

ANALÝZA NEČISTOT V ČISTÉM VODÍKU

V poslední době byl zaznamenán požadavek na on-line sledování čistoty vodíku. Metody plynové chromatografie používající TCD detekci jsou sice vhodné, nedosahují však potřebné citlivosti na úrovni ppb koncentrací. Jiné dedikované vysoce citlivé přístroje, které bývají součástí laboratorního vybavení, nejsou často použitelné pro on-line měření. Právě GC Compact, díky možnosti umístění jej do on-line zapojení a také díky jeho vysoké citlivosti, vyplňuje tuto mezeru na trhu.

Tato aplikace popisuje analýzu nečistot v čistém vodíku na plynovém chromatografu Compact.

Detekční limit argonu, kyslíku a dusíku na PDD detektoru je 50 ppb. Jednoduchá konfigurace systému zajišťuje jednoduchou práci a velmi přesné a správné výsledky.

Konfigurace přístroje

Obrázek ukazuje konfiguraci GC. Přístroj, který má být schopen pracovat s tak vysokou koncentrací vodíku, velmi často využívá „heartcut“.

Firma Interscience spolupracující velmi úzce s Thermo Fisher Scientific, dodavatelem plynových chromatografů, vyvinula jednoduchou konfiguraci GC ventil – kolona – detektor. Díky vysoké separační schopnosti kolony a skvělé stabilitě GC nebylo nutno použít přepínání kolon. Další velkou výhodou tohoto systému je jeho velmi jednoduchá údržba.

Spolehlivost systému je ještě podpořena proplachem nástřikového ventilu, což eliminuje možnost produkovat falešně pozitivní výsledky.

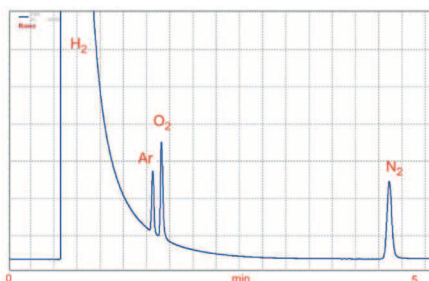
Pro detekci jednotlivých polutantů (v tomto případě Ar, O₂ a N₂) je systém vybaven ionizačním detektorem PDD (pulse discharge detector), který využívá jako zdroj ionizace stabilního nízkoenergetického pulzního stejnosměrného výboje v heliu. Jeho účinnost je identická nebo lepší než u detektorů s běžnými radioaktivními zdroji. PDD je tedy univerzální detektor, který analyzuje všechny komponenty vyjma helia. Proto je tedy mocným nástrojem pro analýzu třeba permanentních plynů, jelikož je použitelný i pro nižší koncentrace než TCD.

Další jeho předností je to, že nepoužívá radioaktivní zdroj záření jako třeba ECD, jenž je zase používán pro stopové koncentrace jiných specifických sloučenin. A na rozdíl od ECD je jeho linearita srovnatelná s FID detektorem.

Chromatogram

Plynný vzorek je nástříknut na PLOT kapilární kolonu – molekulové síto s dostatečnou separací argonu a kyslíku.

Obr 2 – Chromatogram



Analýza trvá jen 5 min. Tento čas analýzy vyhovuje době cyklického měření. Po eluci posledního píku je automaticky ihned naddávován další vzorek. Díky speciálnímu naprogramování metody v GC mohou probíhat analýzy kontinuálně jedna za druhou. Odfuk, plnění smyčky, vyrovnání a stabilizace tlaku probíhá během analýzy.

Výsledná analytická data

Stabilita systému byla sledována mimo jiné na opakovatelnosti 20 GC měření. Složení kalibračního plynu bylo 5 ppm argonu, kyslíku a dusíku ve vodíku. Výsledná opa-

kovatelnost všech složek je lepší než 1 % RSD (argon 0,35 %, kyslík 0,52 %, dusík 0,71 %). Objem nástřiku byl 50 μl a detekční limit 40 ppb. S PDD lze dosáhnout i nižší detekční limit, pokud se použije wide-bore nebo náplňová kolona a větší objem nástřiku. Ale protože je požadována dostatečná separace argonu a kyslíku, pak je nutné použít kapilární kolonu a objem nástřiku je pak limitován.

Závěr

GC Compact nabízí spolehlivé řešení pro citlivé analýzy na úrovni ppb. Vzhledem ke svému robustnímu designu lze přístroj umístit nejen do laboratoře, ale též i do výrobních hal pro on- i off-line měření. Osvědčená GC technologie zajišťuje vysokou kvalitu dat a je snadno přístupná k údržbě.

Další výhody:

- ppb analýza na robustním GC,
- rychlá a neomezená kontrola kvality,
- spolehlivá data,
- jednoduchá údržba,
- nepoužívá radioaktivní zdroj,
- nízké náklady.

Obr. 3 – GC Compact



Magdalena VOLDŘICHOVÁ,
Pragolab s.r.o.,
pragolab@pragolab.cz

Obr 1 – Konfigurace GC

