

# Многофункциональная система для пиролитической хроматографии EGA/PY-3030D



# Анализ образцов любого типа

Метод пиролитической газовой хроматографии (Py-GC) позволяет проводить анализ практически любых образцов без проведения какой-либо предварительной пробоподготовки. Метод идеален для работы с труднолетучими веществами, нерастворимыми в органических растворителях объектами, высокомолекулярными материалами, как природного так и синтетического происхождения. Пиролитическая хроматография незаменима при исследовании полимерных материалов и сложных по составу проб, прямой хроматографический анализ которых невозможен или связан с длительной и трудоемкой процедурой пробоподготовки.

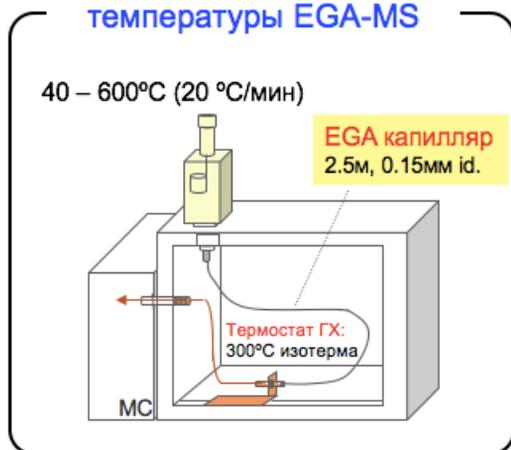
Эксперимент сводится к трем простым этапам:



## Основные режимы работы

Возможна реализация нескольких аналитических методов с возможностью их комбинирования в одном эксперименте. Пиролизер позволяет имитировать работу системы для термоанализа, работать в режиме термодесорбции, одностадийного и многостадийного пиролиза, с разделением продуктов пиролиза на хроматографической колонке и без (режим EGA-MS).

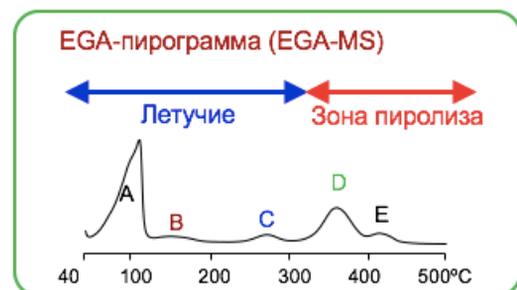
### Программирование температуры EGA-MS



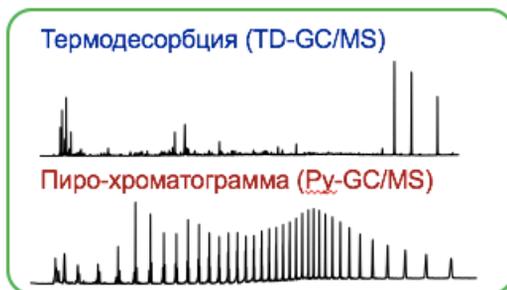
### Одностадийный, Двухстадийный, HC/EGA-GC/MS



### EGA-пирограмма (EGA-MS)



### Термодесорбция (TD-GC/MS)



# Конструкция EGA/PY-3030D

## Анализируйте любые образцы

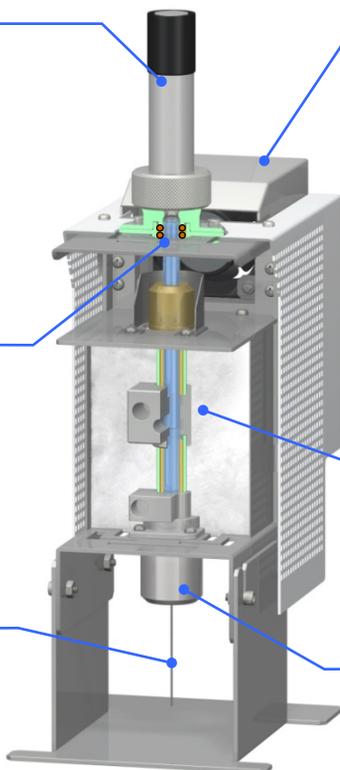
- Ввод жидких проб микрошприцем (как в испаритель ГХ)
- Ввод тиглей с твердыми образцами
- Адаптер для работы в режиме реакционного пиролиза
- Адаптер для работы в режиме микротермодесорбции
- Адаптер для работы с УФ-облучателем

## Удобство в обслуживании

Несмотря на то что обслуживание системы явление редкое, конструкция пиролизера продумана таким образом, что замена кварцевой пиролизной трубки может быть выполнена оператором, не имеющим каких-либо инженерных навыков, поскольку трубка герметизируется с помощью одного уплотнения.

