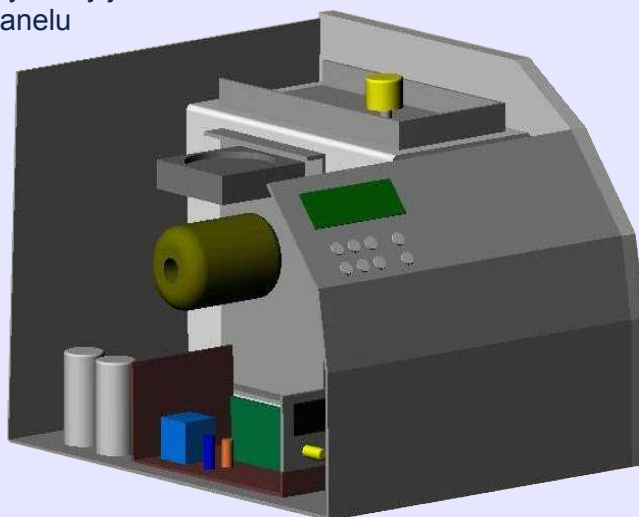
Ovládání přístroje je intuitivní s využitím rozměrného grafického displeje a disponuje velkou universálností a variabilitou. CHROM G10 je vyráběn v podmínkách striktní kontroly kvality podle ISO 9001 standardů.

Výroba je organizována tak, že každá jednotka může být široce uzpůsobena požadavkům zákazníka. Každý přístroj skládající se z předmontovaných modulů je finalizován až po přijetí konkrétní objednávky. Tak nedochází při zákaznických úpravách k nepříjemnému zvýšení cen nebo prodloužení dodacích termínů.

Vnější i vnitřní díly skříně CHROM G10 jsou vyrobeny z nerezové oceli. Vnější plášť je kombinací ekologických plastových bočnic (materiál není

vyráběn z ropných produktů) a tvarovaných panelů vyrobených ze zpevněného nerezového plechu se speciální povrchovou úpravou, která usnadňuje čištění a údržbu. Jednoduchá klávesnice je osazena individuálními tlačítky s dobře znatelným okamžikem sepnutí, které je možno ovládat i v rukavicích. Tlačítka jsou pokryta odolnou práškovou barvou a symboly jsou na ně vypalovány laserem. Každé tlačítko je pod úrovní panelu osazeno těsnícím o-kroužkem, který zabraňuje vnikání kapalin do skříně přístroje.

Kolonový termostat je situován do levé části skříně a je vyroben z velmi tenkého nerezového plechu v kombinaci s lehkou keramickou izolací s malou tepelnou kapacitou. Velké servomotory kontrolované chladicí klapky jsou umístěny v přední i zadní části přístroje. Otevření klapky i otáčky ventilátorů vhánějících do přístroje chladný vzduch jsou kontrolovány programem vestavěného mikropočítače. To spolu s rozměrným vysokotáčkovým kolem hlavního ventilátoru, který je uložen v boční stěně termostatu - vytváří podmínky pro perfektní homogenitu teploty v termostatu a to nejen při ustálené teplotě, ale především při použití teplotních



Průřez CHROM G10

gradientů. V moderní chromatografii je prakticky každá analýza prováděná v modu proměnné teploty a proto je právě homogenita a reprodukovatelnost teploty v době jejího růstu velmi důležitá.

V levé části skříňe přístroje je umístěn blok řízení průtoku plynů a blok elektroniky. Injektory a detektory jsou situovány v odklopném víku termostatu. Plynová a elektrická instalace ve víku je zakryta lehce odnímatelným pomocným panelem. Po zdvižení víka a sejmutí krycího panelu je možno připojovat kolony k injektorům i detektorům či vyměňovat díly injektoru (linery, těsnění atd.). Předzesilovač FID detektoru je umístěn rovněž přímo ve víku přístroje v robustní hliníkové skříňce a jeho spojení s hlavou detektoru je tvořeno pevnou ocelovou trubkou, kterou procházejí elektrické kabely. Tato konstrukce zajišťuje velmi nízkou úroveň šumu a vysokou citlivost detektoru.

Chromatograf je dodáván buď s jedním (jednokanálová verze) nebo se dvěma injektory (dvoukanál) různých typů.

Standardem je split-splitless injektor, který může být použit nejen pro kapilární kolony, ale i jako on column injektor pro kolony náplňové (vnější průměr 1/8", 5mm, 1/4") po vyjmutí lineru a vymezující vložky.

