

2.2. Регламент работы с хроматографом

ВНИМАНИЕ! Строго следовать указанному порядку включения и выключения установки. Во избежание повреждения детектора, включать БПД, лишь убедившись в наличии потока газа-носителя.

Подготовка хроматографа к работе (позиции указаны по рис. 7)

1. Открыть вентиль на баллоне 1 с газом-носителем (гелий), установить на редукторе 2 давление 4 атм.
2. Включить кнопку «Сеть» блока подготовки газов 3, задать расход газа-носителя 30 мл/мин в используемой первой линии (ГН 1) и убедиться по цифровому индикатору, что фактический расход соответствует заданному. (Расход в ГН 2 рекомендуется установить равным 10 мл/мин.) При необходимости подстройки текущего расхода использовать регулятор давления «Газ-носитель», переключенный в режим «Гелий». Убедиться, что горит индикатор питания клапанов ГН 1.
3. Включить компьютер 8, запустить программу «Цвет-Аналитик».¹ Используя закладку «ПРИБОР», установить температуры колонок «ТК» (делается это путём указания ожидаемой температуры колонки в поле «Т1»), испарителей «ТИ1» и «ТИ2», детектора «ТД» и промежуточной камеры «ТПК» в градусах Цельсия, а также длительность анализа в секундах. **Температуры испарителя и детектора должны быть выше температуры колонки на 30 °С.**
4. Включить питание аналитического блока 6 (термостат колонок, испарители, детектор).
5. Включить блок питания детектора 9, установить ток накала нити 50 мА.
6. Дождаться установления заданных температур всех узлов (зеленый немигающий цвет индикаторов на экране).
7. Переключить систему регистрации на второй канал, связанный с ДТП. Запустить анализ кнопкой «+» на панели инструментов и визуально

¹ Для этого надо запустить программу «Oracle VM VirtualBox», с помощью которой запустить виртуальную ОС Windows XP – ориентироваться на название «WinXP (Снимок 4)». После загрузки виртуальной ОС следует запустить драйвер Guardant key (выбрать режим эмуляции). Далее можно запускать программу «Цвет-Аналитик».

контролировать дрейф нулевой линии. Выделить участок кривой двумя курсорами и с помощью кнопки на панели инструментов измерить величины дрейфа и шума. Результаты измерений выводятся на закладке «СПЕЦИАЛЬНЫЕ». Хроматограммы удовлетворительного качества получаются, если дрейф не превышает 2 мВ/час, а среднее квадратическое отклонение шума $\leq 5 \cdot 10^{-3}$ мВ.²

Получение хроматограммы образца

1. С помощью системы парофазного ввода 10 и крана дозатора 4 ввести анализируемую пробу в колонку. В промежутках между вводами проб система парофазного напуска должна непрерывно продуваться воздухом от микрокомпрессора.
2. По окончании заданного времени анализа система автоматически определяет параметры пиков. Эту операцию целесообразно проводить вручную, используя для удаления и выделения пиков панель инструментов и курсоры (условия обнаружения пиков можно скорректировать во вкладке «МЕТОД»). Параметры выделенных пиков приводятся на закладке «ПИКИ».³ Занести полученные данные в лабораторный журнал.
3. По окончании анализа образцов измерить величину шума и дрейф нулевой линии на выбранном участке хроматографической кривой. Занести данные в журнал.

Порядок выключения лабораторной установки

ВНИМАНИЕ! Прекращать продувку газа носителя только после отключения тока накала нити детектора.

1. Выключить блок питания детектора 9.
2. Отключить питание аналитического блока 6.
3. Выйти из программы «Цвет-Аналитик» и выключить компьютер (выключить виртуальную ОС Windows XP, а затем и сам компьютер).
4. Выключить блок подготовки газов 3.
5. Закрыть вентиль на баллоне 1 с газом-носителем.

² Обычно это достигается за 30-40 минут после включения хроматографа.

³ Параметр «П/Ш» означает полную ширину пика на половине его высоты.

2.3. Экспериментальная часть лабораторной работы

1. Идентификация хроматографических пиков в пробе воздуха и в пробе смеси спиртов.

Получить хроматограмму пробы воздуха при температуре колонки 130 °С и скорости газа носителя 30 мл/мин (ГН 1). На хроматограмме обнаруживаются два пика: смесь N₂ и O₂, которая не разделяется на порпаке, и смесь CO₂ и H₂O, которая разделяется при меньшей температуре колонки.

