

# ZÁSOBOVÁNÍ PŘÍSTROJŮ PRO HMOTNOSTNÍ SPEKTROMETRII

*Kapalinové chromatografy kombinované s hmotnostními spektrometry (tzv. LC-MS systémy = Liquid Chromatography – Mass Spectrometry) patří v dnešní době k systémům, jež jsou běžnou součástí analytických laboratoří. Jedná se totiž o velice účinnou fyzikálně chemickou metodu analýzy chemických látek.*

Jedná se o zařízení, které pro svůj provoz, kromě elektrické energie, využívá i vzdušných plynů. V LC-MS systémech je využíván pro své inertní vlastnosti především plynný dusík, a to pro tři různé operace. První z nich je vaporizace mobilní fáze měřeného vzorku, která probíhá před samotným měřením. Druhou operací je vysušení již vaporizovaného vzorku, a v neposlední řadě je dusík využit jako ochranný plyn, který směrovaným prouděním zajišťuje čistotu optiky přístroje.

Pro zajištění nepřetržitého zásobování LC-MS systémů i jiných laboratorních přístrojů dusíkem jsou v současnosti běžné tři způsoby dodávek.

Prvním způsobem jsou běžné dodávky stlačeného dusíku v tlakových láhvích. Vzhledem k obsahu plynu v tlakové láhvi 9,5 m<sup>3</sup> (při plnicím tlaku 20 Mpa) je tento způsob zásobování vhodný zejména pro provozy s odběrem plynu 20–30 m<sup>3</sup> týdně. Toto množství zaručuje uživateli dodávku dusíku bez zvýšeného nároku na manipulaci s tlakovou láhví.

S ohledem na bezpečnost jsou tlakové láhve stále více umísťovány mimo prostory laboratoře, do zvláštního skladu technických plynů, odkud je dusík rozveden k místu odběru potrubním rozvodem. Při návrhu a realizaci potrubních rozvodů doporučujeme dodržovat kvalitu rozvodného potrubí a kvalitu použitých regulačních ventilů. Požadovanou kvalitu plynu a plynulé zásobování zajišťí napojení láhvi na redukční stanici s manuálním nebo automatickým přepínáním. Redukční stanice zajišťí bezpečnou výměnu tlakové láhve bez přerušení dodávky plynu v rozvodném potrubí. Redukční stanici lze doplnit o signalizaci, která v případě poklesu tlaku v láhvi upozorní obsluhu na nutnost přepnutí provozního a záložního zdroje.

Stabilní tlak v místě odběru zajišťí dvoustupňová regulace tlaku tzn. regulace vstupního a výstupního tlaku. Regulaci vstupního tlaku zajišťí redukční stanice a regulaci výstupního tlaku pak tzv. odběrné místo s regulačním a uzavíracím ventilem.

Odběrné místo je vždy umístěno v blízkosti přístroje a to takovým způsobem, aby bylo pro obsluhu snadno viditelné i dostupné. Varianty, navržené pro použití v digestořích

nebo laboratorním nábytkem, navíc nabízejí funkčnost spojenou s moderním designem. Centrální rozvody plynů lze využít i pro zásobování více přístrojů z jednoho zdroje.

Druhou variantou zajištění dostatečného množství dusíku pro provoz LC-MS přístrojů jsou dodávky kapalného dusíku v kryogenních nádobách. Pro tuto variantu existují dva typy kryogenních zásobníků. Prvním typem jsou stacionární zásobníky, které jsou umístěny vně budovy laboratoří. Tyto velkoobjemové zásobníky jsou ovšem vhodné spíše pro velké laboratorní komplexy.

Pro jednotlivé laboratoře jsou vhodné mobilní odpařovací stanice na kapalný dusík tzv. „minitank“ Minitank o objemu 180 litrů odpovídá množstvím plynu 13 tlakovým láhvím. Jedná se o speciální kryogenní nádobu, vhodnou pro uskladnění i transport dusíku v kapalném skupenství. Díky vestavěnému vnitřnímu odpařovací není třeba pro získání plynné fáze použití dalšího přídavného odpařovače. Vzhledem k bezpečnosti provozu v laboratoři by měl být minitank vždy umístěn mimo laboratoř, nejlépe ve venkovním skladu technických plynů. Plyn je do laboratoře přiveden tlakovým potrubním rozvodem jako v případě rozvodu plynu z tlakových láhví. I v tomto případě by měla být zajištěna dvoustupňová regulace tlaku.