V případech, kdy je vyžadována vysoká citlivost je možno použít splitless injektor pro kapilární kolony.

Vzorky jsou nástřikovány přímo do kolony s pomocí tenké křemenné kapiláry připojené k mikrostřikačce. Kapilára se v okamžiku nástřiku zanořuje do předkolony vnitřního průměru 0.53 mm, která je 1,6 m dlouhá (předkolona je součástí dodávky injektoru). Protože křemenná kapilára na mikrostřikačce je křehká, je nutné její proniknutí do injektoru usnadnit. Děje se tak využitím septa s otvorem, který je v normální poloze uzavřen stlačením a otevírá se ručně jen na dobu nástřiku.

Jestliže je chromatograf užíván pro provozní aplikace, jsou zpravidla vyžadovány opakované nástřiky plyných vzorků. K tomu je vhodné použít smyčkový dávkovač, který je dodáván v ruční nebo motorizované verzi, termostatovaný nebo netermostatovaný. Jeho montáž na víko termostatu je jednoduchá a vstup do injektoru je proveden běžnou jehlou, která prochází septem split-splitless injektoru. Přívod nosného plynu do injektoru je v tomto případě odpojen a plyn je veden na vstup smyčkového dávkovače. Upravený smyčkový dávkovač může být s určitými omezeními, která plynou z objemu smyčky a rychlosti odpařování kapaliny, použit i pro nástřik kapalných vzorků.

Speciální položkou v nabídce injektorů pro G10 je PTV (injektor s programovaným odpařováním) jehož konstrukce je založená na zkušenostech společnosti s ohřevem kovových kapilár přímo průchodem elektrického proudu. Tělo PTV injektoru je vyrobeno z tenkostěnné ocelové trubky s vyztuženými konci. Trubka je vyhřívána průchodem el. proudu o nízkém napětí a vysoké intenzitě. Křemenný liner

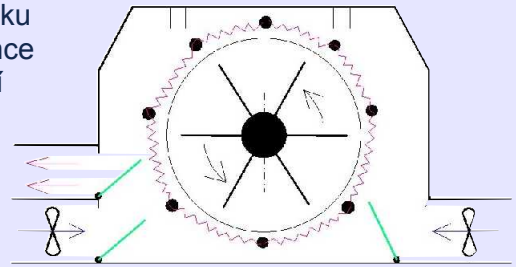
vložený do trubky slouží k odpařování vzorku. Injektor je v horní části vybaven oplachem septa. Ke spodní části je připojena kolona.

Vyhřívání trubky je opatřeno pláštěm do kterého je v případě potřeby dávkováno chladicí médium (kapalný dusík nebo CO₂). Toto uspořádání dovoluje používat PTV v širokém rozsahu teplot od -150 °C do +350 °C. Nárůst teploty může být realizován v desítkách vteřin.

Pro CHROM G10 je k dispozici také SPME injektor. Ten slouží k nástřiku vzorků adsorbovaných na speciálním vláknu. Jedná se o modifikaci standardního split – splitless injektoru.

Složitější konstrukcí se vyznačuje pyrolyzátor PY 300, dodávaný (stejně jako PTV) jako samostatný přístroj s vlastní ovládací jednotkou. K rozkladu vzorku v PY 300 dochází v miniaturním křemenném kelímku účinkem zvýšené teploty. Teplota je generována průchodem proudu platinovým drátem, který obtáčí kelímek.

CHROM G10 může být vybaven jakýmkoli ze tří detektorů nebo kombinací dvou z nich (dvoukanálové provedení). Plamenionizační detektor (FID) s tryskou o průměru 0.5 mm má vysokou citlivost a nízký šum. Hlava detektoru je jednoduše přístupná pro čištění, které je však nutné jen ve zcela vyjimečných případech. Vodíkový plamének je zapalován piezoelektrickým zapalovačem. Namísto standardní trysky je do detektoru možno našroubovat výměnnou trysku se stlačeným blokem CsCl. Tím se detektor změní na vysoce citlivý