Получить хроматограмму пробы со смесью спиртов при той же температуре колонки и скорости газа носителя. (В этом и последующих заданиях температура смеси спиртов должна поддерживаться равной 40°С.)

2. Определение теплоты адсорбции воды и спиртов на сорбенте.

Получить хроматограммы проб со смесью спиртов при нескольких значениях температуры колонки в диапазоне 130–180 °С и постоянной скорости газа носителя 30 мл/мин.

3. Проверка уравнения Ван-Деемтера.

При температуре 180 °С получить хроматограммы смеси спиртов при различном расходе газа-носителя в диапазоне 7–60 мл/мин.

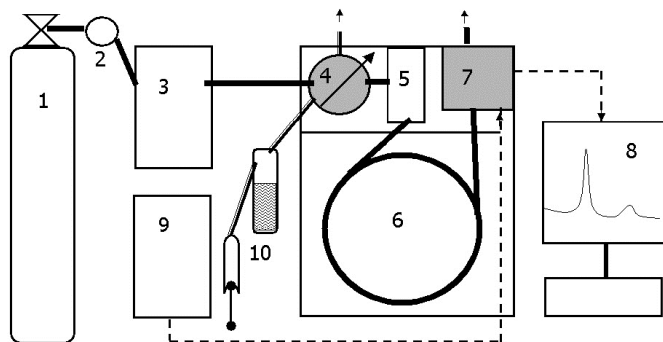


Рис. 7. Блок-схема хроматографа. 1 - баллон с газом-носителем, 2 - редуктор, 3 - блок подготовки газов (БПГ), 4 - кран-дозатор, 5 - испаритель, 6 - колонка в термостате, 7 - детектор, 8 - управляющий компьютер, 9 - блок питания детектора (БПД), 10 - система парофазного ввода пробы (шприц, сосуд с парами)

2.4. Обработка полученных экспериментальных данных

1. Определить времена удерживания t_1 для воды и спиртов при различной температуре. Используя соотношения (4) и (14), получить теоретическую зависимость величины $\ln\left(\frac{t_1 - t_0}{t_0} \cdot \frac{1}{\sqrt{T}}\right)$ от обратной температуры. Построить экспериментальную зависимость указанной величины как функцию (1/T) и по графику определить теплоту адсорбции H₂O и каждого из спиртов. Посчитать коэффициент детерминации и оценить погрешности. В качестве t_0 принять время удерживания N₂ и O₂, которые можно считать несорбируемыми компонентами. Обсудить причины отличия в энергии адсорбции.

2. Согласно (31) определить разрешающую способность колонки по второму пику, а также по пикам спиртов при каждом значении расхода газа-носителя (экспериментальная задача по проверке уравнения Ван-Деемтера). Найти количество теоретических тарелок и ВЭТТ в каждом эксперименте. Построить зависимости ВЭТТ от расхода газа-носителя по второму пику, а также по пикам спиртов. Определить оптимальный расход, соответствующий минимуму ВЭТТ.

3. Сравнивая теплоты адсорбции спиртов, оценить вклад СН₂-группы в теплоту адсорбции. Обсудить природу сил адсорбционного взаимодействия.

4. Сравнить разрешающую способность, определенную по пику воды и по пику спиртов. Обсудить причины отличия.

5. На основании анализа зависимости ВЭТТ от расхода газа-носителя оценить эффективный радиус r для потока газа в колонке, заполненной сорбентом.

6. Исходя из формы хроматографического пика, представить качественный вид изотермы сорбции для воды и для углеводородов.

ПРИМЕЧАНИЕ 1. Параметры пиков могут быть получены как при помощи программы «Цвет-Аналитик», так и при помощи программы UniChrom, доступной на сайте производителя (<https://www.unichrom.com/dlr.php>). Программа UniChrom позволяет открывать файл хроматограммы, полученной на хроматографе «Цвет-800», и сохранять сигнал хроматограммы в текстовом формате (например, CSV).

ПРИМЕЧАНИЕ 2. Файлы с хроматограммами следует сохранять в свою папку на логический диск «E:\» виртуальной ОС. Тогда они будут доступны и в основной ОС в директории «VM Exchange», откуда их можно будет скопировать себе на флешку.