

Надежное определение состава воздуха с хроматографами линейки ФГХ



Научно-производственная фирма «ЭКАН» – российский разработчик и производитель газовых хроматографов, а также разработчик новых, запатентованных технологий. Представлено оборудование компании: хроматограф ФГХ-1 и инновационный ФГХ-1-2 с повышенной точностью. Генеральный директор ООО НПФ «ЭКАН» В.В. Кашеев рассказывает об их особенностях.

ООО НПФ «ЭКАН», г. Москва

От редакции

Для определения состава газовых смесей, в том числе атмосферного воздуха, широко используется газовая хроматография. В основу газовой хроматографии (как и хроматографии вообще) положен принцип разделения исследуемой среды на составляющие при взаимодействии со слоем поглощающего порошка – сорбентом. Однако хроматография остается очень сложным для анализа методом, требует от специалиста высокой квалификации, а кроме того, имеет свои узкие места, которые способны помешать верно определить компоненты газовой смеси даже высококлассному специалисту.

Российская компания ООО НПФ «ЭКАН» провела научное исследование и выполнила большую работу, чтобы улучшить показатели своих газовых хроматографов линейки ФГХ. Сравнив одноколоночный хроматограф SyntechSpectrasGC 955 модели 600 с собственным одноколоночным хроматографом ФГХ-1, научные сотрудники компании доказали, что любой одноколоночный хроматограф, вне зависимости от торговой марки оборудования, способен привести к серьезным ошибкам в анализе проб, потому что при так называемых слившихся пиках

хроматограммы не всегда возможно уверенно идентифицировать вещество, которому принадлежит пик, это могут быть разные вещества. Для того чтобы точно определить наличие всех компонентов, одноколоночный хроматограф должен быть откалиброван на каждое вещество, присутствующее в газовой смеси, что сложно осуществить по объективным причинам. И эти сложности связаны не с конструкцией или качеством изготовления прибора, а с самим методом. Тем временем, поставщики одноколоночных хроматографов, зная о данной проблеме, зачастую просто не рассказывают о ней потребителям.

Также в ходе исследования специалисты ООО НПФ «ЭКАН» доказали, что идентификацию пиков можно кардинально улучшить, если провести анализ одной и той же пробы на нескольких колонках разной полярности и потом совместно проанализировать результаты. Именно такой вариант реализован в портативных двух- или трехканальных хроматографах ФГХ-1-2. Данный метод называется «перекрестная идентификация», и он запатентован.

В хроматографах ФГХ-1-2 используются две или три капиллярные

колонки, а также соответственно два или три идентичных детектора ФИД с криптоновыми лампами. Градуировка каналов производится независимо друг от друга. При этом обработка и анализ хроматограмм, их совместный анализ максимально автоматизированы, поскольку это была бы слишком сложная задача для пользователя. Программное обеспечение хроматографа включает в свой состав модуль «перекрестная идентификация», у которого не существует аналогов. Двух- и трехколоночные хроматографы ФГХ-1-2 позволяют надежно идентифицировать более 130 веществ в любых неизвестных по составу смесях, при этом квалификация операторов может быть минимальной. Это практически недостижимый для других приборов результат, к настоящему времени реализовано около двухсот таких устройств. Кроме того, для расширения перечня анализируемых веществ ФГХ-1-2 могут комплектоваться электрозахватным детектором (ЭЗД) и ФИД с аргонной лампой.

Мы обратились к руководителю ООО НПФ «ЭКАН» Владимиру Викторовичу Кашееву и попросили его рассказать о возможностях хроматографов, выпускаемых предприятием.

Интервью с Владимиром Кащеевым, генеральным директором ООО НПФ «ЭКАН»

ИСУП: Владимир Викторович! Давайте поговорим о вашем хроматографе ФГХ-1. Для каких задач он предназначен? Присутствует ли в нем автоматизация и насколько она позволяет снизить требования к квалификации персонала?

В. В. Кащеев: Газовая хроматография позволяет получить наиболее развернутую и точную картину загрязненности воздуха. По сравнению с газоанализаторами хроматографы имеют неоспоримые преимущества, главное из которых – возможность одновременной (за один ввод пробы) и достоверной идентификации вредных веществ в воздухе, а также точное измерение их концентрации. Оператор способен визуально оценить наличие взаимодействующих ингредиентов на записанной хроматограмме и при необходимости оптимизировать качество их разделения, что совершенно нереально в случае использования неселективных газоанализаторов. Хроматограф ФГХ-1 является современным автоматизированным средством экспресс-определения концентраций вредных веществ в воздухе, воде и почве и предназначен для комплек-

тования передвижных и стационарных аналитических лабораторий, центров Роспотребнадзора, Ростехнадзора, Росприроднадзора, спасательных групп МЧС, широко используется при контроле условий труда.

