

НИУ «Ташкентский институт инженеров ирригации и механизации сельского хозяйства»

дисциплина «Инструментальные методы анализа»

ТЕМА

**Методы и оборудование газовой хроматографии.
Детекторы в газовой хроматографии**

Направление 5630101-экология и охрана окружающей среды (в водном хозяйстве)

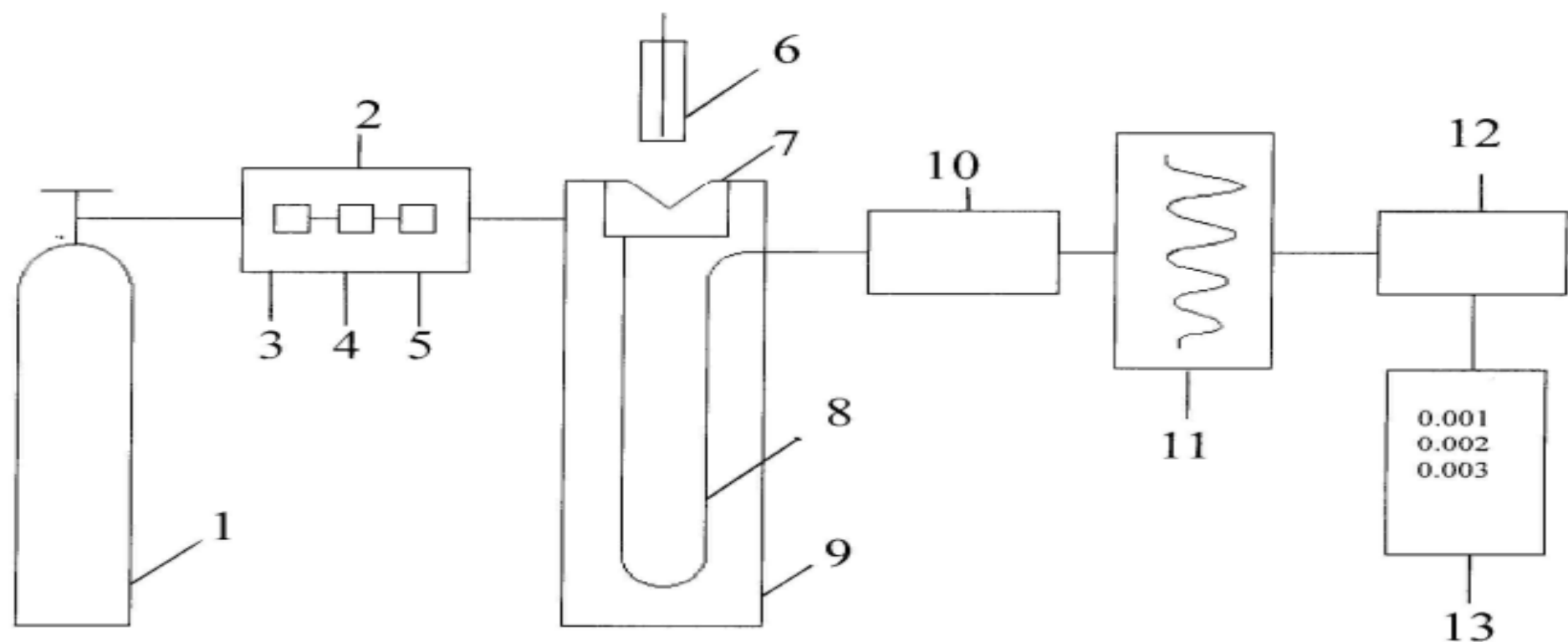


Рис.2. Блок-схема газового хроматографа

1 – баллон с сжатым газом; 2 – блок подготовки газа-носителя; 3 – регулятор расхода газа; 4 – измеритель расхода газа; 5 – фильтр; 6 – микрошприц для введения пробы; 7 – испаритель; 8 – хроматографическая колонка; 9 – термостат; 10 – детектор; 11 – самописец; 12 – интегратор; 13 – цифроречитательное устройство.

