

EXPERIMENTÁLNA TECHNIKA

Injekčný blok pre plynovú chromatografiu

J. HRIVŇÁK

*Výskumný ústav agrochemickej technológie,
Bratislava*

Opisuje sa injekčný blok pre plynovú chromatografiu s vymeniteľnou sklenou rúrkou, minimálnym mŕtvym objemom a s možnosťou rýchlej a jednoduchej výmeny sklenej rúrky.

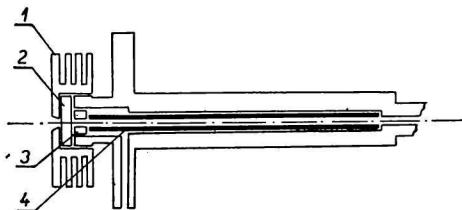
Väčšina plynových chromatografov je vybavená injekčným blokom, kde analyzovaná látka počas splynovania prichádza do styku s vyhriatym kovovým materiálom, napríklad z nehrdzavejúcej ocele, medi a pod. Zlúčeniny, ktoré sa vyznačujú vysokou polaritou a obsahujú chlór, síru, fosfor a i., môžu sa pri splynovaní rozkladať. Pri rozklade či už čiastočnom alebo úplnom vznikajú zuhoľnatené zvyšky, ktoré pokrývajú povrch stien vstrekovacieho priestoru. To vedie k vážnym komplikáciám, ktoré sa prejavujú nereprodukovateľnosťou výsledkov, vznikom nových elučných vln, zhoršením rozdeľovania a nízkou odozvou detektora. Napríklad pri stanovení mastných kyselín, amínov [1] a kyseliny mukochlórovej [2] tieto vplyvy úplne znemožnili kvalitatívnu a kvantitatívnu analýzu.

Ťažkosti, súvisiace s tvorbou zuhoľnatených zvyškov, odstraňujú sa dokonalým vyčistením stien vstrekovacieho priestoru. Tým sa však neodstráni vplyv kovového povrchu, ktorý len urýchľuje tepelnú degradáciu. Preto napríklad pri analýze pesticídov sa do injekčného bloku vkladá sklená rúrka, ktorá eliminuje styk s kovom a tak umožňuje kvantitatívnu analýzu [3—5].

Čistenie stien vstrekovacieho priestoru je zdĺhavé a jeho kontrola je ťažko uskutočniteľná, pretože väčšinou ide o rúrky malej svetlosti. Tieto ťažkosti sa najviac prejavujú pri sériových analýzach, ktoré vyžadujú časté čistenie stien vstrekovacieho priestoru. Pri analýze vzoriek s obsahom nesplynovateľných látok, ako sú polyméry alebo zvyšky anorganických solí, kyselín, resp. zásad, ostávajú tieto látky na stenách vstrekovacieho priestoru a ich odstránenie vyžaduje nielen mechanické čistenie, ale aj preplachovanie stien vstrekovacieho priestoru vhodnými rozpúšťadlami.

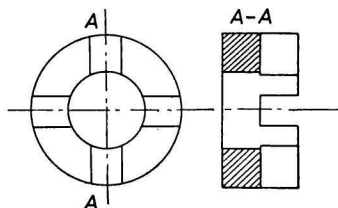
Podstatou nižšie opísaného injekčného bloku s vymeniteľnou sklenou rúrkou je prstenec z nehrdzavejúcej ocele, opatrený otvormi alebo zárezmi, ktoré umožňujú vstup nosného plynu do sklenej rúrky a odparenie vzorky bez rozkladu.

Injekčný blok je znázornený na obr. 1. Sklená rúrka 4 je fixovaná proti posunutiu pri dávkovaní prstencom 3. Na obr. 2 je znázornený prstenec so zárezmi a na obr. 3 prstenec s otvormi. Cez zárezy alebo otvory vstupuje nosný plyn do sklenej rúrky pri zachovaní

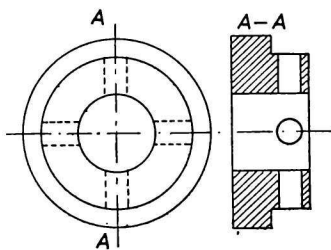


Obr. 1. Injekčný blok s vymeniteľnou sklenou rúrkou. 1. chladiaca objímka; 2. tesniaca zátka; 3. prstenec; 4. sklená rúrka.

minimálneho mŕtveho objemu vstrekovacieho priestoru. Po odstránení objímky 1 (obr. 1), tesniacej zátky 2 (zo silikónovej gumy) a prstenca 3 sa sklená rúrka jednoducho vytiahne pinzetou a nahradí sa druhou rúrkou. Túto operáciu je vhodné urobiť pri výmene tesniacej zátky. Sklenú rúrku možno vyčistiť ponorením do kyseliny chrómsírovej. Uvedený spôsob umožňuje zlepšenie dávkovačov komerčných prístrojov.



Obr. 2. Prstenec so zárezmi.



Obr. 3. Prstenec s otvormi.

ДОЗАТОР ДЛЯ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Я. Гривняк

Исследовательский институт агрохимической технологии,
Братислава

Описан дозатор для газовой хроматографии с заменяемой стеклянной трубкой и минимальным мертвым пространством. Между стеклянную трубку и набивочную пробку помещают локон снабженный отверстиями, или зарубинами для поступления газа-носителя в стеклянную трубку.

Preložil M. Fedoroňko

INJEKTIONSBLÖCK FÜR DIE GASCHROMATOGRAPHIE

J. Hrivňák

Forschungsinstitut für agrochemische Technologie,
Bratislava

Es wird ein Injektionsblock für die Gaschromatographie mit auswechselbarem Glasröhrchen und mit minimalem totem Volumen beschrieben. Für den Eintritt des Trägergases in das Glasröhrchen ist ein mit Öffnungen oder Einschnitten versehener Ring zwischen dem Glasröhrchen und dem Dichtungsstopfen angebracht.

Preložil M. Liška

LITERATÚRA

1. Smith E. D., Gosnell A. B., *Anal. Chem.* **34**, 646 (1962).
2. Hrivňák J., Rapoš P., *Chem. průmysl* **15**, 310 (1965).
3. Cassil C. C., *Residue Rev.* **1**, 37 (1962).
4. Minyard J. P., Jackson E. R., *J. Assoc. Offic. Agr. Chemists* **46**, 843 (1963).
5. Bozin W. A., *Anal. Chem.* **35**, 833 (1963).

Do redakcie došlo 26. 6. 1965

Adresa autora:

Inž. Ján Hrivňák, CSc., Výskumný ústav agrochemickej technológie, Bratislava.