## Инертные материалы

Все узлы системы, контактирующие с образцом, выполнены из специального инертного сплава Ultra ALLOY®, что гарантирует отсутствие активных зон контакта пробы и деталей пиролизера.



## Охлаждение печи

Печь пиролиза разделена на две температурные зоны. В верхней части образец помещается в низкотемпературную зону, где он продувается перед анализом инертным газом для удаления воздуха. В этой области должна поддерживаться невысокая температура чтобы избежать деградации образца. Туда же попадает образец после стадии термодесорбции, когда кварцевая печь нагревается до высокой температуры перед реализацией следующего этапа эксперимента - пиролиза. Для этих целей напротив установлен эффективный вентилятор.

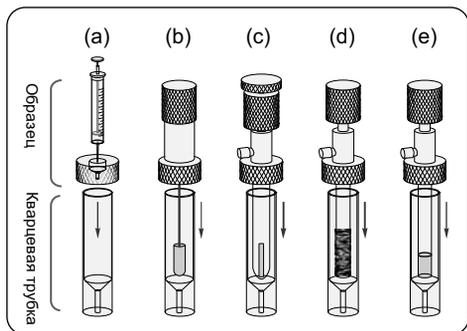
## Точность и скорость

Цилиндрический керамический нагреватель позволяет поддерживать температуру в основной зоне с точностью  $\pm 0.1^\circ\text{C}$ , а время охлаждения печи с  $800^\circ\text{C}$  до  $50^\circ\text{C}$  составляет менее 10 минут.

## Отсутствие «прохладных» зон

Специальный термический изолятор предотвращает появление «прохладных» зон в момент переноса продуктов пиролиза в испаритель хроматографа даже для соединений с количеством атомов углерода до  $\text{C}_{100}$ .

## 5 видов адаптеров для ввода проб



### (a) Прямой ввод жидкой пробы шприцем

Вместо адаптера устанавливается накидная гайка с сеткой как на испарителе ГХ

### (b) Одно-стадийный пиролиз и классическая термодесорбция

Используются стандартные тигли для твердых образцов

### (c) Анализ в режиме реакционного пиролиза

С применением стеклянных реакционных капсул

### (d) Режим микротермодесорбции

Применение адсорбционных картриджей Magic Chemisorber (метод SPEE)

### (e) УФ-облучение с последующим измерением

Воздействие УФ-излучения на объект с идентификацией продуктов деградации

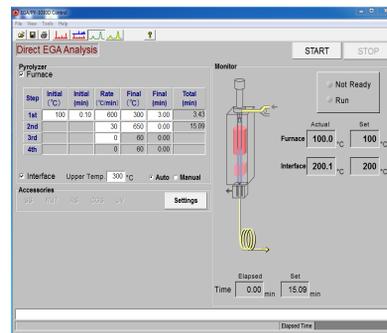
## Простое и удобное в использовании ПО

Программное обеспечение для управления пиролитической ячейкой и мониторинга всех параметров выполнено в одном окне.

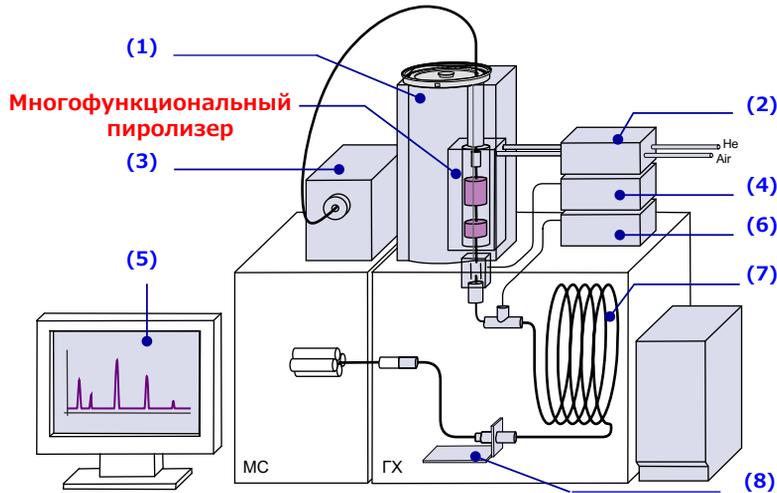
В левой части окна оператор выбирает режим и задает условия эксперимента, в правой происходит контроль статуса работы пиролизера и мониторинг текущих значений всех контролируемых параметров.