Proudění vzduchu v termostatu



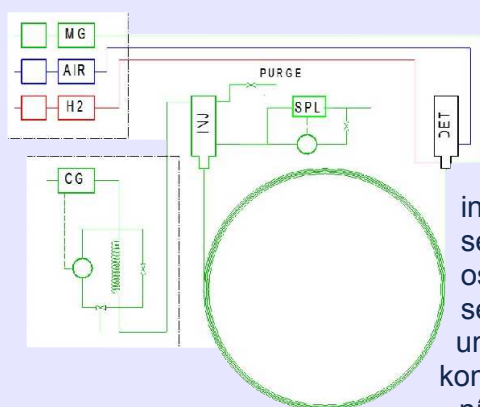
CHROM G10 s otevřeným víkem

NPD detektor. Citlivost vůči sloučeninám obsahujícím dusík, fosfor a síru se zvýší o dva řády. Tepelně vodivostní detektor (TCD) s plněprůtočnými celami objemu 300 μ l a pozlacenými vlákny je použitelný i pro kapilární kolony, pokud uživatel nedá přednost speciálnímu miniaturnímu TCD detektoru s celami o objemu pouhých 70 μ l. Chromatografy CHROM G10 jsou vybaveny obvodem, který přeruší vyhřívání vláken TCD detektoru v případě, že dojde k přerušení dodávky plynu.

Detektor elektronového záchytu (ECD) je selektivní detektor s vysokou citlivostí pro látky obsahující heteroatomy. Certifikované hlavy se zářičem Ni 64 odebírá Labio od firmy Gow-mac Ltd. (Irsko). Elektronika je vyráběná v ČR. Detektor pracuje v AC modu (konstantní proud) ale má možnost pracovat i v DC modu.

Další sofistikované detektory pro CHROM G10 jsou dodávány jako samostatné přístroje připojované k chromatografu. V první řadě je nutno jmenovat multispektrální VUV detektor INSCAN A, který vyrábí Labio a.s. podle švédských patentů. Tento detektor, který je schopný pracovat současně v celém spektru od 170 nm do 330 nm je určen k přímému rozpoznávání separovaných sloučenin. V oblasti velmi krátkých světelných vln absorbují prakticky všechny sloučeniny s výjimkou alifatických uhlovodíků.

Fotoionizační detektor (PID) je GC detektor který selektivně reaguje na aromatické a olefinické uhlovodíky v přítomnosti nasycených uhlovodíků. Detektor se skládá z ionizační cely, UV lampy a kolonového adaptéru. Pulsní plamenofotometrický detektor (PFPD) reprezentuje nejnovější vývoj v oblasti tohoto typu detektorů a je optimalizován pro selektivní detekci síry, fosforu a dalších prvků. Plynové hospodářství G10 je plně automatizováno. Nosný plyn je kontrolován elektronicky v širokém rozmezí zpětnovazebním regulátorem s proporčním elektromagnetickým ventilem. Regulátor umožňuje nastavení modu konstantního průtoku nebo konstantního tlaku. Průtok pomocných plynů je řízen jednoduššími pulsními kontroléry osazenými rychlými elektromagnetickými ventily s proměnným intervalem otevření. Tlumiče pulsů jsou tvořeny kolonkami naplněnými sférickým silikagelem a přispívají svým dílem k nízkému šumu detektorů CHROM G10.



Plyny v systému CHROM G10

Chromatograf může být provozován ve standardním modu s konstantním tlakem nosného plynu (EPC) nebo v modu konstantního průtoku. V tomto případě je kontrolován tlakový spád na měrné kapiláře, který je úměrný rychlosti průtoku. Aby byla tato regulace efektivní i s injektory, která využívají oplach septa, je oplachový výstup plynu osazen solenoidovým ventilem, který se uzavírá při kalibraci průtoku; to umožňuje používat mod konstantního průtoku i při velmi nízkých rychlostech.

Chrom G10 jako první chromatograf z produkce Labio a.s. používá plně elektronický splitter. Před počátkem

práce se splitterem systém uloží do paměti tlak na koloně (P) v předpokládaném času nástřiku. V okamžiku nástřiku a otevření splitteru je rychlost průtoku zvýšena na hodnotu odpovídající součtu průtoku kolonou a přednastavené rychlosti průtoku splitterem, který je osazen elektronickým regulátorem průtoku. Proporční ventil splitteru pracuje ve zpětné vazbě tak, aby po dobu otevření splitteru udržel na vstupu do kolony tlak P, zajišťující potřebný průtok kolonou i splitterem. Údržba chromatografu G10 je jednoduchá, protože přístroj je konstruován z nezávislých výměnných funkčních bloků. Po odejmutí



CHROM G10 s UV detektorem INSCAN



Autosampler ASAM G40

horního předního panelu je možný přístup ke kompletnímu plynovému hospodářství. Rovněž lehce odnímatelný přední spodní panel umožňuje přístup k deskám plošných spojů tvořících „mozek“ chromatografu a k přední klapce přívodu studeného vzduchu. Zadní klapky jsou přístupné po odmontování zadního panelu pod víkem termostatu.