Источник подвижной фазы

- ✓ Азот обладает высокой вязкостью, что позволяет получать достаточно узкие пики. Отличается низкой стоимостью, безопасен в работе. Недостаток – низкая теплопроводность, близкая к легким углеводородам, не обеспечивает высокой чувствительности ДТП.
- ✓ Водород имеет малую вязкость, что позволяет работать с длинными колонками и высокую теплопроводность, что обеспечивает высокую чувствительность детектора по теплопроводности. Легко получается в чистом виде электролизом воды. Недостаток – повышенная взрывоопасность, малая вязкость способствует размытию хроматографических зон.

Источник подвижной фазы

- ✓ Гелий обладает теплопроводностью, близкой к водороду, безопасен в работе. Недостаток – высокая стоимость, обусловленная сложностью получения и очистки.
- ✓ Воздух как газ-носитель удобно применять в промышленных хроматографах, работающих на технологических установках, он доступен и дешев. Недостаток – кислород воздуха может окислять неподвижную жидкую фазу и сорбаты.
- ✓ Диоксид углерода ранее широко использовали с объемными интегральными детекторами (азотометр), в настоящее время применяется в сверхкритической флюидной хроматографии.

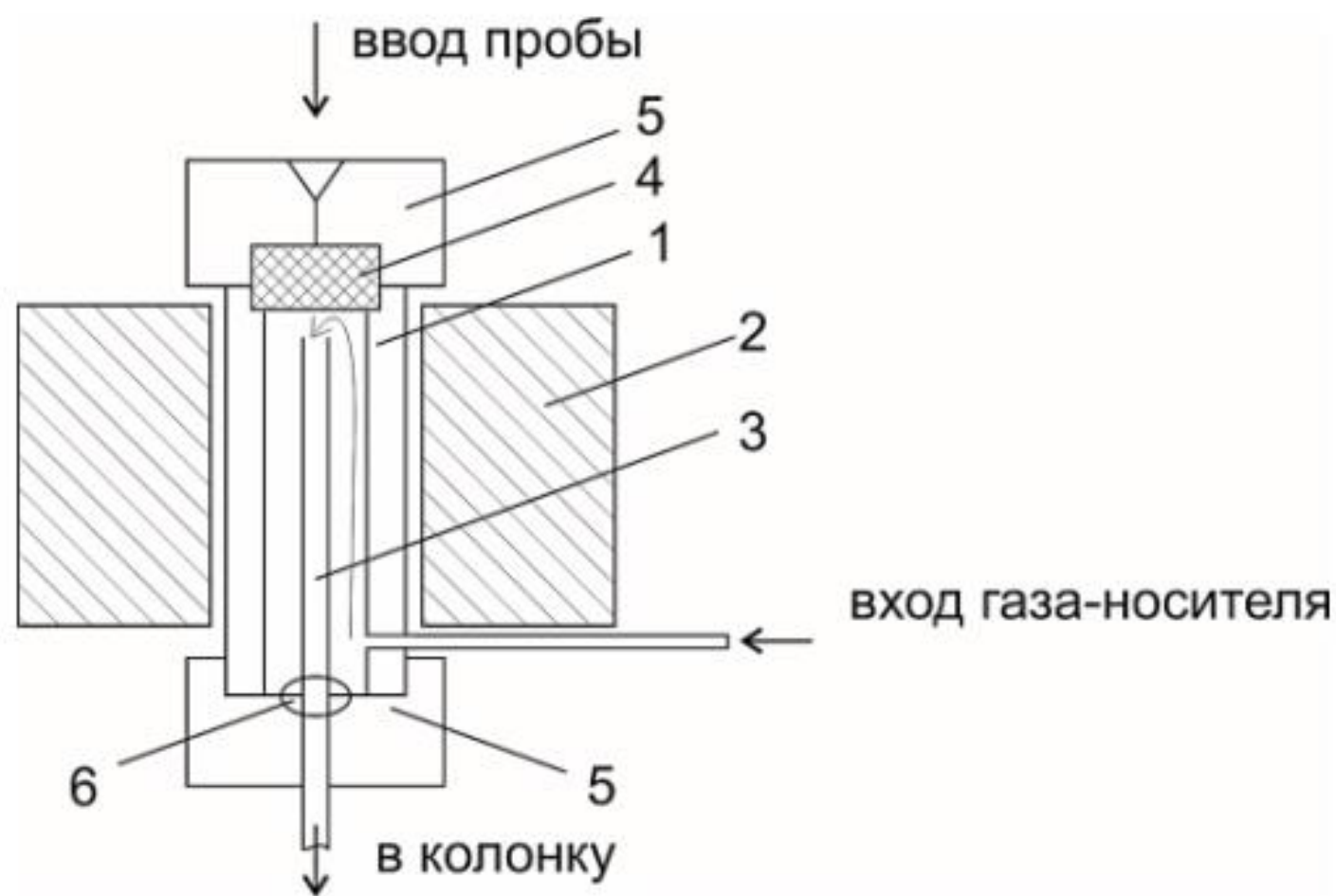
Узел ввода пробы



Рис. 14. Общий вид микрошприца

Рис. 15. Узел ввода
пробы (испаритель)
в насадочную колонку:

- 1 – корпус;
- 2 – электрообогрев зоны
испарения пробы;
- 3 – стеклянный
вкладыш; 4 – резиновая
мембрана; 5 – накидные
гайки; 6 – графитовое
уплотнение



