



© 2012 ЗАО СКБ «Хроматэк»
424000, г. Йошкар-Ола, ул. Строителей, 94.
Тел. (8362) 68-59-68, 68-59-70, 68-59-42,
факс (8362) 68-59-16
sales@chromatec.ru,
<http://www.chromatec.ru>

Двумерная газовая хроматография (Heart Cut GC, GCx2) на элементах Дина (Dean switch)

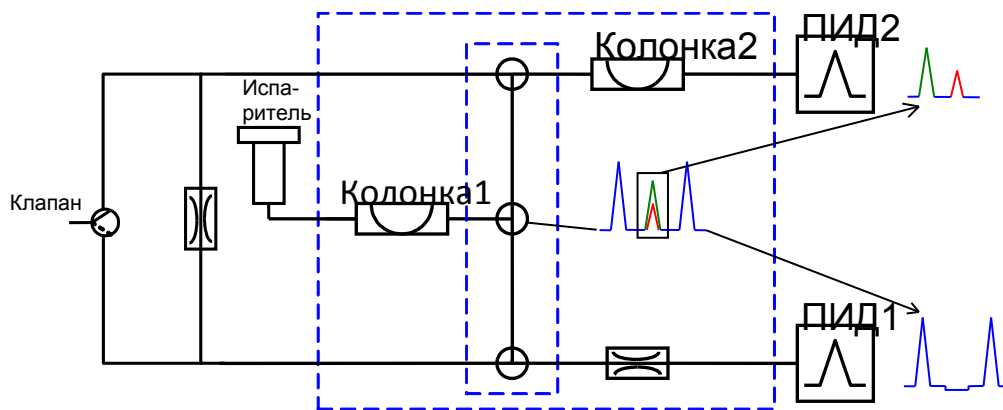
При анализе сложных смесей на капиллярной колонке, мы постоянно сталкиваемся с тем, что не можем достаточно эффективно разделить все компоненты на одной колонке.

А для лучшей идентификации нам часто требуется проверить тот или иной компонент на селективном детекторе. Например, галогенсодержащий – на электрозахватном, серосодержащий – на пламенно-фотометрическом, или идентифицировать их на масс-спектрометрическом детекторе. Однако, переставлять для этого колонку – слишком хлопотно.

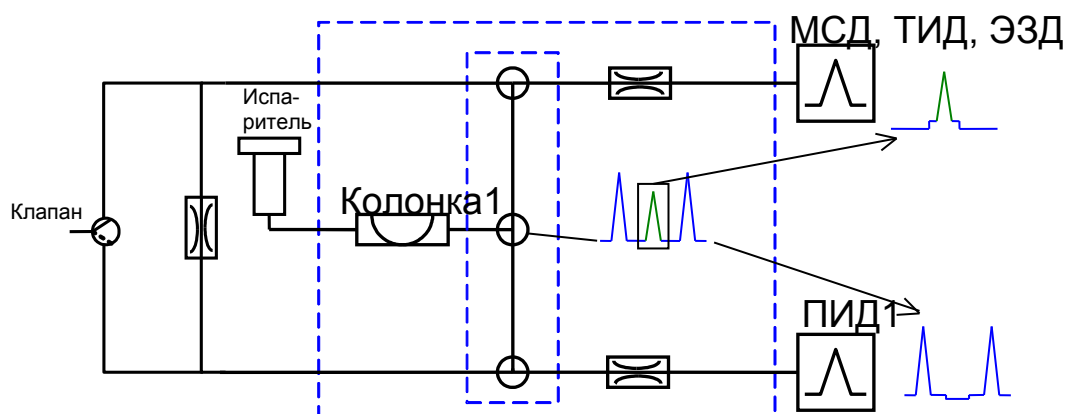
Модуль переключения потоков (МПП) от СКБ «Хроматэк» даёт вам шанс реализовать эти возможности на вашем хроматографе.

