

ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОБОРУДОВАНИЕ
**АНАЛИЗ ПХБ В
ИЗОЛЯЦИОННЫХ ЖИДКОСТЯХ**



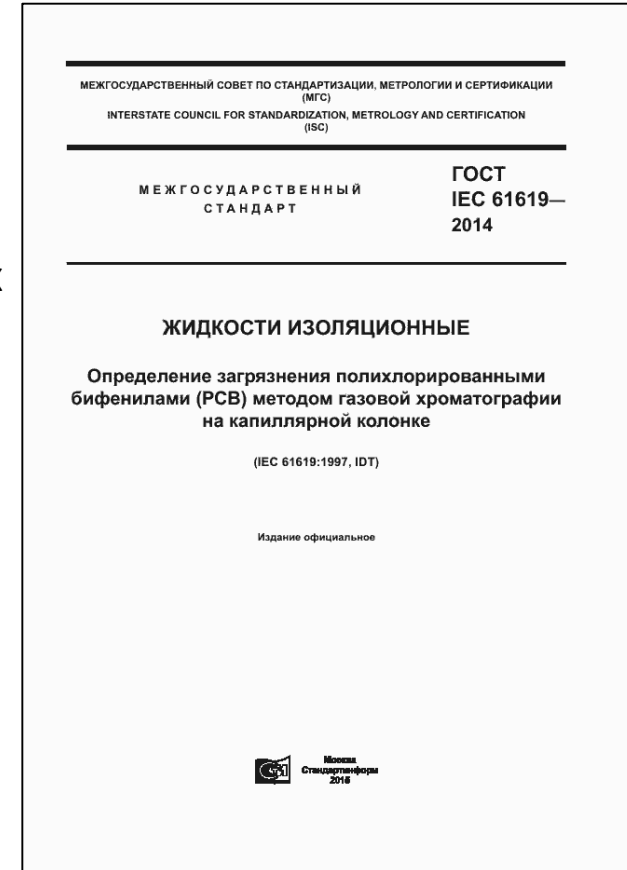


Нормативная документация

ГОСТ IEC 61619-2014

Введен в действие с 1 июля 2016 г.

Устанавливает метод определения содержания полихлорированных бифенилов в изоляционных жидкостях методом газовой хроматографии с электрозахватным детектором.





Комплектация

Газовый хроматограф:

- Испаритель (капиллярный или программируемый)
- Детектор (микро-ЭЗД)
- Капиллярная колонка (НТ8 50 м x 0,22 мм x 0,25 мкм)

Дополнительное оборудование:

- Генератор водорода (использование в качестве газа-носителя вместо гелия)
- Генератор азота (для поддувочного газа в детектор)
- Фильтр каталитической очистки инертного газа от кислорода
- Оборудование для пробоподготовки (колонки ТФЭ, вакуумный манифолд и т.д.)



Испарители

Капиллярный

- С делением потока (split)
- Без деления потока (splitless)

Программируемый

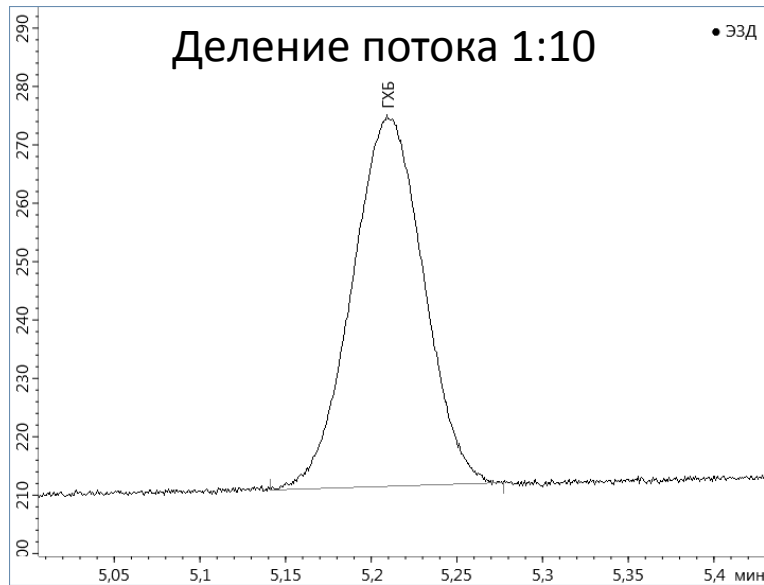
- С делением потока (split)
- Без деления потока (splitless)
- Ввод пробы непосредственно в колонку (on-column)
- Ввод больших объемов пробы (large volume injection)



