

ГАЗОВЫЙ ХРОМАТОГРАФ «ХРОМОС ГХ-1000» - СОВРЕМЕННЫЙ ИНСТРУМЕНТ ДЛЯ РЕШЕНИЯ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИХ, ЭКОЛОГИЧЕСКИХ И ПРИКЛАДНЫХ ЗАДАЧ.

В.С.Сальников

ООО «Научно-техническая фирма «Сибирская Технология», г.Омск, Россия,
mail@chromosib.ru

Приведены технические характеристики газового хроматографа «ХРОМОС ГХ-1000». Дана классификация возможных конструктивных и аналитических схем газового хроматографа в зависимости от решаемой задачи. При анализе многокомпонентных газовых смесей предложено объединить вещества в 4 хроматографические группы и для них сформулированы основные решаемые задачи для одновременного эффективного хроматографирования. Приведен пример хроматографического анализа многокомпонентной газовой смеси на комбинированном приборе.

Хроматографические методы занимают одно из ведущих мест среди физико-химических методов исследования сложных газовых и жидких объектов при решении огромного числа задач в области экологии, нефте-газо-химическом комплексе, научно-исследовательских разработках и среди этих методов газовая хроматография наиболее многофункциональна. Конечная комплектация газового хроматографа зависит от решаемой задачи. Структура прибора может быть и простой – один аналитический канал «устройство ввода – хроматографическая колонка - детектор», и более сложной – многодетекторной, с комбинированными системами ввода, несколькими хроматографическими колонками. Чем современнее прибор и лучше спроектирована его конструкция, тем легче создавать различные аналитические схемы, как простые, так и сложные, воплощая их в «металле».



Газовый хроматограф «ХРОМОС ГХ-1000» полностью отвечает самым изысканным требованиям Заказчика. Прибор выполнен в виде единого моноблока с большим термостатом колонок (ТК) – 14 или 19 литров, имеет современные электронные компоненты с использованием микропроцессоров и может включать (поддерживать): общее количество температурных зон до 11 (6 на крышке ТК); до 4-х устанавливаемых и одновременно работающих детекторов (ПВД, ДТД, ТИД, ПФД, ЭЗД, ФИД, ДТХ, ГИД и др.); до 14-ти электронных регуляторов газового потока (РГП); до 4-х автоматических кранов дозаторов-переключателей (3/4/6/8/10/12/14-портовые); до 3-х испарителей для капиллярных и/или насадочных колонок; метанатор; термодесорбер; дозатор равновесного пара; устройство для дозирования сжиженного газа; автосемплер (жидкость-пар-жидкость/пар). Регуляторы РГП имеют следующие характеристики: установка независимо по каждому каналу одного из 5 типов газа; возможность задания газового потока по расходу, давлению или линейной скорости; возможность задания программированного изменения потока газа в ходе анализа с любым шагом в любом направлении с 5-ю изобарами/изохорами (давление/расход). Устройства ввода и детектора могут быть установлены на крышку ТК в любом сочетании. Имеется возможность одновременного размещения нескольких насадочных и капиллярных колонок. За счет модульного

исполнения всех узлов, а также электронных компонентов монтаж, техническое обслуживание, модернизация или ремонт хроматографа является простым и очень удобным мероприятием.

В общем виде газовые хроматографы по аналитическим схемам и предназначению можно разделить на три группы. Первая – это приборы, имеющие один аналитический канал и предназначенные для простых рутинных задач, исследования определенного круга объектов и возможностью перевода на новую задачу путем установки другой колонки. Вторая группа - приборы с 2/3-мя независимыми аналитическими каналами: экология, прикладные анализы, типовые исследования и задачи в научных и учебных организациях. Преимущество такого прибора в том, что он позволяет решать последовательно несколько самостоятельных аналитических задач без необходимости проведения технических мероприятий – переброски газовых линий, переустановки колонок, достаточно только загрузить с компьютера метод другого аналитического канала и прибор автоматически выйдет на новый хроматографический режим. Однако в этом случае необходимо соблюсти одно важное условие – совместимость хроматографических колонок по их максимальной температуре, т.к. они установлены в общем ТК. Третья группа – приборы со сложной комбинированной единой аналитической схемой, состоящей из несколько детекторов, устройств ввода и комплекса хроматографических колонок. Такой хроматограф за счет перекрестной последовательно-параллельной взаимозависимой комбинации аналитических каналов позволяет решать либо сложную единую аналитическую задачу, либо комплекс задач для объектов, в состав которых входят соединения, анализируемые на разных детекторах.