Прибор прост в эксплуатации и обслуживании. Для работы на приборе персоналу не требуются специальные знания и квалификация. Обучение этой работе, включая пробоотбор, занимает не более трех часов. Возможно и дистанционное обучение.

Хроматограф ФГХ может выпускаться в полностью автоматическом исполнении (исполнение с удаленным доступом – УД). Модель с УД предназначена для комплектования стационарных и передвижных постов контроля загрязненности атмосферы, санитарно-защитных зон предприятий, воздуха рабочей зоны (в том числе особо вредных производств), а также для контроля промышленных выбросов. Основное назначение прибора – контроль и получение информации о разовых и среднесуточных концентрациях загрязняющих веществ в атмосфере в соответствии с ГОСТ 17.2.3.01-86 «Атмосфера. Правила контроля качества воздуха населенных пунктов».

Эксплуатация прибора может осуществляться в двух режимах:

- ▶ режиме удаленного доступа, когда ввод проб и проведение измерений осуществляет оператор в любое время с удаленного компьютера с использованием соответствующих программ;
- ▶ автоматическом режиме (по заданному расписанию): выполняется ежедневный анализ воздуха в заданные промежутки времени с последующей передачей снятых хроматограмм по локальной или глобальной сети.

При необходимости хроматограф ФГХ (УД) может быть дополнительно укомплектован: автоматизированным пробоотборным блоком, обеспечивающим отбор разовых проб атмосферного воздуха в соответствии с требованиями ГОСТ 17.2.3.01-86, отбор проб воздуха рабочей зоны в соответствии с требованиями Руководства Р 2.2.2006-05 (в части, касающейся места и времени отбора), отбор проб воздуха замкнутых помещений в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 16000-2-2007, отбор проб выбросов промышленных предприятий в соответствии с требованиями ГОСТ 17.2.3.02-2014.

ИСУП: Расскажите, пожалуйста, о чувствительности ФГХ-1. Каков диапазон измеряемых концентраций? Может ли один прибор выполнять анализ в атмосфере и подфакельной зоне?

В. В. Кащеев: ФГХ-1 – это полностью автономный, носимый газовый хроматограф с применением высокочувствительного фотоионизационного детектора (ФИД). Благодаря высокой чувствительности и автоматизации один и тот же прибор без какой-либо пробоподготовки позволяет анализировать содержание вредных веществ в воздухе в широком диапазоне концентраций: от ПДК в атмосфере до промышленных выбросов и при чрезвычайных ситуациях. ФГХ-1 является уникальным средством экспресс-анализа, предназначен для работы как в лабораторных, так



Рис. 1. Газовый хроматограф ФГХ-1

и в полевых условиях непосредственно на исследуемом объекте, так как содержит собственные средства электро- и газового питания.

ИСУП: Позволяет ли хроматограф ФГХ-1 помимо определения концентрации веществ идентифицировать их? И если да, то опять вернемся к вопросу о квалификации оператора.

В. В. Кащеев: В ФГХ-1, как и во всех одноканальных хроматографах (а их выпускается или используется большинство), зачастую затруднено разделение всех компонентов пробы на одной колонке в связи с большим перечнем возможно присутствующих в пробе веществ (в том числе тех, по которым прибор не градуировался). Их могут быть десятки. Таким образом, при проведении идентификации на один регистрируемый пик на хроматограмме возможно несколько претендентов, имеющих схожие времена удерживания на данной колонке (до 5–6 ингредиентов). Этот недостаток особенно значителен при регистрации легколетучих углеводородов. Оператор, изучив исследуемый объект, должен будет самостоятельно выбрать название вещества из предлагаемых компьютером претендентов. Но, если в пробе присутствуют вещества, на которые прибор не отградуирован, достоверные измерения недостижимы. В этом случае необходимо использо-

вать многоканальные хроматографы, например ФГХ-1-2, на котором проводится автоматическая достоверная идентификация веществ в исследуемой пробе без участия оператора.

Кроме того, п. 10.2 ГОСТ Р ИСО 16017-1-2007 гласит: «Соответствие времени удерживания, полученное на отдельной колонке, не должно быть единственным критерием идентификации конкретного ЛОС».

ИСУП: Какие вещества контролирует ФГХ и сколько веществ входит в этот список? Включена ли градуировка прибора по требуемым веществам в стоимость?