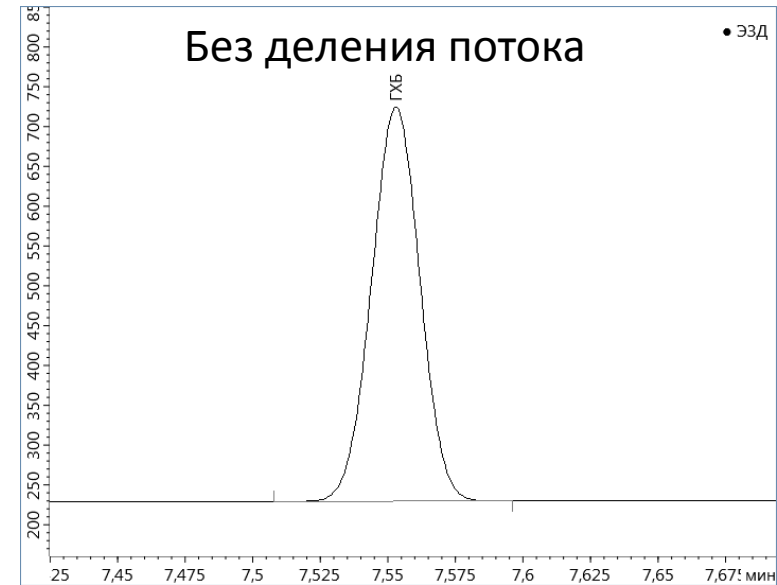


С делением потока vs Без деления потока

- Требование по чувствительности: при вводе 1 пг гексахлорбензола сигнал/шум должен быть более 20.



Сигнал/шум 1:42



Сигнал/шум 1:343

Результаты анализа получены на детекторе микро-ЭЗД



Программируемый испаритель

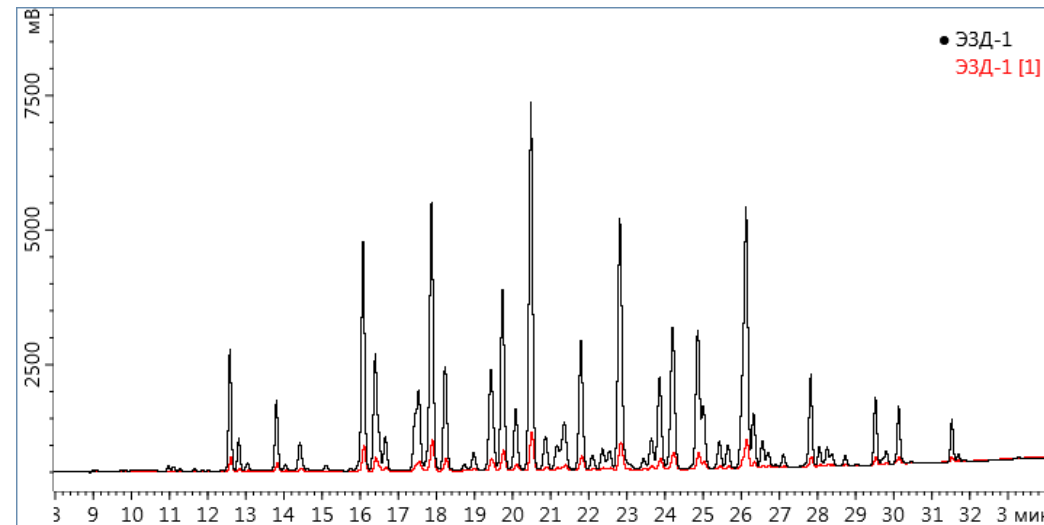
Возможности капиллярного испарителя

... а также:

- Ввод непосредственно в колонку (on-column).
- Ввод больших объемов пробы (large volume injection) для достижения максимальной чувствительности.