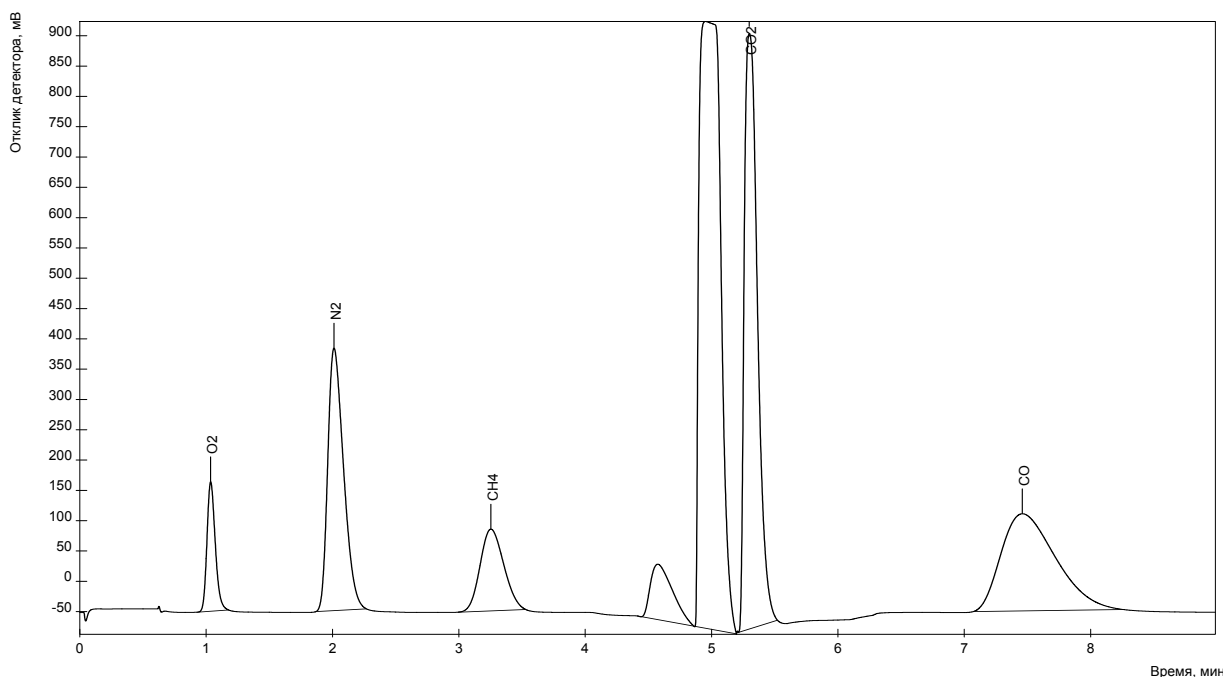
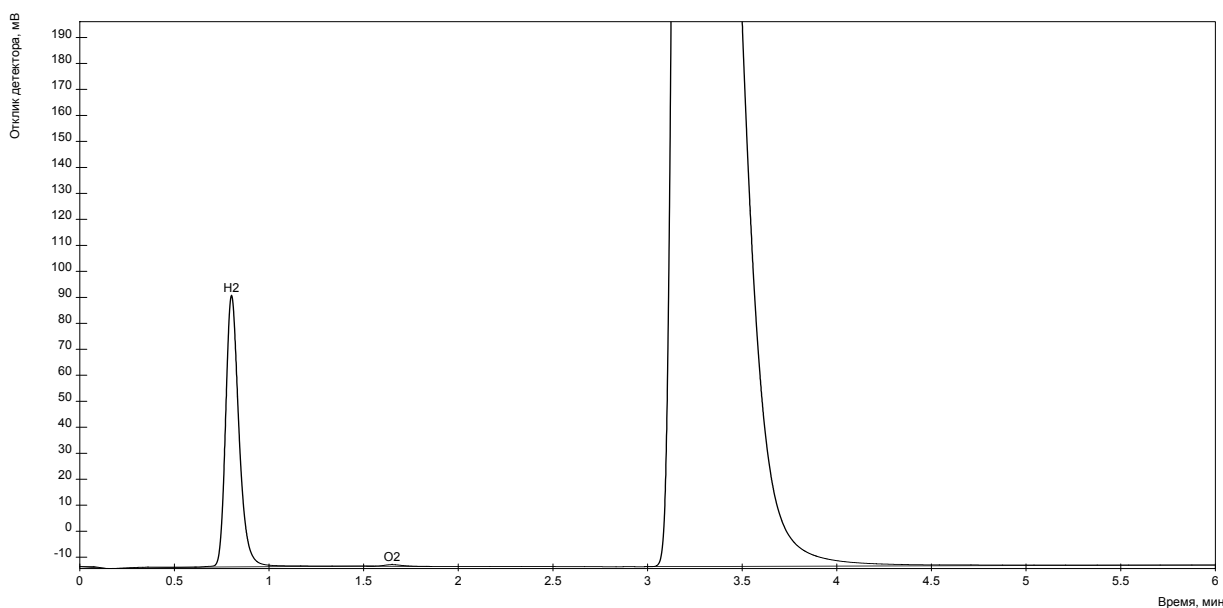
Компания «Научно-техническая фирма «Сибирская Технология», входящая в группу компаний «Центр ХромоСиб» является крупнейшим Региональным дилером и Сервисным центром оборудования серии «ХРОМОС» - газовая и жидкостная хроматография. Компания осуществляет полный комплекс мероприятий по подготовке ТЗ на оборудование, размещению и сопровождению заказа на изготовление, комплектации и поставке хроматографа Заказчику, вводу комплекса в эксплуатацию и обучению специалистов, гарантийному и пост-гарантийному обслуживанию, методической и технической поддержке. Кроме того, компания проводит самостоятельные исследования и разработки в области газовой хроматографии – постановка методик, исследование новых сорбентов и приготовление насадочных хроматографических колонок, производство капиллярных хроматографических колонок. В настоящем докладе будет приведен пример использования газового хроматографа «ХРОМОС ГХ-1000» в решении достаточно востребованной аналитической задачи.