В. В. Кащеев: Определяемые соединения – предельные и непредельные углеводороды, спирты, простые и сложные эфиры, ароматические углеводороды, кетоны, нефтепродукты, растворители, хлорпроизводные углеводородов и др. Перечень веществ постоянно пополняется, в настоящее время включает 138 ингредиентов в воздухе и 42 в воде.

Прибор поставляется отградуированным по требуемым покупателю веществам во всем аттестованном диапазоне. ФГХ полностью готов к работе в день передачи, пусконаладочные работы не требуются.

ИСУП: Какое программное обеспечение поставляется вместе с ФГХ-1?

В. В. Кащеев: ПО хроматографа обеспечивает:

- ▶ управление прибором, снятие и обработку хроматограмм;
- ▶ проведение и обработку контроля погрешности анализа и контроля стабильности градуировочных данных;
- ▶ ведение контрольных карт Шухарта.

ИСУП: Для каких задач предназначены хроматографы серии ФГХ-1-2 (рис. 2)?

В. В. Кащеев: Задачи аналогичны решаемым на ФГХ-1, но с повышенной достоверностью измерений и идентификации присутствующих веществ. Особенно это важно при контроле загрязненности атмосферного воздуха, так как в нем могут присутствовать неизвестные мешающие вещества, которые могут значительно исказить результаты измерений требуемых соединений.

ИСУП: Какое программное обеспечение идет в комплекте с ФГХ-1-2 и какие возможности оно дает пользователю?

В. В. Кащеев: ФГХ-1-2 содержит две или три разделительные колонки (рис. 2б). Проба вводится в них одновременно из одной дозы. Это очень важно, когда исследуется содержание веществ на уровне ПДК атмосферы.

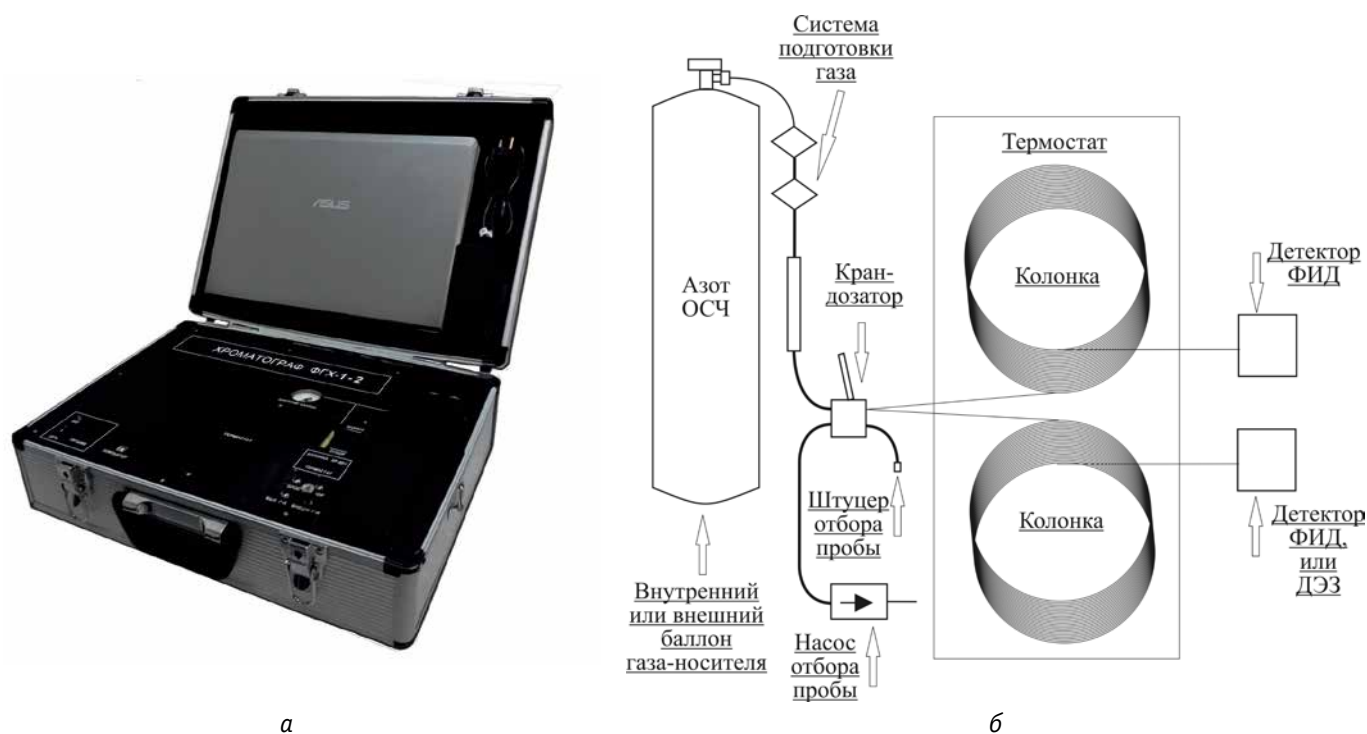


Рис. 2. Газовый хроматограф ФГХ-1-2: а – внешний вид; б – принципиальная схема хроматографа