Autosampler ASAM G40 je určen pro automatické dávkování vzorků v chromatografu CHROM G10. Až 40 vzorků může být nástřikováno standardním septovým injektorem. Proces nástřiku je identický s ručním nástřikem a proto nemusí být injektor modifikován a ruční nástřik může být nadále podle potřeby používán.

ASAM G40 se skládá z elektronické jednotky a nástřikové jednotky. Elektronika je instalována ve skříni která se umísťuje vedle chromatografu. Box je vybaven dvouliniovým alfanumerickým displejem a klávesnicí. Jeho generátory pohánějí všechny motory nástřikové jednotky. ASAM G40 umožňuje programovat sekvenci vialek se vzorky (40 kusů s víčky opatřenými septy, objem 1 ml každá), čas analýzy, nástřikovaný objem a metodu čištění mikrostríkačky před a po nástřiku.

Vlastní nástřiková jednotka sestává z platformy s karuselem a věží s mikrostríkačkou. Polypropylenový karusel má na obvodu otvor, kterým prochází mikrostríkačka v době nástřiku. Věž je osazena 5 ul mikrostríkačkou (Hamilton) a krokovým motorem pro pohyb stríkačky a dalším motorem pro pohyb pístu. Věž je umístěna přímo nad standardním septovým injektorem. Mikrostríkačka po naprogramovaném promytí (nádobky s rozpouštědlem a odpadem jsou umístěny na obvodu karuselu) nasaje požadovaný objem vzorku, karusel se otočí do polohy kdy je otvor v něm přímo nad injektorem, mikrostríkačka se přesune do dolní polohy, jehla pronikne septem a píst se rychle stlačí.

Bezprostředně nato je dán signál datastanici k záznamu chromatogramu. ASAM G40 je plně kompatibilní s datastanicí CLARITY (Dataapex).

CHROM G10 - technické parametry

Váha	35 kg
Rozměry (v x š x h)	415 mm x 420 mm x 540 mm
Rozměry termostatu	120 mm šířka x 240 mm výška , objem 10 l
Podmínky použití	10 °C – 40 °C
Napětí a příkon	230 V, 1800 W
Teplotní program termostatu	5 ramp, 6 isothermálních úseků, max. nárůst 100°C/min, 1 °C nastavení
Teplota termostatu	Pokožová + 4°C až + 450°C -40°C až 450° C při chlazení CO ₂ -99°C to 450° C při chlazení kapalným N ₂
Chalduť termostatu	Z 400 °C na 50°C za 5 min. Z 300 °C na 50°C in 3,5 min.
Injektory, max. 2 - současně pracující, společná teplota	a) split-splitless pro kapilární kolony b) on column pro náplňové kolony c) on column pro kapilární kolony d) flash injektor pro těžké uhlovodíky e) PTV injektor pro kapilární kolony f) smyčkový injektor g) termodesorpční injektor h) injektor - pyrolyzátor
Split-splitless injektor	Programovaný stop, programované zpoždění
Detektory, max. 2	a) FID (+ NPD) b) TCD objem 300 ul c) mikro TCD objem 70 ul d) ECD, Ni 64, AC + DC módy
FID detektor	Max. teplota 450 °C Detekční limit 2 pg C/s Linearita 1,000,000
ECD detektor	Max. teplota 300 °C Detekční limit 20 fg/s (lindane) Linearita 10,000
TCD detektor	Max. teplota 300 °C Detekční limit 900 pg/s Linearita 100,000
Nosný plyn, max. 2 nezávislé regulátory	El. tlaková kontrola, 2 rampy, 3 isobarické úseky El. kontrola průtoku 1,0 – 20,0 ml/min Max. tlak 2,5 bar Max. tlak nárůst 1 bar/min Přesnost 0,005 bar Max. celkový průtok 150 ml/min
Splitter	Electronický kontrola průtoku, průtok 1,0 – 150,0 ml/min (nastavení na dusík nebo helium)
Make up gas (FID, TCD, ECD)	El. kontrola průtoku 14 – 32 ml/min
Ref. cela (TCD)	El. kontrola průtoku 10 – 50 ml/min
Vzduch (FID)	El. kontrola průtoku 50 - 156 ml/min
Vodík (FID)	El. kontrola průtoku 22 – 61 ml/min
Displej	grafický, 240x60, podsvícený, 7 řádek
Klávesnice	8 tlačítek