Анализ смеси Aroclor 1254

— 1 мкл
— 10 мкл





Детектор микро-ЭЗД

Микро-ЭЗД – селективный детектор для анализа галогенсодержащих соединений при работе с капиллярными колонками.

Предел детектирования	4.4 фг/с
Линейный динамический диапазон	$0.5 \cdot 10^4$
Максимальная температура	450 °С
Частота записи сигнала	от 10 до 300 Гц
Предел детектирования	4.4 фг/с





микро-ЭЗД vs ЭЗД

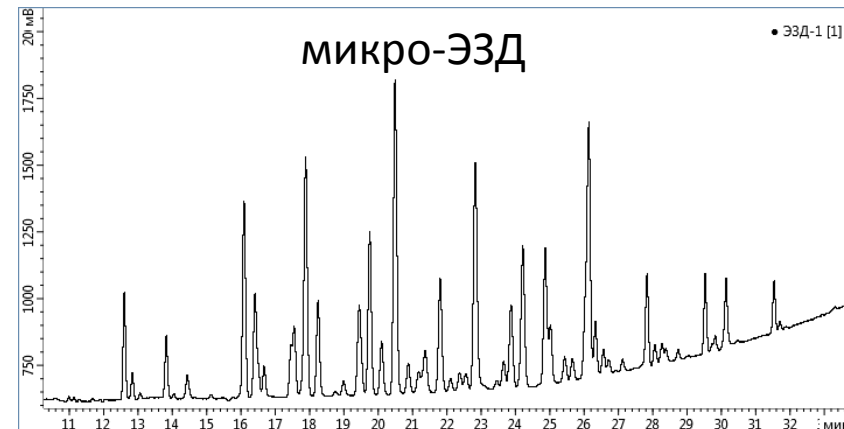
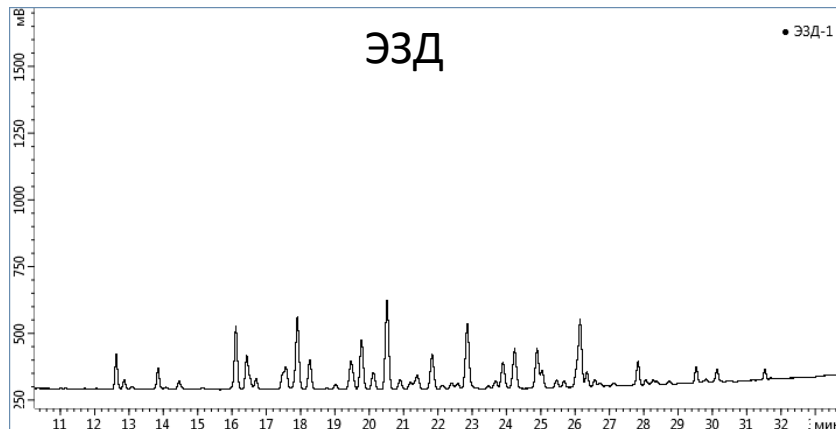
Анализ смеси Aroclor 1254 (10 мкг/мл)

Колонка: НТ8 (25 м × 0.32 мм × 0.25 мкм)

Температура колонки: 130 °С (1 мин) – 20 °С/мин – 180 °С – 2 °С/мин – 220 °С – 5 °С/мин – 290 °С (20 мин)