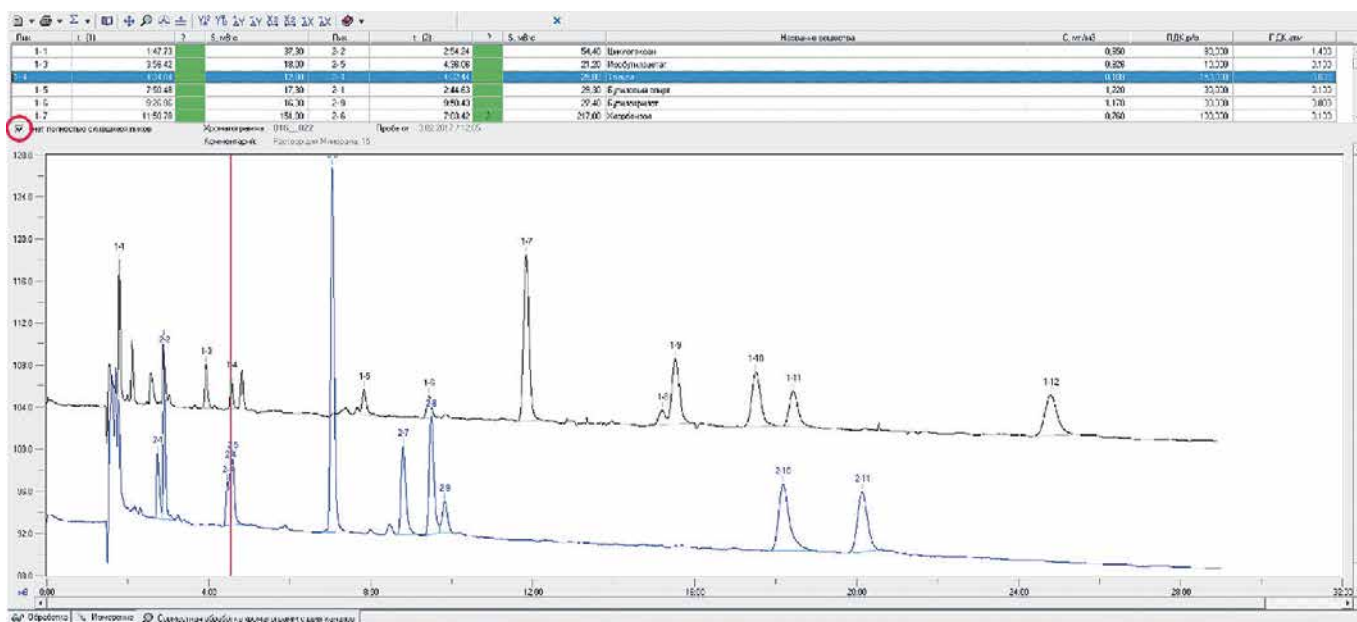


Рис. 3. Программное обеспечение для ФГХ-1-2: результаты перекрестной идентификации на двух каналах

Прибор градуируется на полный перечень веществ в случае исследования состава воздуха на наличие и идентификацию неизвестных загрязнителей. Если задача — только контроль заданных соединений в воздухе, прибор градуируется на заданные вещества и вещества, которые могут быть мешающими. По результатам обработки хроматограмм на всех колонках проводится перекрестная идентификация, которая основана на простом факте: если в пробе есть данное вещество, то оно обязано выйти на всех колонках строго в свое время. Если на какой-то колонке этого пика нет, то это — другое вещество, и программа будет искать из отградуированных подходящее вещество. Есть и требования соответствия измеренных концентраций на каждом канале идентифицированных веществ. Все это значительно повышает достоверность идентификации веществ в пробе. Перекрестная идентификация проводится автоматически, для этого разработано оригинальное ПО (рис. 3), на которое НПФ «ЭКАН» имеет патент.

ИСУП: Вы являетесь производителем не только хроматографов, но и пробоотборных устройств. Насколько они конкурентоспособны по цене и, естественно, качеству по сравнению с заполнившей рынок зарубежной продукцией?

В. В. Кащеев: Хроматограф комплектуется всем необходимым для ра-

боты, включая пробоотборные устройства (по желанию покупателя).