CHROM G10 – dostupné kombinace

CHROM G10 E	Plynový chromatograf jednonábový, ECD, pro kapilární i náplňové kolony, split/splitless injektor (elektronicky nastavitelný splitrovací poměr, čas otevření a zpoždění otevření), el. kontrolovaný nosný plyn (tlak nebo průtok) i make-up gas (průtok), prog. Teplota termostatu (350 °C, 5 ramp) i tlaku (do 250 PSI, 2 rampy), grafický sedmiřádkový displej, klávesnice, komunikace s PC (na zvláštní objednávku)
CHROM G10 F	Plynový chromatograf jednonábový, FID (NPD tryska), pro kapilární i náplňové kolony, split/splitless injektor (elektronicky nastavitelný splitrovací poměr, čas otevření a zpoždění otevření), el. kontrolovaný nosný plyn (tlak nebo průtok) i vodík, vzduch a make-up gas (průtoky), prog. teplota termostatu (450 °C, 5 ramp) i tlaku (do 250 PSI, 2 rampy), grafický sedmiřádkový displej, klávesnice, komunikace s PC (na zvláštní objednávku)
CHROM G10 FE	Plynový chromatograf dvoukanábový, FID (NPD tryska) ECD, pro kapilární i náplňové kolony, 2 split/splitless injektory (elektronicky nastavitelný splitrovací poměr, čas otevření a zpoždění otevření), el. kontrolované nosné plyny (tlak nebo průtok) i vodík, vzduch a 2x make-up gas (průtoky), prog. teplota termostatu (450 °C, 5 ramp) i tlaku (do 250 PSI, 2 rampy), grafický sedmiřádkový displej, klávesnice, komunikace s PC (na zvláštní objednávku)
CHROM G10 FF	Plynový chromatograf dvoukanábový, 2x FID (NPD tryska), pro kapilární i náplňové kolony, 2 split/splitless injektory (elektronicky nastavitelný splitrovací poměr, čas otevření a zpoždění otevření), el. kontrolované nosné plyny (tlak nebo průtok) i vodík, vzduch a make-up gas (průtoky), prog. teplota termostatu (450 °C, 5 ramp) i tlaku (do 250 PSI, 2 rampy), grafický sedmiřádkový displej, klávesnice, komunikace s PC (na zvláštní objednávku)
CHROM G10 FT	Plynový chromatograf dvoukanábový, FID (NPD tryska), TCD, pro kapilární i náplňové kolony, 2 split/splitless injektory (elektronicky nastavitelný splitrovací poměr, čas otevření a zpoždění otevření), el. kontrolované nosné plyny (tlak nebo průtok) i vodík, vzduch, make-up gas, ref. cela (průtoky), prog. teplota termostatu (450 °C, 5 ramp) i tlaku (do 250 PSI, 2 rampy), grafický sedmiřádkový displej, klávesnice, komunikace s PC (na zvláštní objednávku)
CHROM G10 T	Plynový chromatograf jednonábový, TCD, pro kapilární i náplňové kolony, split/splitless injektor (elektronicky nastavitelný splitrovací poměr, čas otevření a zpoždění otevření), el. kontrolovaný nosný plyn (tlak nebo průtok) ref. cela (průtok), prog. teplota termostatu (450 °C, 5 ramp) i tlaku (do 250 PSI, 2 rampy), grafický sedmiřádkový displej, klávesnice, komunikace s PC (na zvláštní objednávku)
CHROM G10	Plynový chromatograf jednonábový, bez detektoru (instalovaná vytápěná podložka detektoru, pro kapilární i náplňové kolony, split/splitless injektor (elektronicky nastavitelný splitrovací poměr, čas otevření a zpoždění otevření), el. kontrolovaný nosný plyn (tlak nebo průtok) ref. cela (průtok), prog. teplota termostatu (450 °C, 5 ramp) i tlaku (do 250 PSI, 2 rampy), grafický sedmiřádkový displej, klávesnice, komunikace s PC (na zvláštní objednávku)

© Labio a.s. Prague, 2008

Vyvinul a vyrábí :

LABIO A.S.

HEYROVSKÉHO NÁMĚSTÍ 2

PRAHA 6, ČR

TEL 00420 235360074

FAX 00420 235363723

MAIL SALES@LABIO.COM

WWW.LABIO.CZ