Расход газа-носителя (гелий): 1,5 мл/мин

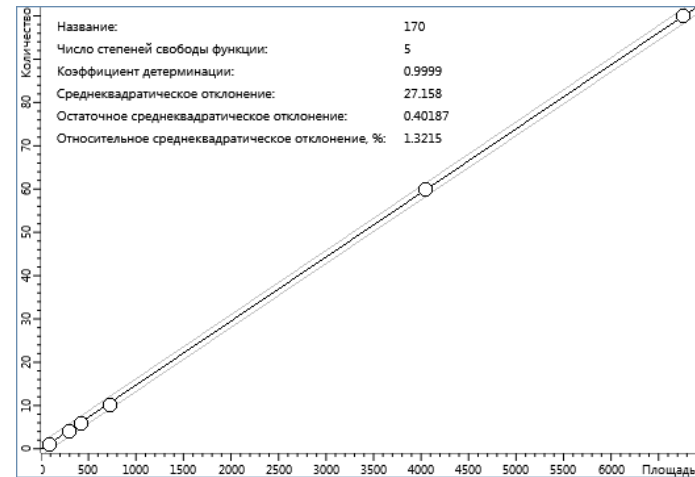
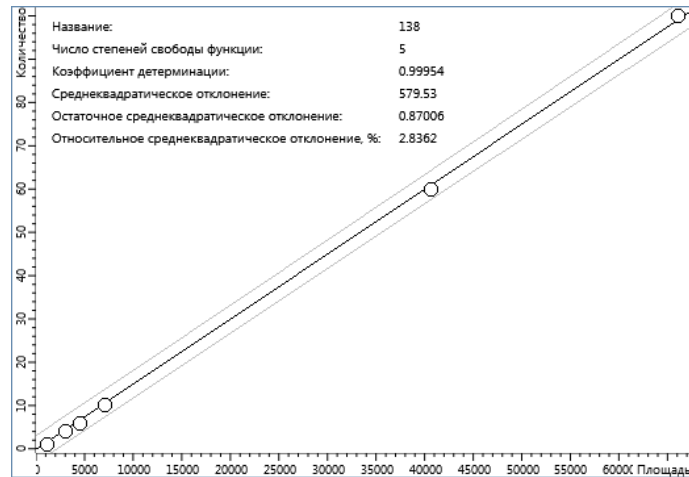
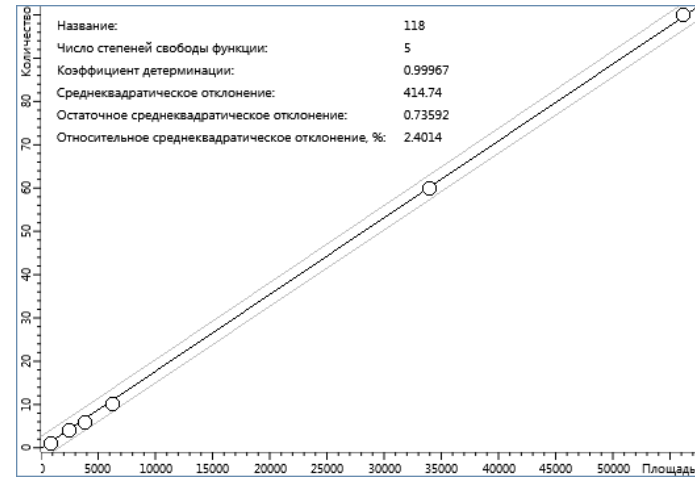
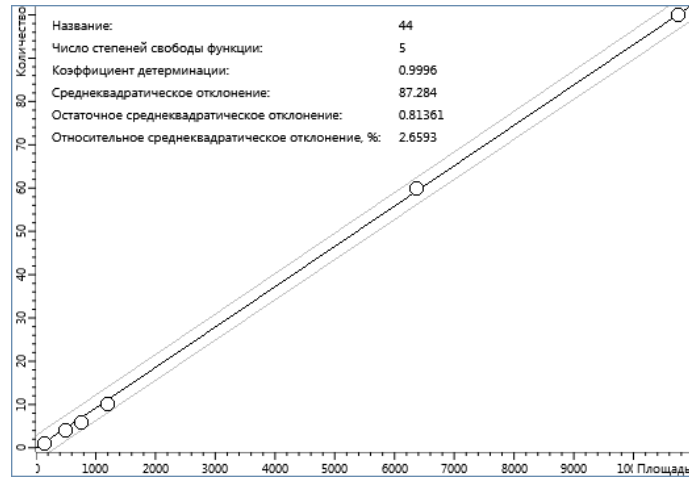
Деление потока: 1:10



