

ПОЛУЧЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ ГАЗОВЫХ СРЕД ЛЕТУЧИХ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ ХРОМАТО-ДЕСОРБЦИОННЫМ СПОСОБОМ

И.А. Платонов, Д.Л. Колесниченко, И.Н. Колесниченко

*Самарский национальный исследовательский университет,**e-mail: irniks@mail.ru*

Стандартные газовые среды широко используются в экологической практике для обеспечения единства измерений, контроля качества, а также создания атмосфер для ускоренных испытаний. Ассортимент аттестованных государственных стандартных образцов достаточно широк и коммерчески доступен, однако их недостатком кроме высокой стоимости, является также громоздкость коммерческих ГСО и установок для их получения, что ограничивает их применение во внелабораторных условиях. Для решения этих задач используют динамические методы получения газовых смесей [1-2].

В работе показана возможность применения хромато-десорбционных систем для получения калибровочных смесей, что является перспективным методом для получения ЛГОС в диапазоне менее 10 ppm. Выявлено, что буферная ёмкость в значительной степени определяется градиентом концентрации в начальной части системы, при этом градиент концентрации может быть обеспечен не только количеством нанесенного аналита, но и геометрическими особенностями системы: для цилиндрической секционной системы, используемой в динамическом режиме, буферная ёмкость формируется за счет разности масс сорбента, что по эффективности аналогично 25% градиенту концентрации в начальной части системы при равной массе аналита и сорбента.

ХДС инъекционного типа, эксплуатируемые в дискретном режиме, показывают большую эффективность (больше стабильность поддержания квазипостоянства концентрации и меньшее СКО квазипостоянной концентрации) – чем меньше разница между диаметром системы и выходным патрубком, что обусловлено формированием мертвого объема в пристеночном пространстве, тем медленнее и неравномерно происходит перераспределение аналита, что в свою очередь определяет эффективность подпитки аналита на последней теоретической тарелке, отвечающей за концентрацию на выходе из системы. В таких системах оптимальным является не более, чем двукратное превышение диаметра трубчатой проточной системы и выходного патрубка является.

Апробация предложенных подходов при выполнении количественного определения ЛГОС по методике «введено-найдено» на примере четыреххлористого углерода (в диапазоне концентраций 8-1 ppm) показала эффективность применения хромато-десорбционных систем в динамическом режиме и инъекционных систем в дискретном режиме с автоматическим дозированием. Отклонение от опорного значения не превышает 20-24%. Аналогичные зависимости были получены для фторорганического соединения перфтор-1,3-диметилциклогексан (для диапазона концентраций от 1 до 0,1 ppm).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. A.G. Vitenberg, L.A. Konopel'ko, Parofaznyj gazohromatograficheskij analiz: metrologicheskie prilozheniya // Zhurnal analiticheskoy himii, 2011, 66(5), p. 452-472.
2. A.R. Gorbacheva, O.V. Rodinkov, Hromatomembrannoe generirovanie standartnyh gazovyh smesey letuchih organicheskikh soedinenij na urovne ppm // Analitika i kontrol'. 2018, 22(3), p. 267-272.