Начало эксперимента происходит только тогда, когда от хроматографа получен сигнал готовности к работе, т.е. по достижении начальных условий хроматографирования.

С помощью простых и понятных уведомлений ПО оповестит оператора когда пришло время для ввода образца, какая стадия анализа выполняется в данный момент, сколько осталось времени до конца эксперимента и какие подготовительные процедуры нужно выполнить, если работа проводится в несколько этапов.



# Дополнительные устройства и опции



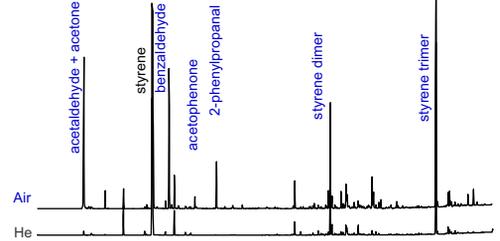
## (1) Автоподатчик проб (AS-1020E)

Система автоматической подачи проб на 48 образцов. Позволяет также удалять отработанные тигли из зоны нагрева пробы по завершению анализа.



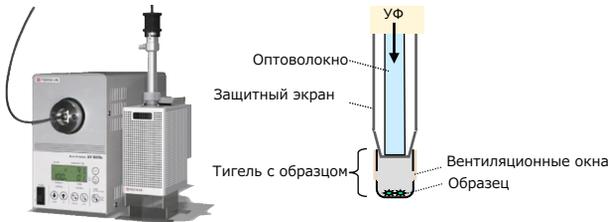
## (2) Контролер газов (CGS-1050Ex)

Отвечает за смену газа-носителя или подачу воздуха для реализации окислительного режима пиролиза.



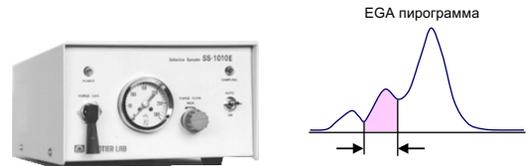
## (3) Модуль УФ-облучения (UV-1047Xe)

Предназначен для изучения процесса деградации полимеров под воздействием УФ-излучения.



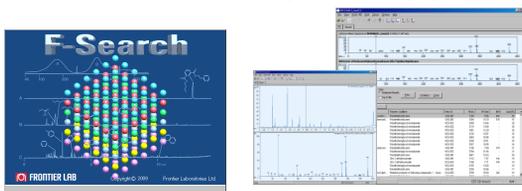
## (4) Селективный сэмплер (SS-1010E)

Модуль, позволяющий выделить любую температурную зону пиролиза для ее детального компонентного анализа на ГХ-МС



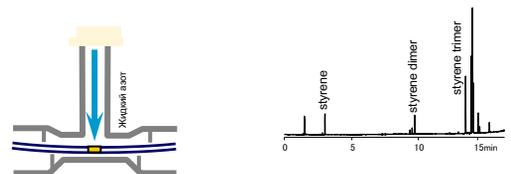
## (5) Библиотека F-Search

Уникальная библиотека пиро-хроматограмм и масс-спектров, зарегистрированных в разных режимах анализа для более чем 700 объектов различной природы.



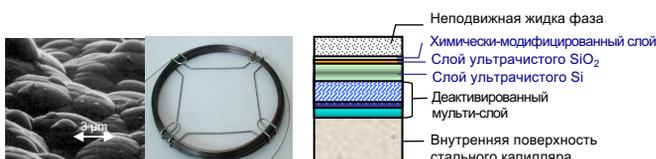
## (6) Криоловушка MicroJet (MJT-1035E)

Опция необходима для анализа легколетучих продуктов пиролиза. Ловушка улучшает их разделение и форму пиков.



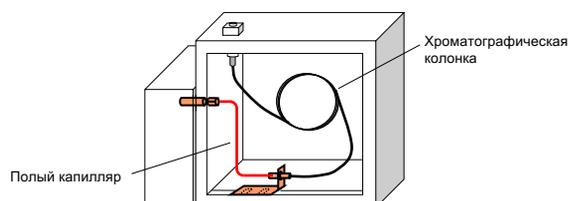
## (7) Колонки серии Ultra ALLOY®

Стальные капиллярные колонки. Служат гораздо дольше, благодаря многослойной конструкции



## (8) Vent-free адаптер для ГХ/МС

Позволяет менять хроматографические колонки или проводить обслуживание хроматографа без вентилирования масс-детектора.