Увеличение чувствительности в 4-5 раз



Линейность

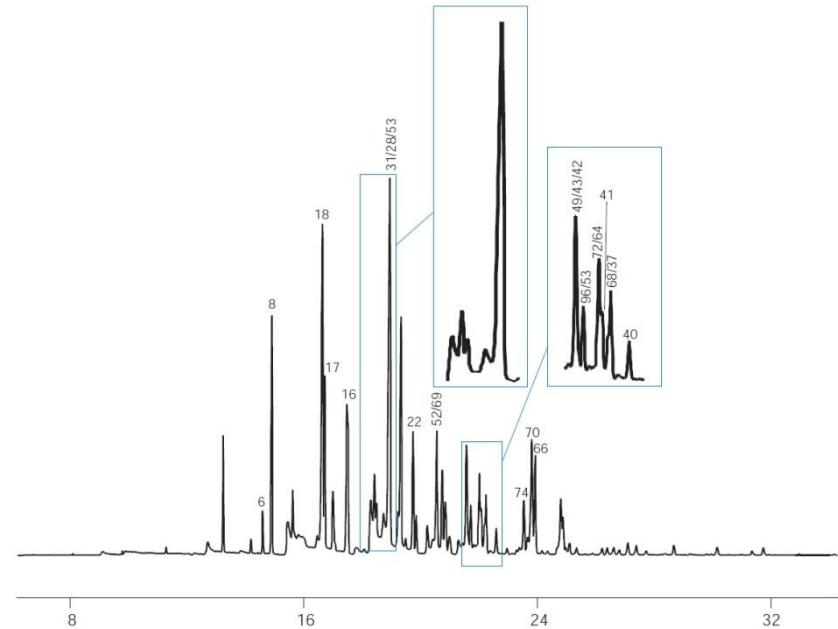




Капиллярная колонка

В ГОСТ ИЕС 61619-2014 прописана колонка с фазой 5 % фенил диметилполисилоксан.

- Максимальная рабочая температура 320 °С
- Повышенный фон при высокой температуре
- Проблемы с разделением некоторых конгенов



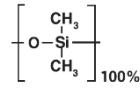
Хроматограмма анализа смеси Aroclor 1242 на колонке BP5 50 м x 0,22 мм x 0,25 мкм