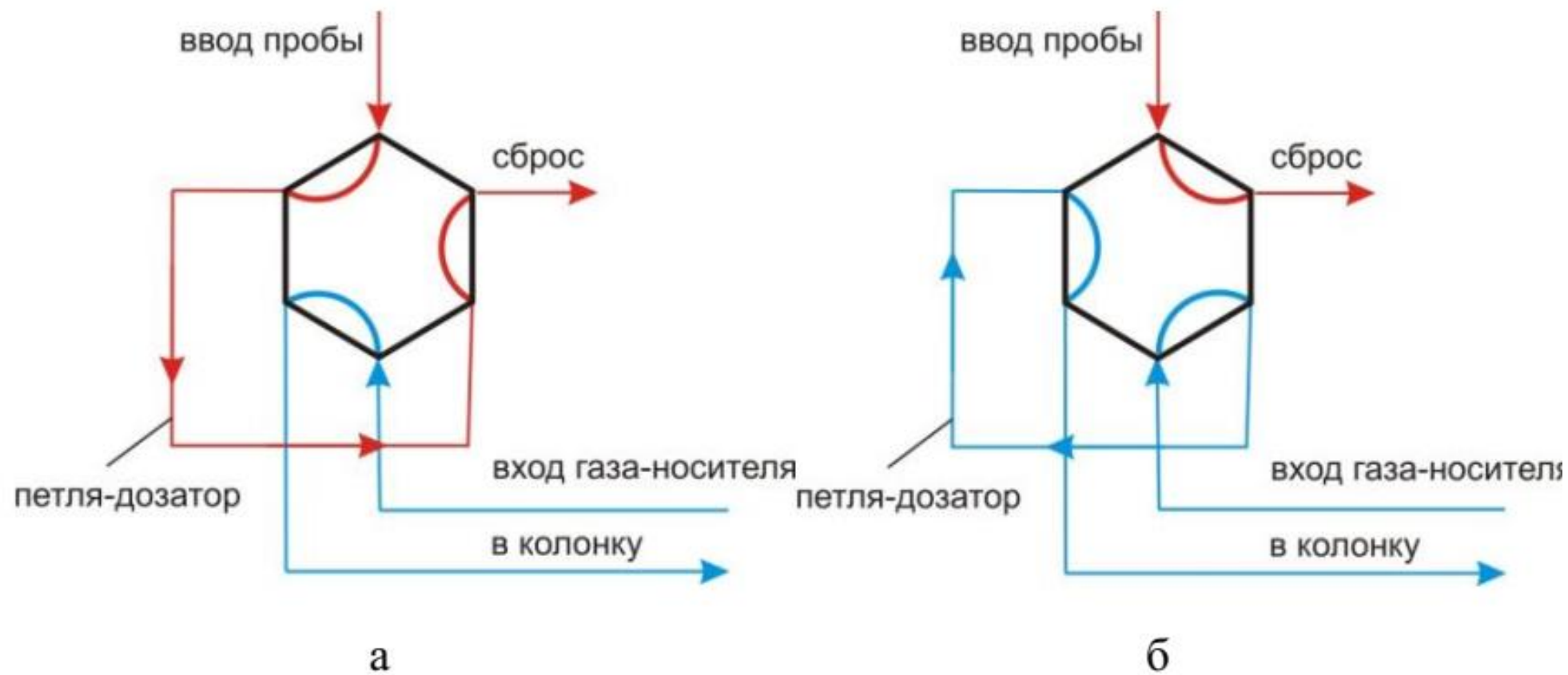


Рис. 16. Схема функционирования крана-дозатора при заполнении пробоотборной петли крана пробой (а) и ввода пробы в потоке газа-носителя в колонку (б)

Таблица 6. Основные характеристики газохроматографических детекторов [10]

Вид детектора	Тип	Селективность (по отношению к указанным веществам)	Типичное минимально детектируемое количество	Линейный динамический диапазон
Пламенно-ионизационный	Селективный	Вещества, ионизирующиеся в водородном пламени	5 пг С/с	10^7
По теплопроводности	Универсальный	Все вещества, отличающиеся по теплопроводности от газа-носителя	400 пг /мл газа-носителя	10^6
Электронно-захватный	Селективный	Электрофильные, в газовой среде	0,1 пг Cl/с (варьирует в зависимости от структуры)	10^4
Фотоионизационный	Селективный	Вещества, ионизирующиеся в УФ-свете	2 пг С/с	10^7
Термоионизационный	Селективный	N, P, гетероатомы	0,4 пг N/с 0,2 пг P/с	10^4 10^4
Пламенно-фотометрический	Селективный	S, P	20 пг S /с 0.9 пг P /с	10^3 10^4

Окончание табл. 6

Вид детектора	Тип	Селективность (по отношению к указанным веществам)	Типичное мини- мально детекти- руемое количе- ство	Линей- ный дина- миче- ский диапа- зон
Инфракрасный спектрометри- ческий с преоб- разованием Фурье	Универ- сальный	Молекулярные колебания	1000 пг вещества, хорошо поглоща- ющего ИК- излучение	10^3
Масс- спектрометри- ческий	Универ- сальный	Настраивают на любое соедине- ние	от 10 пг до 10 нг (в зави- симости от режима – реги- страции отдель- ных ионов или пол- ного ска- нировани я)	10^5
Атомно- эмиссионный	Универ- сальный	Настраивают на любой элемент	0,1 – 20 пг/с (в зависимо- сти от элемента)	10^4