# Пример использования Пиро-ГХ/МС

## ЭТАП 1 (Режим EGA-MS)



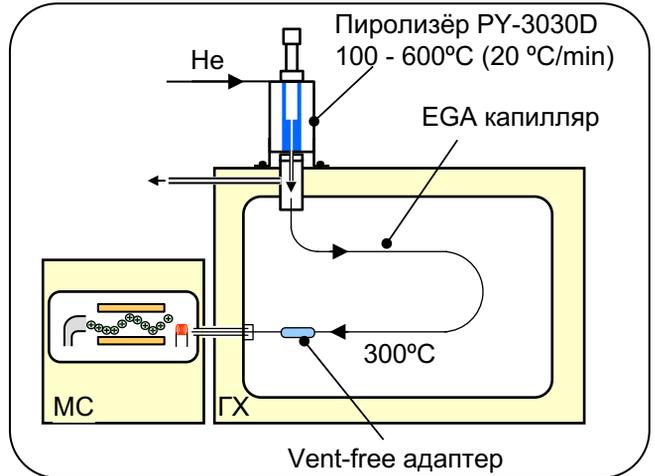
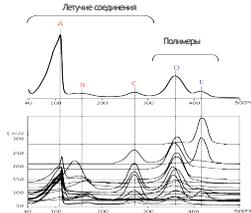
При работе с неизвестным образцом (в качестве объекта был выбран грифель косметического карандаша) на первом этапе навеску исследуемого объекта анализируют методом EGA-MS. Образец помещается в тигель без какой-либо пробоподготовки. Полученная пирограмма отражает изменение свойств объекта при постепенном повышении температуры и помогает аналитику определить дальнейший этап исследования.

В данном примере состав грифеля представляет из себя сложную смесь как летучих соединений так и нескольких полимеров.

Режим EGA-MS подразумевает прямое соединение испарителя хроматографа с детектором с помощью полого деактивированного капилляра длиной 2,5 м и диаметром 0,15 мм. При нагревании образца все выделяющиеся газы сразу поступают в детектор.

EGA-MS пирограмма отражает термические свойства образца и имеет три пика (А, В и С) летучих соединений и два пика (D и E), относящихся к полимерным компонентам.

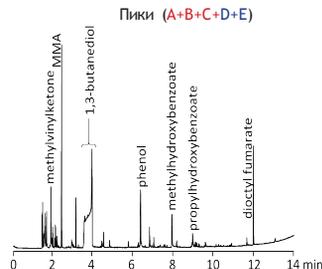
Представленные масс-пирограммы по отдельным значениям m/z показывают, что пики А и В включают в себя несколько компонентов. Пики D и E являются индивидуальными полимерами и могут быть предварительно идентифицированы с помощью библиотеки F-search



## ЭТАП 2 (Одностадийный пиролиз)

Реализация этого режима подразумевает работу пиролизёра при постоянной температуре и разделение продуктов пиролиза на хроматографической колонке. Пиро-хроматограмма того же образца косметического грифеля была получена при температуре 550°C.

Метод одностадийного пиролиза является достаточно простым и приближенным, однако позволяет идентифицировать все продукты термического воздействия на объект исследования в одном эксперименте. Иногда это затрудняет интерпретацию. Но использование библиотеки пиро-хроматограмм и масс-спектров продуктов пиролиза F-Search уже на этом этапе может помочь аналитику понять какой природы объект и какой режим выбрать для получения более достоверных результатов

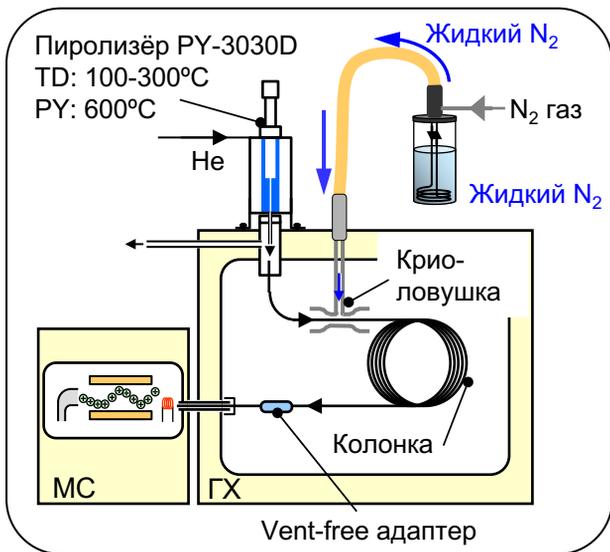
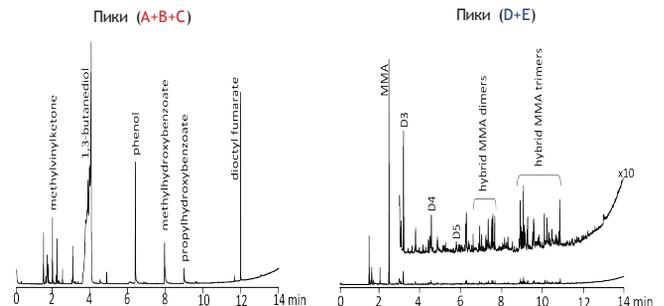