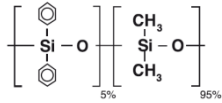
Сравнение капиллярных колонок

Разрешение РСВ 28/31 должно быть не менее 0,5

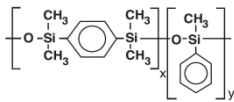
BP1



BP5



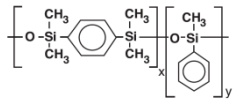
BPX5



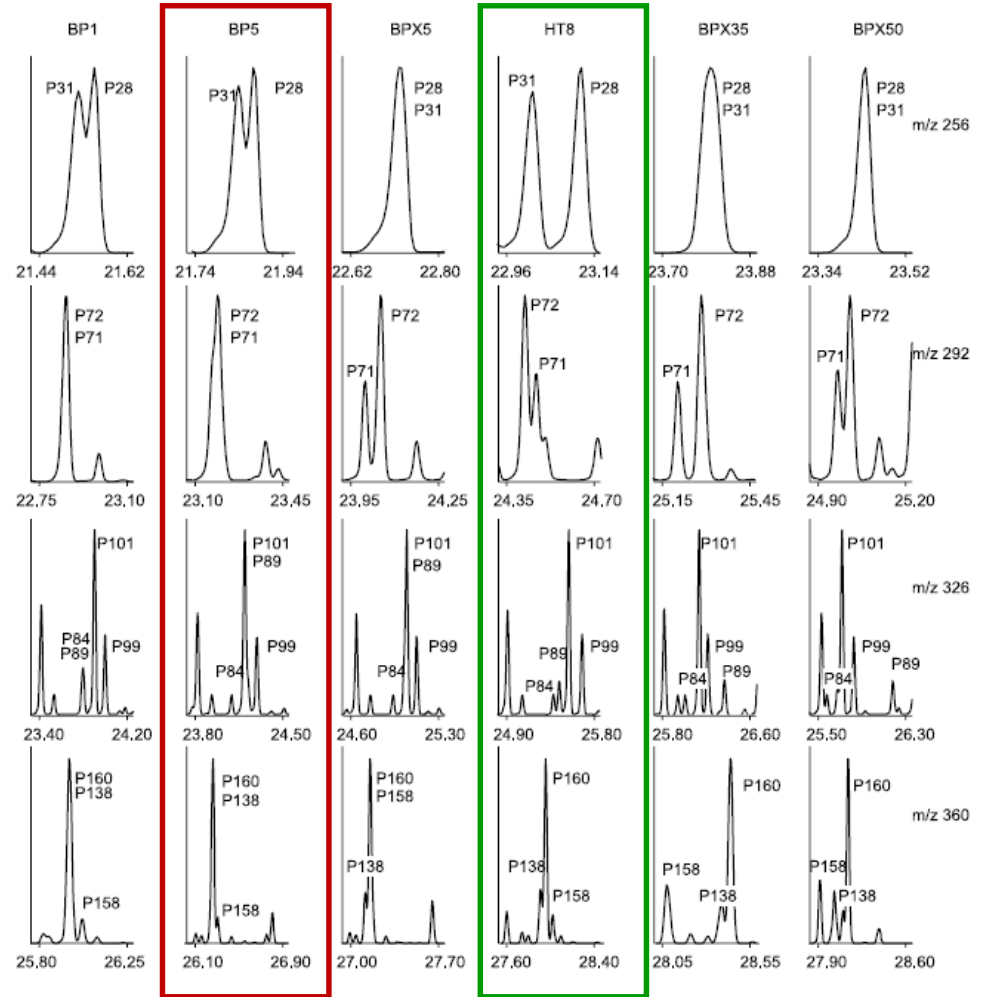
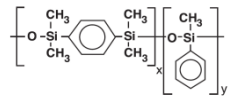
HT8



BPX35



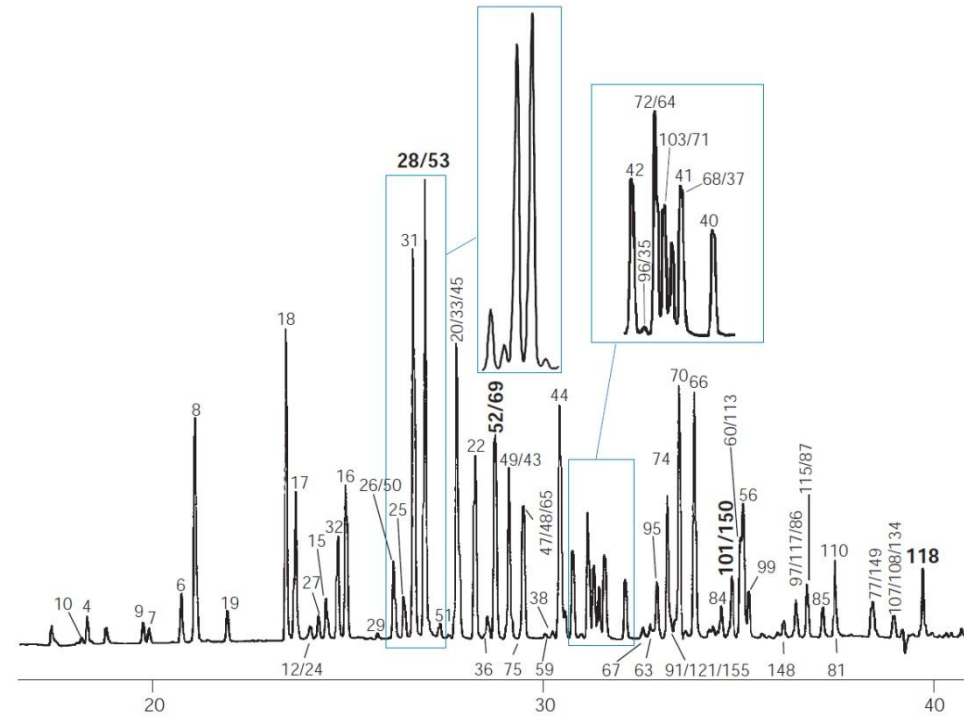
BPX50





Разделение ПХБ на колонке НТ8

- Максимальная рабочая температура 360 °С
- Низкий фон при высокой температуре
- Отличное разделение конгенов ПХБ

