



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

900173
ДЛЯ СЛУЖЕБНОГО ПОЛЬЗОВАНИЯ

№ SU (U) 867154 A

3 (5) G O I N 31/08

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 2929624/18-25

(22) 22.05.80

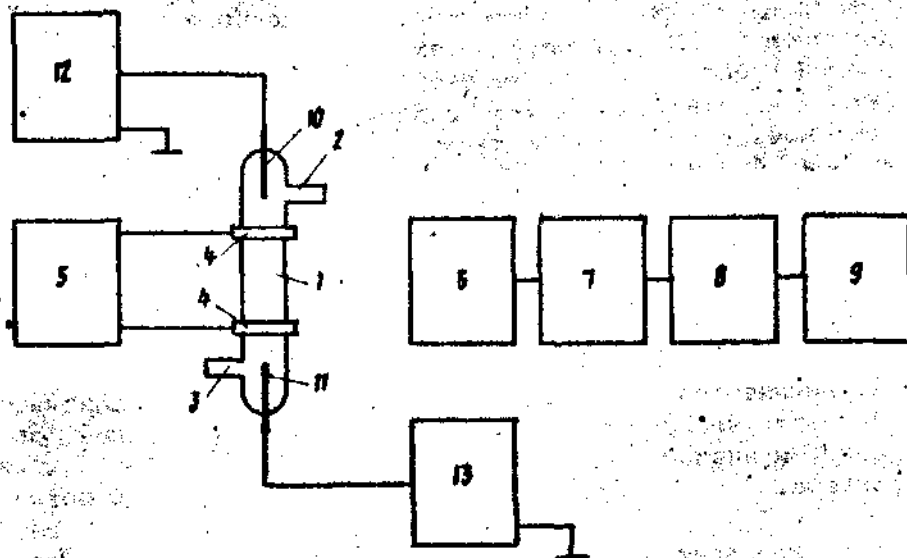
(72) Ю.А. Сапрыкин, Ю.А. Паздерский,
А.Д. Зорин, В.М. Головкин и Д.П. Чурик

(53) 535.243.2(088.8)

(56) 1. Бражников В.В. Дифференци-
альные детекторы для газовой хрома-
тографии. М., 1974, с. 169-170.

2. Arthur I. et al Analytical
Chemistry, v. 37, 1965, p. 1470
(прототип).

(54)(57) ВЫСОКОЧАСТОТНЫЙ ЭМИССИОННЫЙ
ДЕТЕКТОР, содержащий разрядную труб-
ку, высокочастотный генератор, моно-
хроматор и систему регистрации интен-
сивности излучения, отличаю-
щийся тем, что, с целью повыше-
ния точности идентификации при ана-
лизе сложных смесей, в детектор вве-
дены регулируемый источник питания
и индикатор тока, а в разрядной труб-
ке установлены два электрода, соеди-
ненные с регулируемым источником
питания через индикатор тока.



№ SU (U) 867154 A

РПФ

Изобретение относится к газовой хроматографии и может быть использовано для анализа сложных смесей.

Известны высокочастотные эмиссионные детекторы, выполненные из кварцевой трубки, в которой при пропускании через нее гелия или аргона возбуждается разряд от высокочастотного излучения. Свободные электроны в разряде достигают энергий достаточных для того, чтобы вызвать распад молекул поступающих в разрядную трубку из хроматографической колонки. Излучение осколков молекул и свободных атомов поступает в спектрофотометр, где измеряется интенсивность характеристической линии исследуемого вещества [1].

Недостатком известных высокочастотных эмиссионных детекторов является низкая чувствительность.

Наиболее близким техническим решением является высокочастотный эмиссионный детектор, содержащий разрядную трубку, высокочастотный генератор, монохроматор и систему регистрации интенсивности излучения [2].

Известный высокочастотный эмиссионный детектор обладает высокой селективностью к выбранному классу веществ. Поэтому, при анализе сложных смесей неизвестного состава, его приходится применять в сочетании с универсальным, неселективным детектором, чтобы зарегистрировать все компоненты присутствующие в анализируемой пробе. В дальнейшем эти компоненты идентифицируются при помощи высокочастотного эмиссионного детектора. В роли универсального детектора, обычно, используют катарометр, путем последовательного его соединения с высокочастотным эмиссионным детектором. Однако сочетание высокочастотного эмиссионного детектора с катарометром резко снижает аналитические возможности системы в целом из-за увеличения объема детектирования и низкой чувствительности катарометра.

Увеличение объема детектирования за счет суммирования объемов катарометра, высокочастотного эмиссионного детектора и соединительных линий значительно снижает эффективность разделения компонентов смеси, достигнутую на хроматографической колонке, что в конечном счете снижает чувствительность анализа и может

привести его к ошибочным результатам.