## ЭТАП 3 (Термодесорбция с пиролизом)

В данном варианте образец подвергается двухступенчатому анализу. На первой стадии реализуется режим термодесорбции, т.е. Нагревание образца без деструкции (не выше 350°C). В результате получают хроматограмму по полному ионному току, с помощью которой можно идентифицировать все легколетучие компоненты образца (компонентный состав пиков А, В и С). На второй стадии, после завершения первой хроматограммы, образец, предварительно изолированный от температурного воздействия, но без контакта с атмосферой, повторно помещается в горячую зону, где к этому моменту устанавливается температура 600°C.

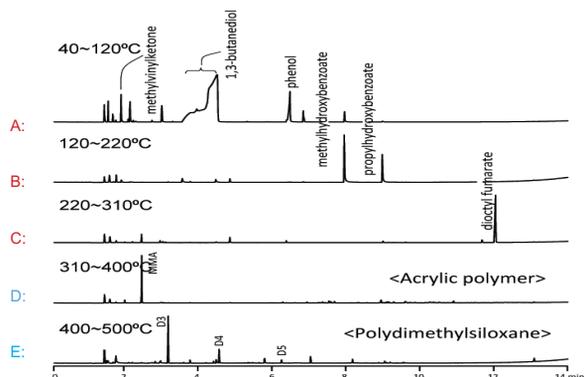
Хроматограмма полного ионного тока, изображенная ниже, содержит пики соединений (А, В и С), выделенных при температуре от 100 до 300 °С. В этом режиме легко идентифицировать добавки (катализаторы, пластификаторы, стабилизаторы, антиоксиданты, антистатик и др.), используемые в процессе производства полимерных материалов. Криловушка MicroJet используется для фокусирования отдельных особо легких соединений в процессе десорбции в начале колонки. Благодаря этому поддерживается хорошее разрешение пиков.

Ниже изображена пиро-хроматограмма пиков D и E. Поскольку фракции пиков А, В и С уже были проанализированы и выведены из образца, пики на пиро-хроматограмме относятся только к продуктам пиролиза высокомолекулярных соединений грифеля. Полимеры, входящие в состав грифеля косметического карандаша, содержат акриловую смолу и диметилполисилоксан. Идентификация полимерной составляющей была проведена с помощью библиотеки F-Search. Также, для надежности, можно подключить библиотеки NIST и Wiley.



Режим анализа селективно выбранных температурных зон позволяет комбинировать пиролиз с программированием температуры и разделение продуктов, выделяющихся в каждой температурной зоне EGA-MS анализа, на хроматографической колонке. С использованием селективного самплера SS-1010E и криоловушки MicroJet каждая группа продуктов пиролиза может быть выделена на каждом температурном участке. Ниже изображены пиро-хроматограммы, полученные при проведении последовательного анализа каждой из температурных зон EGA (от А до Е). Такой подход позволяет получить исчерпывающую информацию об объекте. Однако, это самый длительный эксперимент, требующий мониторинга положения тигля с образцом между каждыми измерениями, поэтому для его реализации желателен использовать автоподатчик проб AS-1020E, чтобы избежать ручных манипуляций между процедурой регистрации пиро-хроматограммы и подготовкой к следующей шагу измерения, к следующей шагу температурной программы пиролизёра. Автоматизация анализа с помощью автоподатчика тиглей также позволит задать серию экспериментов без контроля за работой комплекса со стороны оператора.

## ЭТАП 4 (Детальный анализ селективно выбранных температурных зон)



# Аксессуары для работы

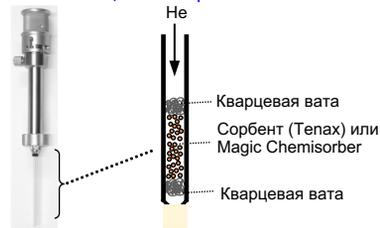
## Адаптер для проведения on-line реакции

Образец вместе с реагентом помещаются в специальную ампулу, которая после проведения реакции при заданной температуре разрушается, а продукты реакции переносятся в колонку.