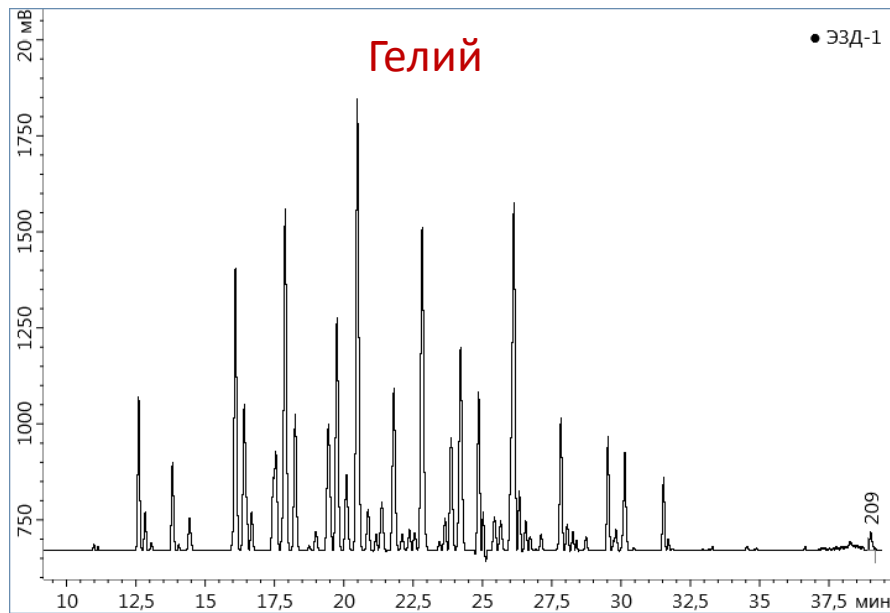


Хроматограмма анализа смеси Aroclor 1242
на колонке НТ8 50 м x 0,22 мм x 0,25 мкм

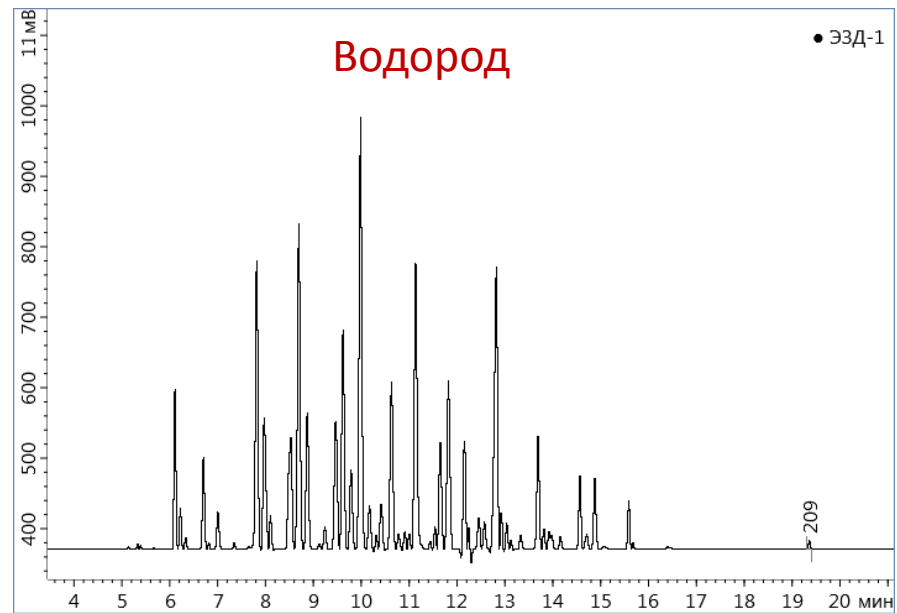


Гелий vs водород

- Использование в качестве газа-носителя водорода вместо гелия позволяет сократить время анализа почти в 2 раза без ухудшения разделения компонентов.