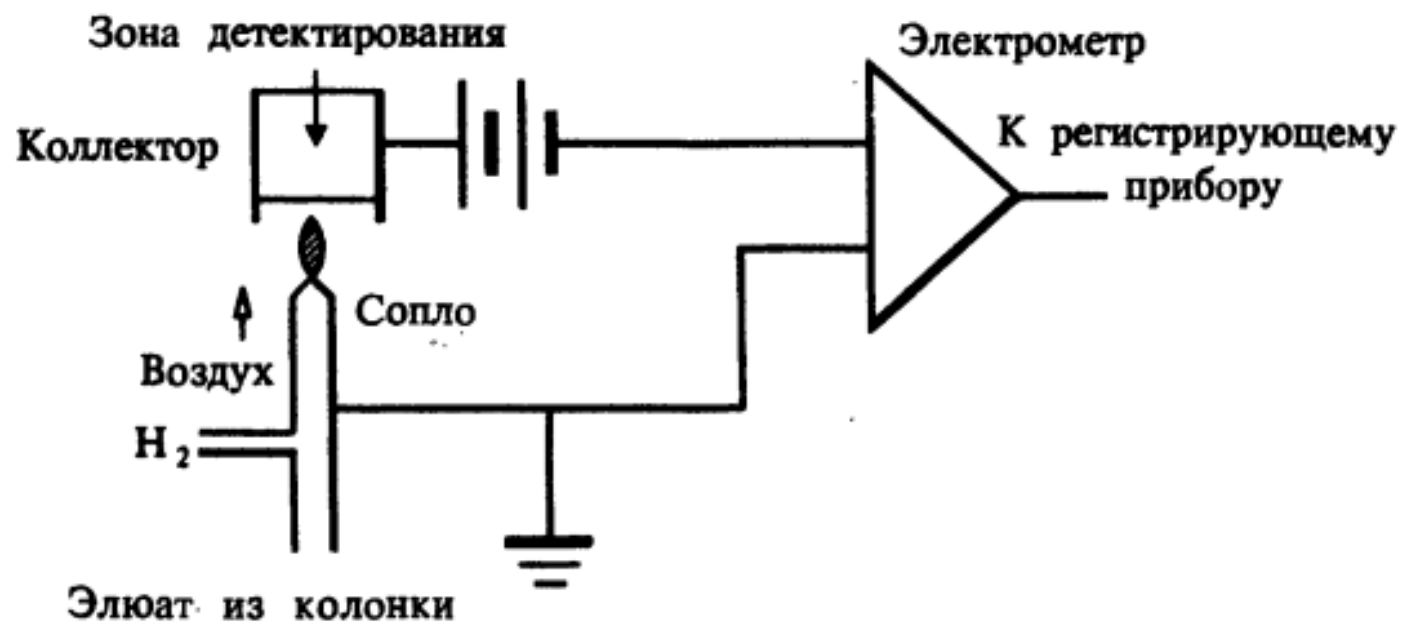


Рис. 23. Схема ПФД

Пламенно-фотометрический детектор (ПФД)