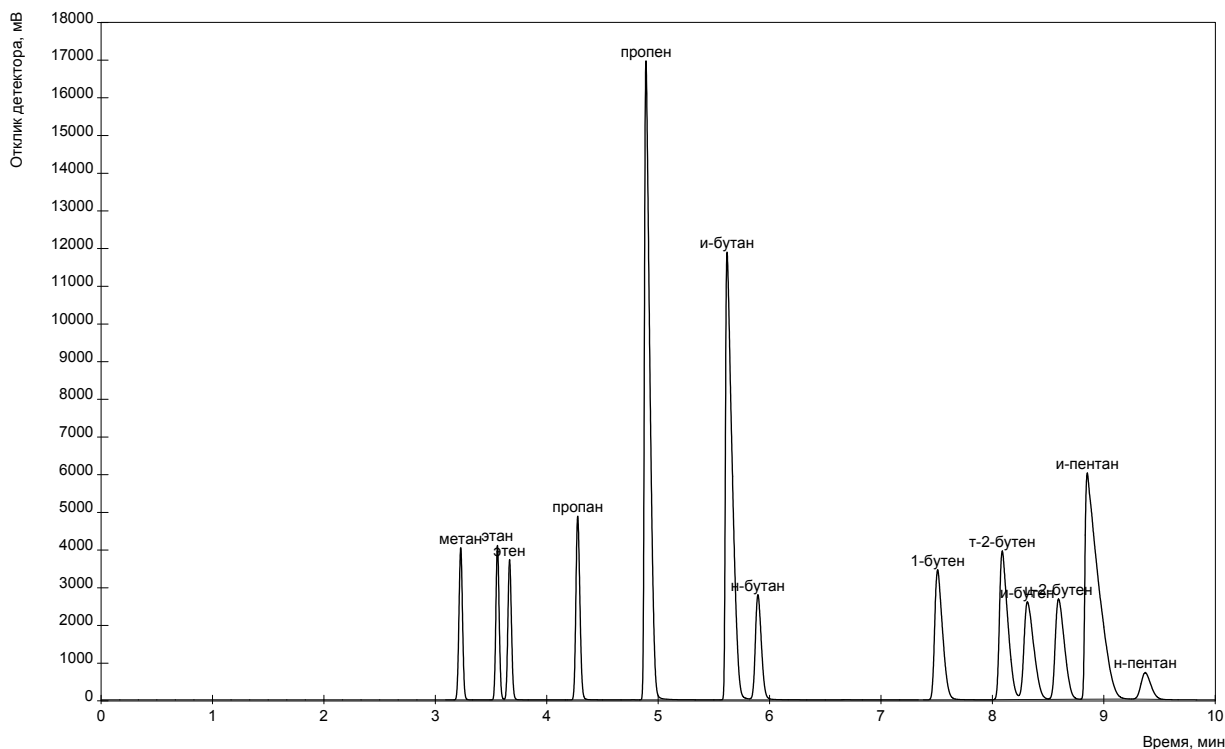
Имеется широкий круг задач в различных областях науки, производства, экологии когда необходимо разделить и проанализировать сложную газовую смесь, в которую могут входить вещества группы постоянных/перманентных газов (H_2 , He, Ar, O_2 , N_2 , CO, CH_4), CO_2 , оксиды азота, соединения серы, вода, органические соединения различных классов, при этом это могут быть смеси с любым сочетанием веществ. Как правило, в классическом варианте хроматографии анализируемые вещества должны быть разбиты как минимум на 4-ри аналитические группы, т.к. совместный качественный и количественный анализ для некоторых компонентов с использованием одной колонки и одного детектора является либо невозможным, либо имеет ограничения, либо методически пока не отработанным. Первая группа – H_2 (He) для анализа которого в широком динамическом диапазоне необходим детектор ДТП, газ-носитель аргон или азот, хроматографическая насадочная колонка с цеолитным сорбентом. Вторая - O_2 , N_2 , CO, CH_4 , аналитический канал: детектор ДТП, газ-носитель He/ H_2 /Ar, хроматографическая насадочная колонка с цеолитным сорбентом.