Назначение

Полное разделение: выделение пиков и перенос их на колонку с фазой другой полярности (например, анализ оксигенатов в бензине по EN 13132 и EN 12177) или просто на более эффективную колонку для последующего разделения:



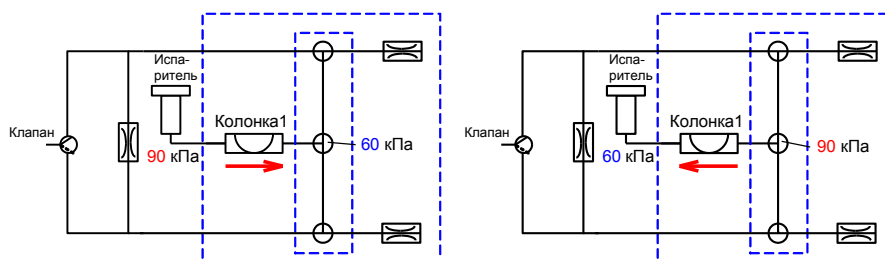
Точная идентификация: выделение пиков и перенос их в селективный или масс-спектрометрический детектор (МСД):



Установив СПП, в дополнение к основным функциям, Вы приобретаете новые возможности по управлению потоками:

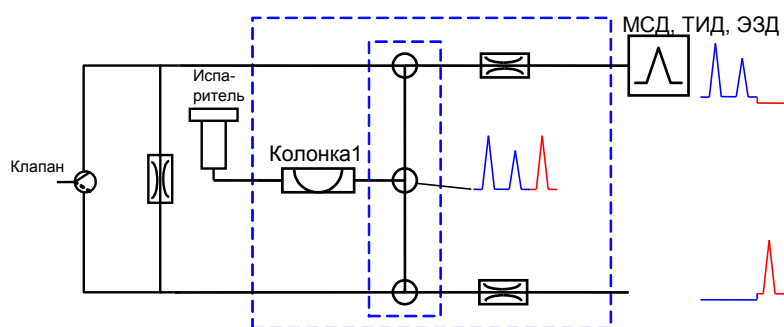
обратная продувка колонки:

существенно сокращает время анализа и предохраняет детекторы от загрязнения тяжелыми компонентами пробы



отдувка высококипящих компонентов пробы в атмосферу:

исключает излишнее загрязнение детектора, тем самым увеличивая интервал между его чистками.



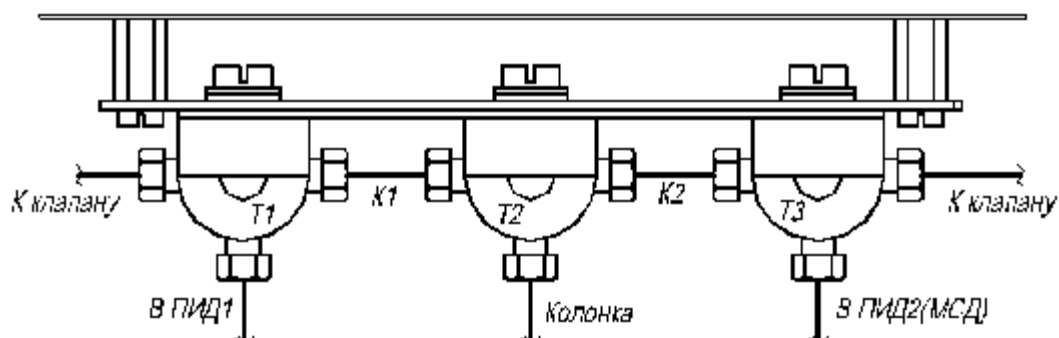
Если к тому же Ваш хроматограф укомплектован МСД, использование СПП даёт такому прибору дополнительные преимущества, в сравнении с обычной системой ГХ-МСД:

- поддерживает МСД в «чистом» состоянии в него направляются только те компоненты, которые нуждаются в идентификации;
- позволяет менять колонку, не выключая МСД не требует при этом времени на откачку;
- продлевает срок службы филамента МСД т.к. время выхода растворителя определяется на другом детекторе;
- упрощает процедуру задания режима МСД на время выхода растворителя поток направляется в детектор, работающий в паре с МСД, а режим работы МСД при этом остаётся без изменения.