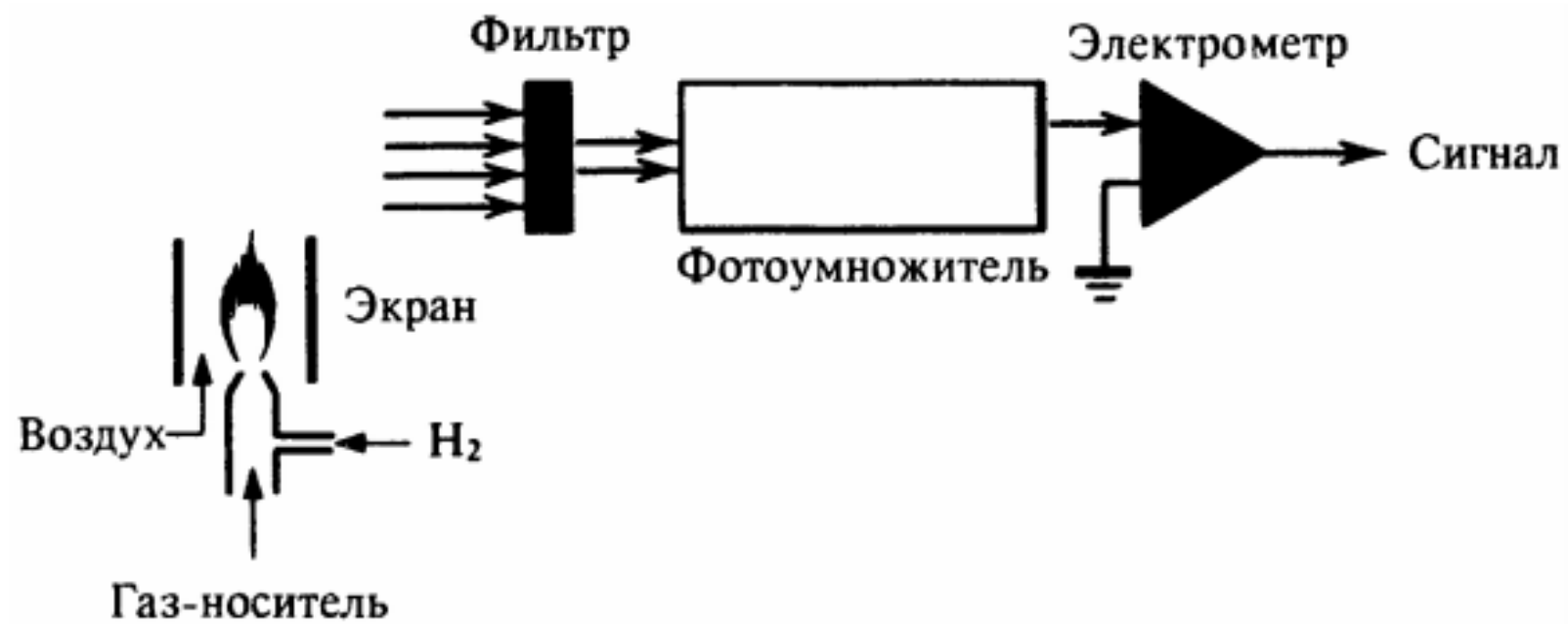


Рис. 24. Схема ПФД

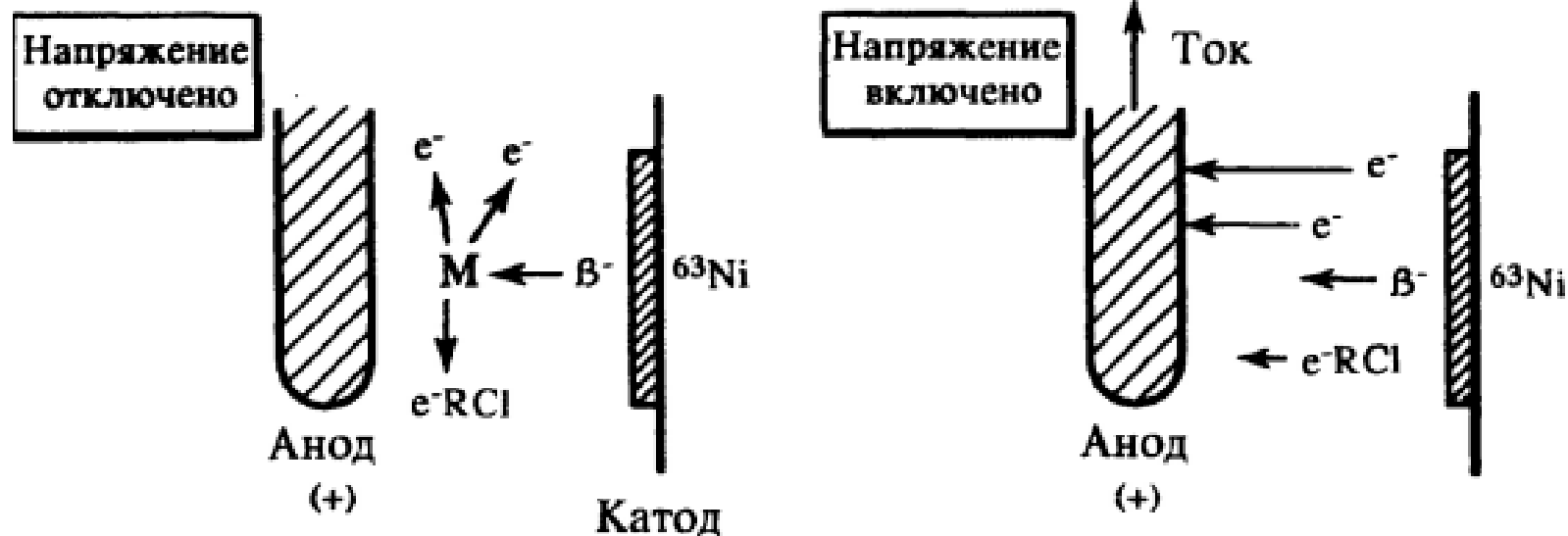


Рис. 25. Движение электронов во время импульсного напряжения на ЭЗД

- β^- - β -частица
- M - молекула газа-носителя
- e^- - вторичные электроны с низкой энергией
- $e^- \text{RCI}$ - электрофильная молекула с захваченным электроном

Газовый хроматограф «TRACE GC 2000»

- ультрастабильный, малоинерционный термостат;
- полный набор инжекторов, детекторов и автоматических пробоотборников;
- уникальная конструкция блоков инжектора и детектора делает их легкозаменяемыми;
- панель управления позволяет контролировать все параметры прибора и аналитического метода;