Низкая чувствительность катарометра по сравнению с высокочастотным эмиссионным детектором ограничивает и аналитические возможности последнего, особенно при анализе и идентификации микропримесей в пробах неизвестного состава.

Кроме того, некоторые вещества, например, металлоорганические соединения, летучие неорганические гидриды при прохождении через катарометр могут разлагаться на горячей нити его, что искажает результаты анализа при детектировании высокочастотным эмиссионным детектором.

Целью настоящего изобретения является повышение точности идентификации при анализе сложных смесей.

Эта цель достигается тем, что в известный высокочастотный эмиссионный детектор, содержащий разрядную трубку, высокочастотный генератор, монохроматор и систему регистрации интенсивности излучения, введены регулируемый источник питания и индикатор тока, а в разрядной трубке установлены два электрода, соединенные с регулируемым источником питания через индикатор тока.

Сущность изобретения поясняется чертежом, на котором представлена блок-схема предложенного высокочастотного эмиссионного детектора.

Высокочастотный эмиссионный детектор содержит разрядную трубку 1 с патрубком 2, предназначенным для соединения с выходом из хроматографической колонки и патрубком 3 для соединения с вакуумным насосом или же для сообщения с атмосферой, в зависимости от используемого давления в разрядной трубке. Снаружи трубки 1 расположены кольцевые электроды 4. Последние подключены к высокочастотному генератору 5. Излучение, образующееся при разряде, направляется в монохроматор 6, связанный с фотумножителем 7, усилителем 8 и регистратором 9. В трубку 1 впаяны платиновые электроды 10, 11 так, чтобы они во время работы прибора находились в контакте с плазмой высокочастотного разряда. Электрод 10 подключен к источнику стабилизированного постоянного тока 12 с регулируемым от 0 до 300 В. Другой же электрод 11 связан с регистратором 13,

измеряющим ток через плазму высокочастотного разряда.

Детектор работает следующим образом.

Из хроматографической колонки газ-носитель, например, аргон через патрубков 2 попадает в разрядную трубку. Напряжение от высокочастотного генератора 5 подается на внешние кольцевые электроды 4, в результате чего в трубке 1 возникает плазма. Излучение высокочастотного разряда попадает в щель монохроматора 6, при этом из спектра длин волн вырезается наиболее характерная для исследуемого вещества. Из монохроматора сигнал поступает в фотоумножитель 7. Последний преобразует интенсивность спектральной линии в электрический ток. Далее через усилитель 8 он подается на потенциометр 9.

Одновременно от источника постоянного тока 12 подается напряжение на электроды 10 и 11. Электрический ток протекает через плазму высокочастотного разряда и фиксируется потенциометром 13.

Поступившие из хроматографической колонки компоненты пробы в плазму высокочастотного разряда вызывают ответную реакцию, отмечаемую регистраторами 9 и 13.

В зависимости от природы соединения, электропроводность плазмы может увеличиваться или уменьшаться, что фиксируется регистратором 13 в виде положительных или отрицательных пиков. Например, в процессе анализа смеси углеводородов и их хлорпроизводных при настройке монохроматора 6 на линию углерода все углеродсодержащие соединения регистратор 9 фиксирует в виде направленных вверх от нулевой линии пиков. Одновременно, аналогичная картина наблюдается

на регистраторе 13 при анализе углеводородов. Хлорпроизводные углеводородов на регистраторе 13 дают пики, направленные вниз от нулевой линии. Свойство детектора, обеспечивающее разнесение пиков по обе стороны от нулевой линии, обусловленное природой веществ, облегчает идентификацию неизвестных соединений.

Предложенный высокочастотный эмиссионный детектор имеет значительные преимущества перед другими детекторами при анализе сложных смесей. Совмещение в одной конструкции по сути двух детекторов, один из которых неселективный, проявляющий способность к регистрации всех компонентов пробы, а другой - высокоселективный к выбранному классу веществ, открывают возможность в большинстве случаев получить информацию о составе пробы без введения других, трудоемких операций.

Расширению аналитических возможностей предложенного детектора способствует его высокая чувствительность основанная на измерении электропроводности плазмы, и свойство давать отрицательный пик для веществ, обладающих большим средством к электрону.

Сведение к минимуму "мертвого" объема перед детектором заметно снижает размывание хроматографических пиков, что особенно важно при анализе смесей с малой концентрацией примесей. В связи с этим предложенный детектор может найти широкое применение при анализе сложных смесей, особенно высокореакционных элементоорганических соединений, летучих хлоридов и гидридов.

По результатам опытной проверки чувствительности детектора ко всем веществам более чем в 100 раз превышает чувствительность катарометра.

Составитель В. Обухов

Редактор Н. Иванова Техред Л. Микеш Корректор О. Тигор

Заказ 1013/ДСП Тираж 715 Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР
по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4