**Obr. 1 – Mobilní odpařovací stanice kapalných plynů typu „minitank.“ Foto z archivu firmy Messer Technogas.**



Konkrétní spotřeba dusíku z mobilní odpařovací stanice závisí především na způsobu práce s LC-MS přístrojem. V případě nepřetržitého provozu detektoru, a tedy

i nepřetržitého odběru dusíku, vydrží zásoba kapalné fáze v mobilní odpařovací stanici o objemu 180 litrů po dobu 12–14 dnů. Nepřetržitý odběr plynu ze stanice má ovšem tu nevýhodu, že k úplnému vyprázdnění zásobníku může dojít v nepřítomnosti obsluhy LC-MS zařízení, a tím se může znehodnotit celá série měření. Jako zálohu pro tento případ je možné, za použití již zmíněné redukční stanice, připojit k rozvodu dusíku záložní tlakové láhve, které dodávku plynu dočasně zastanou. Nicméně zásobování dusíkem formou „minitanků“ vyžaduje i v tomto případě každodenní kontroly a předběžné odhadování další spotřeby provozního plynu.

Pro laboratoře, ve kterých je LC-MS systém v provozu nepřetržitě, je optimální volbou tzv. „ON-SITE“ zařízení. Přístroj, který zajišťí separaci dusíku ze vzduchu přímo v laboratoři. Nejnovějším typem generátorů dusíku jsou tzv. membránové generátory, které jsou v zemích EU již dlouhodobě úspěšně používány. V České republice jsou v současnosti v provozu dvě tato zařízení, přičemž obě byla dodána firmou Messer Technogas.

**Obr. 2 – Ukázka instalace membránového generátoru dusíku v LC-MS laboratoři. Foto z archivu firmy CMC Instruments.**



Tyto přístroje využívají mechanismus dělení na polymerní membráně a využívají rozdílných rychlostí difúze jednotlivých atmosférických plynů. Ve srovnání s jinými způsoby separace je rozklad na membránách technologicky mnohem jednodušší. Zařízení využívá pro provoz pouze čistý a suchý tlakový vzduch, přičemž separace probíhá kontinuálně. Odlučované plyny nejsou v polymerní membráně nijak zachycovány a není tedy nutná její regenerace, jako je tomu u zařízení typu PSA (tzn. Pressure Swing Adsorption). Díky tomu generátor nevytváří žádný nežádoucí hluk a v praxi je možné jej umístit přímo v laboratoři. Zařízení přitom pracuje zcela automaticky v závislosti na poklesu tlaku v rozvodu plynu.

*Dokončení na další straně*

Pro LC-MS systémy je často v České republice prosazována potřeba vyšší kvality dusíku ze zařízení pracujícím na principu dělení vzduchu na uhlíkových sítích, označovaná jako systém PSA. Dle dosavadních zkušeností však pro kvalitní měření není rozhodující čistota dusíku, jako spíše obsah uhlovodíků v generovaném plynu, který je u membránových zařízení podstatně nižší a dosahuje max. 5 ppb (parts per billion = částic na miliardu).

Výhody membránových zařízení, jako jsou snížení provozních nákladů s minimálními nároky na údržbu, využívá PharmDr. Lu-

cie Nováková, PhD., vědecká pracovnice a LC-MS operátorka Farmaceutické fakulty Univerzity Karlovy v Hradci Králové na pracovišti Katedry analytické chemie. Prof. RNDr. Petr Solich, CSc. vyjádřil rovněž spokojenost nad tím, že investice do tohoto zařízení se ukázala jako výhodná nejen z hlediska návratnosti použitých finančních prostředků, ale i z hlediska úspory práce pověřených pracovníků.

Vedle již zmíněného pracoviště Katedry analytické chemie FaF UK bylo v minulém roce úspěšně instalováno další on-site zařízení stejného typu, a to na Katedře

farmaceutické chemie a kontroly léčiv Farmaceutické fakulty Univerzity Karlovy v Hradci Králové.

Závěrem lze říci, že výběr zdroje dusíku pro LC-MS systémy je nutné řešit individuálně s ohledem na požadavky uživatele, celkovou spotřebu plynů v laboratoři, možnosti umístění jednotlivých zdrojů a posouzení provozních a investičních nákladů.

*Mgr. Milan ZÁRUBA,  
MESSER Technogas s.r.o.,  
Milan.Zaruba@messergroup.com*