Устройство и работа

Основной рабочий элемент МПП – узел тройников – состоит из тройников Т1-Т3, капилляров К1, К2 и устанавливается в термостате колонок.

Главная особенность тройников – чрезвычайно малые внутренние объёмы. Это предотвращает размывание пиков и уменьшает контакт пробы с металлом.



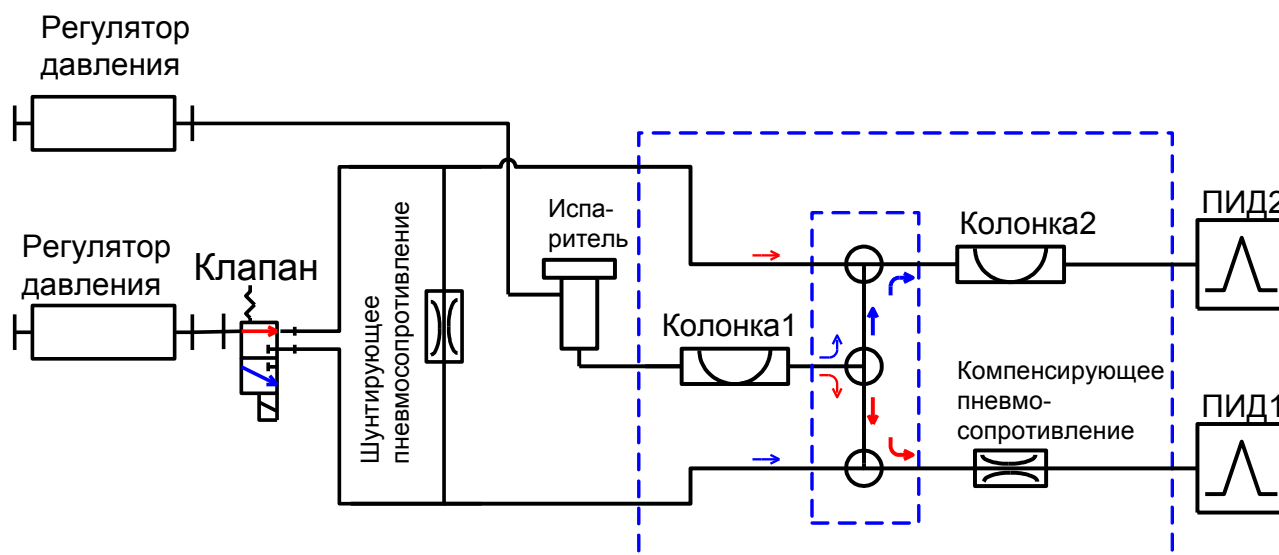
Управляющим элементом СПП является переключающий клапан, установленный в газовом отсеке хроматографа. На вход клапана подаётся постоянное давление. Переключая клапан, мы подаём это давление либо в тройник Т1, либо в тройник Т3. Направление движения пробы в зависимости от положения клапана на выглядит следующим образом:

Давление из клапана – в Т3: Колонка → Т2 → К1 → Т1 → ПИД1

Давление из клапана – в Т1: Колонка → Т2 → К2 → Т3 → ПИД2 (МСД)

Пример алгоритма работы СПП при переносе пиков на другую колонку (EN 13132)

- Положение клапана 1 (красные стрелки): проба из колонки 1 (ТСЕР) направляется в ПИД1 через компенсирующее пневмосопротивление.
- Положение клапана 2 (синие стрелки): проба из колонки 1 направляется в колонку 2 (CP-Sil 5CB) и ПИД2 для разделения компонентов, не разделенных в первой колонке.
- Клапан переводится в положение 1: проба из колонки 1 вновь направляется в ПИД1.