Третья – CO₂, H₂O, неорганические соединения, аналитический канал: детектор ДТП, газ-носитель He/H₂/Ar, хроматографическая насадочная колонка с полимерным, угольным или иным сорбентом. Четвертая – органические соединения, аналитический канал: детектор ПИД/ДТП, газ-носитель Ar/He/H₂, хроматографическая насадочная либо капиллярная колонка. Иногда, если состав органических и неорганических компонентов не велик, удастся совместить анализ 3 и 4-ой группы совместно на детекторе ДТП. Как видно аналитический контроль компонентов всех групп в газовой смеси требует комплект детекторов, кранов-дозаторов и хроматографических колонок, что обеспечивается 2 или 3-мя хроматографами и набором методик с самостоятельными хроматографическими режимами, при этом на одном приборе, как правило, хроматографирование по аналитическим каналам проводится последовательно и чаще с программированием температуры ТК, а общее время всего анализа газовой смеси может составлять 30-40 минут и более.

Нами осуществлена постановка методики одновременного – за один запуск метода, анализа практически любой комбинации компонентов из перечисленных 4-х групп. При разработке методики необходимо было решить несколько задач: а) количество аналитических каналов должно быть достаточным и минимальным для полного анализа смеси и они должны быть в составе одного хроматографического комплекса; б) устройств ввода газовой пробы, количество электронных РГП и переключателей потока должно быть достаточным и минимальным для анализа смеси любой комбинации без проведения каких-либо технических мероприятий; в) общее время анализа должно быть минимально возможным – 10-20 минут; г) предпочтение в режиме полного анализа отдается изотермическому режиму ТК или программированному с минимальным перепадом температур начала и конца анализа; д) необходимо увеличить межрегенерационный период цеолитных колонок, т.к. компоненты последних двух групп являются для них хроматографическими ядами, поэтому регенерация таких колонок может быть частой и требует высокой температуры и необходимости извлечения в это время из ТК других колонок с более низкой термостабильностью. Предлагаемый хроматографический комплекс выполнен на базе одного хроматографа «ХРОМОС ГХ-1000» с 2-4 аналитическими каналами (в зависимости от требуемой комбинации анализируемых компонентов), включающими 2-3 детектора ДТП/ПИД, комплект многопортовых кранов дозаторов-переключателей, набор насадочных и капиллярных хроматографических колонок (от 3-х до 6-ти). Анализ построен на принципе параллельно-последовательного перекрестного хроматографирования одновременно по всем аналитическим каналам путем автоматически программируемого переключения кранов и потоков газа-носителя, а при необходимости программирования и температуры в ТК. Основным термо-образующим аналитическим каналом в ТК является канал определения органических соединений, остальные каналы являются зависимыми. Используя насадочную или капиллярную колонку, подбирается режим хроматографирования органических соединений, желателен изотермический, с минимальным временем анализа. При данной температуре ТК для других каналов подбираются параметры хроматографических колонок и режимов для полного разделения соответствующих компонентов. При этом на детекторе ДТП используются обе ячейки в качестве аналитической. За счет подбора сорбентов для аналитического канала третьей группы и параметров цеолитных колонок могут быть установлены изотермические режимы полного хроматографирования компонентов 1-3 групп при температуре ТК 30÷130⁰С или с этой начальной температуры при дальнейшем программировании. Для защиты цеолитных колонок от хроматографических ядов, снижающих сорбционные свойства сорбента или мешающих определению основных компонентов, разработаны специальные предколонки в режиме обратной продувки. Назначение предколонки – в указанном выше температурном интервале пропустить на

основную колонку компоненты 1-2 групп и задержать все мешающие компоненты газовой смеси, но при этом за время основного анализа (5-15 мин) должна произойти её полная авторегенерация. Детальный состав хроматографического комплекса, тип хроматографических и предколонок, алгоритм работы являются предметом «ноу-хау». Приведем пример и общий принцип работы одной из аналитических схем при анализе компонентов модельной газовой смеси - H_2 , O_2/N_2 (воздух), CO , CO_2 , углеводороды C_1-C_5 (парафино-олефинового класса с изомерами). Хроматографический комплекс включает три детектора, комплект многопортовых автоматических кранов, 6-ть хроматографических колонок и весь анализ проходит в изотермическом режиме при $80^{\circ}C$ в течение 10 мин. При однократном запуске метода происходит программируемое переключение кранов и начинается запись по всем детекторам, по ходу анализа происходит переключение и отдувка предколонок.





Для прямого балансового анализа высокотемпературных парогазовых смесей из технологических установок разработана обогреваемая газовая линия «on-line» до 300⁰С служащая для прямой подачи смеси без сепарации на краны-дозаторы. Для расширения функциональных возможностей газового хроматографа «ХРОМОС ГХ-1000» в указанном выше комбинированном методе совместного определения веществ всех групп разработан двух-термостатный вариант хроматографа: основной ТК – с программируемым режимом, вспомогательный ТК – в изотермическом режиме на 2 насадочные колонки.