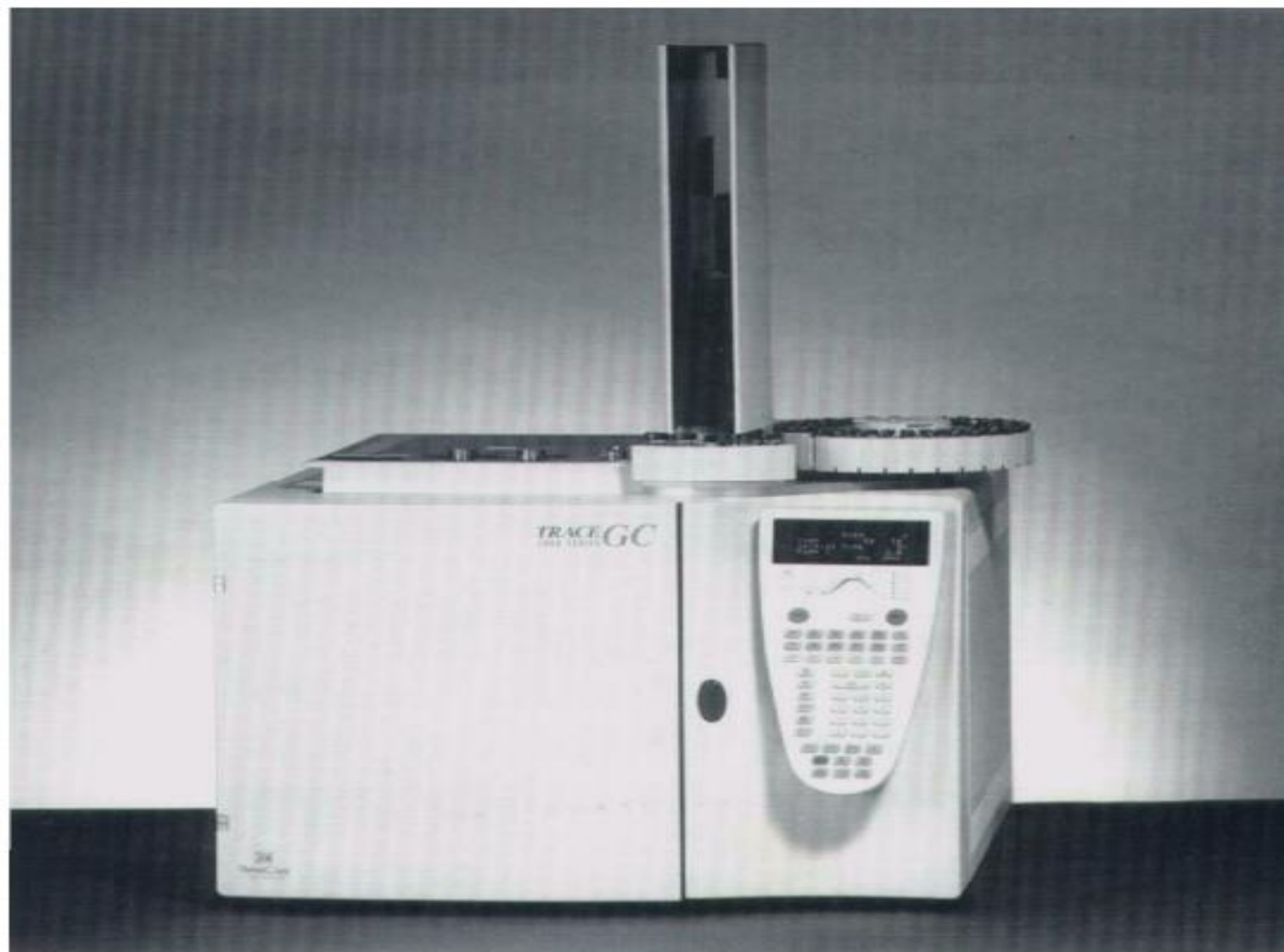


Рис. 23. Внешний вид хроматографа

Вопросы для самоконтроля

1. Дайте общую характеристику метода газовой хроматографии. Расскажите о классификации методов газовой хроматографии по механизму разделения.
2. Какими свойствами должна обладать неподвижная фаза в ГЖХ?
3. Расскажите об основных детекторах, используемых в ГЖХ.