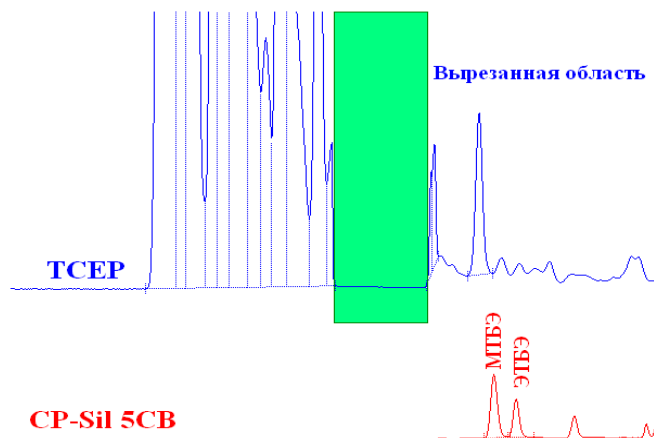


Результатом работы такого алгоритма является хроматограмма, записанная параллельно на ПИД1 и ПИД2.

Как видно из рисунка, разделение на колонке 2 вполне достаточное. При этом в качестве колонки 1 можно использовать колонку с худшими параметрами раз-

деления, чем в том случае, когда она работает одна. Общее время анализа при этом можно сократить.

Второй пример использования такой схемы – делить последовательно на колонках 1 и 2 лёгкие компоненты, а тяжёлые направлять сразу в детектор, мимо колонки 2.



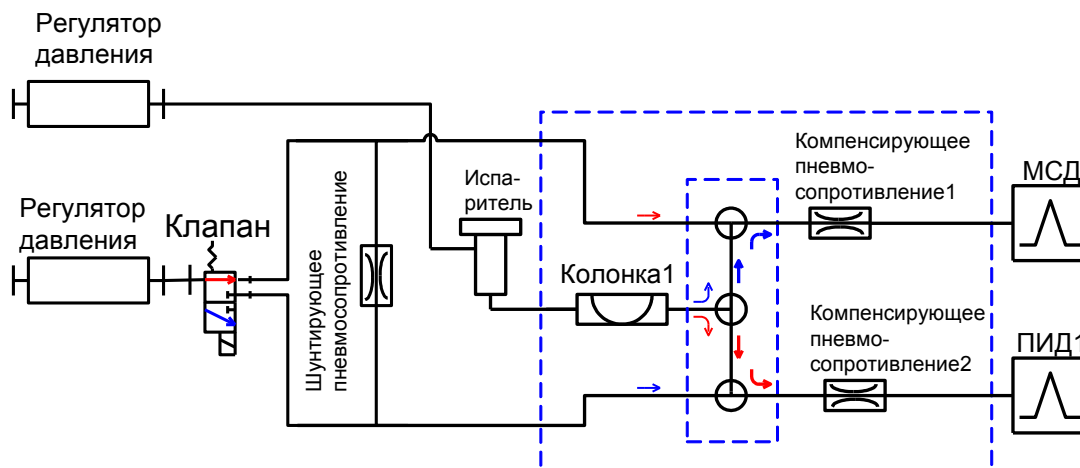
Пример работы СПП при переносе пиков на другой детектор

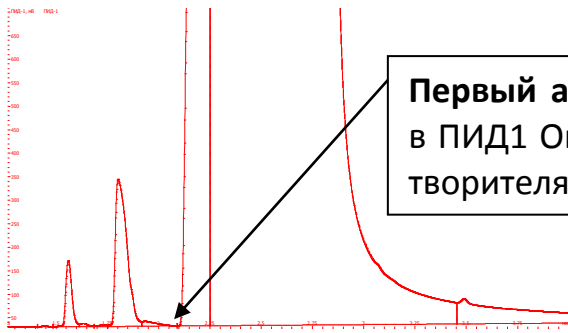
В общем случае может быть использована абсолютно любая пара детекторов. На практике, в зависимости от определяемых компонентов, удобнее пользоваться парой «селективный-неселективный»:

Детектор 1 (селективный)
МСД, ЭЗД, ТИД, ФИД, ПФД

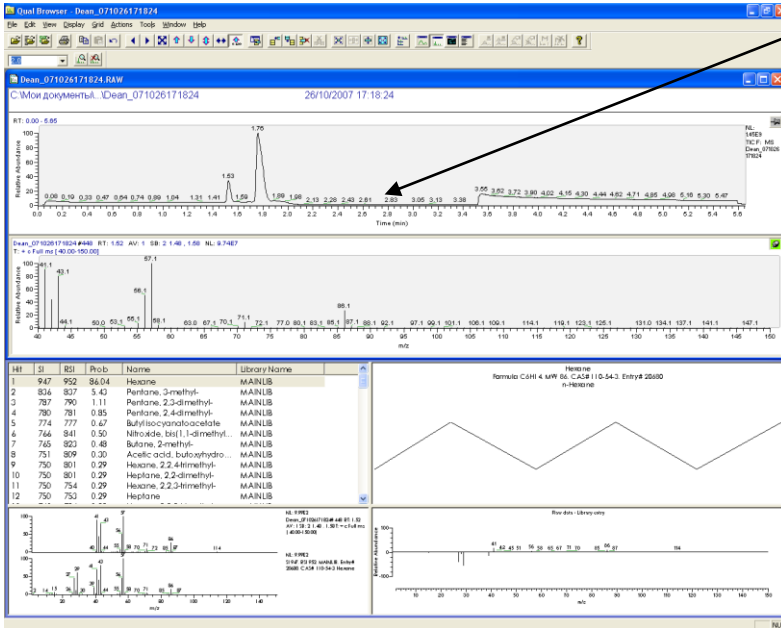
Детектор 2 (неселективный)
ПИД, ДТП

Рассмотрим работу СПП на примере пары ПИД-МСД

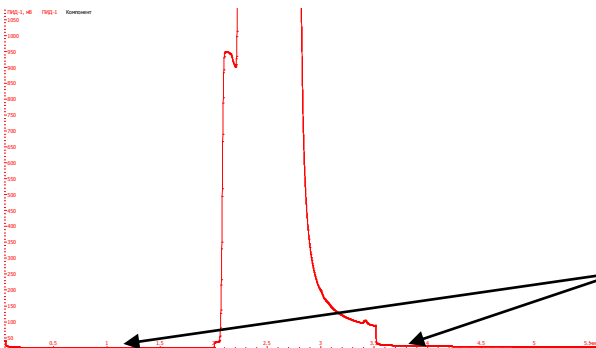




Первый анализ: вся проба направляется в ПИД1 Определяется время выхода растворителя (02:00)



Второй анализ: компоненты пробы перед растворителем (до 02:00) и после него (03:55) направляются в МСД для идентификации (приведено окно хроматограммы, спектр пика с RT=1.53, результат автоматической идентификации). Растворитель вырезан.



В это же время хроматограмма на ПИД1 свидетельствует о полном «вырезании» интересующих нас пиков:

Полное автоматическое управление

- достаточно задать в программе управления хроматографа времена переключения клапана (количество таких переключений не ограничено).
- обратная продувка также полностью автоматизирована, как в анализе, так и при продувке после анализа.

Подготовка заказа

Система переключения потоков может быть интегрирована в газовую схему хроматографа на начальном этапе заказа (оговаривается при заказе). Также, им может быть доукомплектован уже установленный у потребителя хроматограф. Установка возможна на все типы хроматографов, выпускаемых СКБ «Хроматэк» и оснащенных управляющим контроллером ПМ2.