Существуют определенные требования на время отбора разовых проб воздуха при исследовании атмосферы, воздуха рабочей зоны и промышленных выбросов. Эти требования направлены на получение достоверных значений при расчете среднесуточных (среднемесячных) показателей. Так, отбор проб промышленных выбросов в соответствии с требованием ГОСТ 17.2.3.02-2014 должен производиться в течение не менее 20 минут, время отбора проб при исследовании атмосферы на основании ГОСТ 17.2.3.01-86 должно составлять 20–30 минут, суммарное время отбора проб воздуха рабочей зоны по ГОСТ 12.1.005-88 — 15 мин. Требования этих ГОСТов легко выполнить, используя пробоотборные пакеты. К тому же значительно удобнее и легче взять с собой на замеры легкие пакеты и небольшой портативный компрессор, а затем уже в лаборатории провести все измерения.

НПФ «ЭКАН» много лет выпускает пробоотборные пакеты ПП-1-5,0. Проводились комплексные сравнительные испытания с пакетами фирмы Restek. По совокупности своих аналитических характеристик (временам хранения различных веществ) пакеты ПП-1-5,0 не уступают импортным аналогам, при этом их стоимость ниже. Пакеты разработаны специально для отбора и хранения веществ, определяемых на хроматографах ФГХ,

но могут использоваться и для отбора других органических и неорганических веществ с целью последующего анализа на различных приборах.

Объем пакета — 5 л, габариты — 35 × 35 см, материал — лавсан, количество штуцеров — 1. Пакет предназначен для отбора проб воздуха атмосферы, рабочей зоны и промышленных выбросов.

Отбор проб осуществляется с использованием портативного компрессора ПК-1.

ИСУП: Возможно ли проведение обучающих курсов и семинаров для ваших заказчиков?

В. В. Кащеев: НПФ «ЭКАН» проводит обучение покупателей работе на приборе как очно (при необходимости возможен выезд на предприятия покупателей), так и по интернету, организует курсы повышения квалификации, дает рекомендации по использованию хроматографа, разрабатывает и аттестует новые методики анализа.

ИСУП: Немного провокационный вопрос: проводили ли вы прямое сравнение своих хроматографов с зарубежными аналогами? Если да, то по какой методике и каковы результаты?

В. В. Кащеев: Да, проводили. Мы сравнивали наши приборы с газовым хроматографом Syntech Spectras GC955 модели 600 (Нидерланды). Так вот, за счет отработки самой методики измерений наши приборы позволя-

ют определять состав воздуха более точно. Эта методика включает:

- ▶ двух- или трехколоночный анализ;
- ▶ предварительную градуировку хроматографа по всем каналам по максимально возможному перечню веществ;
- ▶ автоматический анализ результатов.

Немного найдется хроматографов, которые способны надежно идентифицировать более 130 веществ практически в любых неизвестных по составу смесях и при этом не требуют высокой квалификации оператора.

ИСУП: Какие еще отличия и преимущества технических решений НПФ «ЭКАН» вы хотели бы указать?

В. В. Кашеев: Во-первых, наши приборы могут комплектоваться и другими детекторами, в частности, нерадиоактивным электрозахватным детектором. Для него не требуется постановка на учет, отсутствуют проблемы с обслуживанием и утилизацией детектора.

Во-вторых, хочу заострить внимание на разработанной нами и аттестованной оригинальной методике измерений альдегидов в воздухе (и воде), включая акролеин, ацетальдегид, формальдегид и др. Пределы обнаружения – значительно ниже уровня ПДКсс (среднесуточная концентрация) атмосферы и ПДК питьевой воды, со 100 %-ной достоверностью по идентификации, технология обеспе-

чивает полное отсутствие мешающих примесей.

Ну и наконец, к преимуществам отнесу полное техническое обслуживание приборов, которое проводит ООО НПФ «ЭКАН»: это поверка, градуировка (переградуировка), ремонт, проведение контроля стабильности градуировочных характеристик, помощь во внедрении МВИ (методики выполнения измерений), проведение внутреннего контроля качества (ВЛК).

Беседовал С. В. Бодрышев,
главный редактор журнала «ИСУП».

ООО НПФ «ЭКАН», г. Москва,
тел.: +7 (495) 21-21-334,
e-mail: ekan@ekan.ru,
сайт: ekan.ru

 **АНАЛИТИКА**
ЭКСПО

21-я Международная выставка
лабораторного оборудования
и химических реактивов

11–14.04.2023

Москва, Крокус Экспо



Забронируйте стенд
analitikaexpo.com