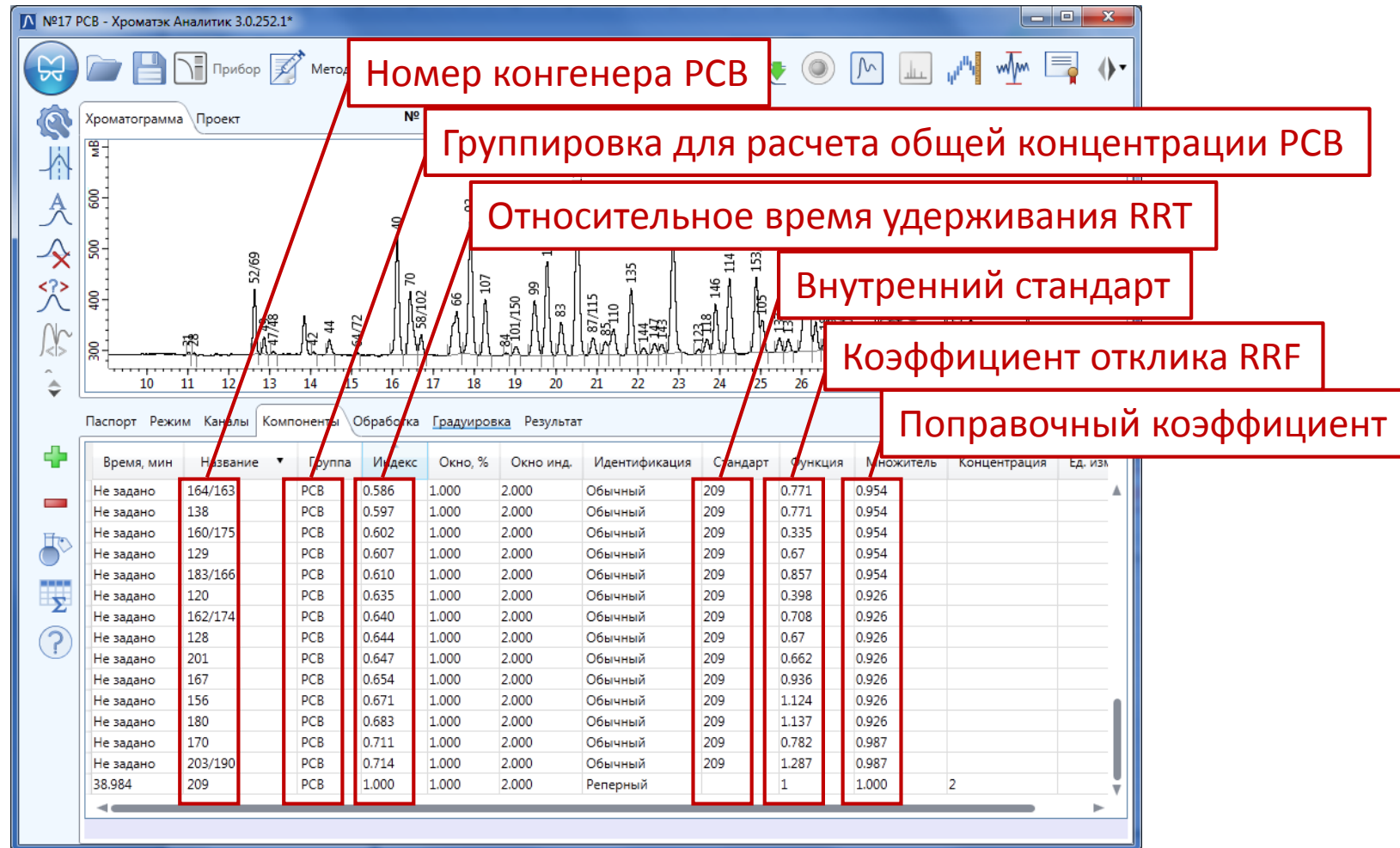
40 мин



20 мин



Массив данных в ПО "Хроматэк Аналитик"





Спасибо за внимание!

424000

Российская Федерация

г. Йошкар-Ола,

ул. Строителей, 94

[http:// www.chromatec.ru](http://www.chromatec.ru)

e-mail: mail@chromatec.ru

тел. +7 (8362) 68-59-68