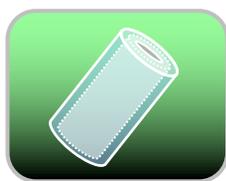
## Адаптер для микротермодесорбции

Адаптер предназначен для анализа легколетучих компонентов пробы, предварительно поглощенных сорбентом.



## «Магический хемосорбер»

Патрон для ТФЭ, адаптированный под работу с системой пиролиза PY-3030D.



Химически привитый слой PDMS на титановой основе

- Толщина слоя сорбента : 1 мкм
- Активная поверхность : 100 или 500 мкм

## Микродырокол для отбора проб

Набор инструментов для взятия образца с поверхности плоского объекта (пленки, пластины). Семь калибров в наборе, для получения образца диаметром от 0.5 до 5 мм.

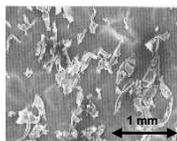


## Надфиль для полимеров

Необходим для получения порошкообразной навески образца.



SEM-изображение порошка



## Набор инструментов для пробоотбора

Набор удобен при работе с материалами разной текстуры и упрощает взятие проб разного размера



## Кварцевая вата без фталатов

Используется при количественном определении фталатов методом ГХ-МС.



## Тигли с полимерным покрытием

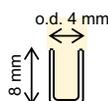
Специальные тигли с покрытием из ПВХ для количественного анализа фталатов. Для проведения калибровки ГХ-МС достаточно лишь добавить в тигель стандартный раствор фталатов.



- Объем тигля : 50 мкл
- Толщина ПВХ пленки : 2.4 мкм
- Максимальная рабочая температура : 450°C

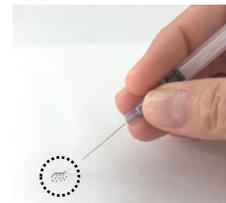
## Тигли из боросиликатного стекла Pyrex

Идеальны для приложений, требующих визуального исследования остатков пробы после пиролиза.



## Инструмент для взятия микронавесок

Инструмент полезен при работе с микро количествами порошкообразных, жидких или пастообразных образцов, которые неудобно брать, например, пинцетом.



Детализированный каталог доступен на сайте компании [www.frontier-lab.com](http://www.frontier-lab.com)

## Технические характеристики:

Модель	<b>EGA/PY-3030D</b>
Воспроизводимость пиро-хроматограмм	RSD: <2% (отношение площадей пиков продуктов пиролиза полистирола)
Воспроизводимость EGA-пирограмм	RSD: <0.3% (максимуму пика полистирола при 550°C)
Тип печи	Вертикальная микропечь
Нагреватель	Цилиндрический керамический нагреватель (500Вт)
Диапазон рабочих температур	Комнатная температура +10°C - 1050°C
Точность нагрева	± 0.1°C
Скорость нагрева	Мин. 1°C/мин, Макс. 600 °C/мин
Скорость охлаждения	10 минут, от 800°C до 40°C (сжатый воздух)
Материал пиролизной трубки	Кварц
Интерфейс для Пиро-ГХ (ITF)	Кардритж-нагреватель (225Вт)
Диапазон рабочих температур интерфейса	40-450°C
Тип соединения с испарителем ГХ	Игла из деактивированной стали
Управление	Внешний блок управления с контролем от ПК
Режимы работы	Пиролиз с программированием температуры (EGA-MS) Одностадийный пиролиз (Single-Shot Analysis) Термодесорбция с последующим пиролизом (Double-Shot Analysis) Детальный анализ отдельных температурных зон (Heart-cut EGA-GC/MS Analysis)
Требования к ПК	USB-порт ОС: Windows 7, VISTA, XP Объем памяти на жестком диске: 10MB
Защита от перегрева:	
Печь	1100°C
Интерфейс	500°C
Охлаждающий вентилятор	100°C
Требования к эл. питанию	200-240В, 50/60 Гц



**FRONTIER LABORATORIES LTD.**

4-16-20 Saikon, Koriyama, Fukushima, 963-8862 Japan

Tel: 81(24)935-5100 Mob: +7(917)536-8226

<http://www.frontier-lab.com>, [roman@frontier-lab.com](mailto:roman@frontier-lab.com)