

УДК 576.312.32.38 : 612.014.482

ВИНС ДЖАРРОККО, БРЮС КУИМБИ, МЭТЬЮ КЛИ

ФИКСАЦИЯ ВРЕМЕН УДЕРЖИВАНИЯ: ОСНОВНЫЕ ПРИНЦИПЫ И ПРИМЕНЕНИЕ

Описано основні принципи та приклади використання методу фіксації часів утримування RTL (Retention Time Locking) у газовій хроматографії.

RTL спрощує процес переносу ГХ-методів із хроматографа на хроматограф, з колонки на колонку та з детектора на детектор. Як приклад, для демонстрації ефективності підходу використано результати аналізу стиrolу на вміст домішок згідно з методикою D5135 ASTM. При використанні RTL у режимі постійного тиску значення часів утримування відрізнялися у середньому не більш ніж на 0,16 % (0,02–0,03 хв).

Main principles and examples of use of the method fixing of retention times (Retention Time Locking, RTL) in gas chromatography are described. RTL simplifies process of transmission GC-methods from chromatograph on chromatograph, from a column on a column and from the detector on the detector. As an example for demonstration of efficiency of the approach results of the analysis of styrene on the contents of impurities according to technique D5135 ASTM are used. At use RTL in a mode of constant pressure of value of retention times differed on the average no more, than on 0,16 % (0,02–0,03 min).

Введение

При проведении качественного хроматографического анализа времена удерживания являются основным показателем для идентификации соединений. Его выполняют, главным образом, путем сравнения значений времён удерживания неизвестного пика и стандарта. Идентификация пиков и валидация методики существенно упрощаются при отсутствии различий в значениях времён удерживания для анализируемого вещества в каждом отдельном случае.

Однако изменения значений времён удерживания происходят довольно часто. К таким изменениям могут привести, например, работы по техниче-

кому обслуживанию прибора и, в частности, урезание колонки. В лабораториях, имеющих более одного хроматографа, в которых анализы дублируются, значения времён удерживания, полученные на разных приборах, будут отличаться друг от друга, даже если анализы выполнены при номинально одинаковых условиях. Такие расхождения величин времён удерживания означают, что у каждого прибора должна быть своя градуировка, а также таблица параметров интегрирования, что делает перенос метода с хроматографа на хроматограф весьма трудоемким. Различия в значениях времён удерживания затрудняют также сравнение данных, полученных на разных приборах или в разное время.

Программа фиксации времён удерживания RTL (Retention Time Locking) обеспечивает практическое совпадение значений времён удерживания, полученных на любых газовых хроматографах (ГХ) модели HP 6890, оснащенных капиллярными колонками с одинаковыми номинальными параметрами.

Существует несколько относительно незначительных факторов, которые в сочетании вызывают заметные изменения времён удерживания при использовании ГХ одинаковой конфигурации. Колонки с одним и тем же каталожным номером могут различаться по длине и иметь незначительные отличия по диаметру и толщине слоя неподвижной фазы. Пневматическая система хроматографа тоже обуславливает некоторую погрешность давления в инжекторе. Фактическая температура термостата в ГХ также может иметь незначительные, но вполне реальные отклонения от установленной величины. Эти, а также другие эффекты, в сумме приводят к наблюдаемым существенным различиям между значениями времён удерживания, полученными на разных ГХ с одинаковой конфигурацией.

Совершенные системы электронного управления потоками газов (ЭУПГ) и температурой термостата вывели ГХ модели HP 6890 на качественно новый уровень – по точности измерений и сходимости результатов. Новые технические решения фирмы HP, серийный выпуск капиллярных колонок из плавленого кварца позволили добиться высокой воспроизводимости значений времён удерживания при работе на разных колонках с одинаковыми номерами (по каталогу). Это позволило получать значения сходимости времён удерживания, соответствующие какому-то конкретному пику и определяемые на одном ГХ с точностью не ниже 0,01 мин.

Но даже при этих достижениях в технологии производства колонок и хроматографов неблагоприятная сумма факторов, упоминавшихся выше, может обусловить расхождение в значениях времён удерживания, полученных на разных хроматографах одной и той же конфигурации, которое будет превышать 0,5 мин.

Вряд ли будет разумным пытаться воспроизводить все параметры колонки и хроматографа до такой степени, чтобы исчезла разница между значениями времён удерживания, определяемыми на разных ГХ одной и той же конфигурации. Существует способ, позволяющий значительно уменьшить эту разницу. Путем настройки давления в инжекторе можно добиться того,

что значения времен удерживания на одном ГХ будут почти точно совпадать с полученными в аналогичном режиме на другом ГХ. Процесс фиксации времен удерживания (RTL), который основывается как раз на этом принципе, заключается в том, чтобы определить и ввести поправку давления в инжекторе для достижения максимального совпадения значений времён удерживания, т. е. для фиксации пиков одних и тех же веществ, полученных на хроматографах различной комплектации. Компьютерная программа RTL (HP G2080AA), интегрированная в программное обеспечение Хьюлетт-Паккард для газохроматографической ХимСтанции (по версии, начиная с A.05.02), является средством для выполнения простого и быстрого расчёта точного значения и введения поправок на величину давления в инжекторе хроматографа.

Применение RTL (HP G2080AA) в лаборатории даёт ряд преимуществ. Упрощается идентификация пиков, а её результаты становятся более достоверными. Упрощается сравнение данных, полученных на разных приборах или в разное время, а также сопоставление данных при применении для идентификации целевых веществ различных детекторов. Упрощается перенос методов с одного хроматографа на другой и из лаборатории в лабораторию, поскольку интервалы значений времён удерживания градуировочных веществ, как правило, не требуют дополнительной подстройки. Облегчаются условия контроля хроматографа на соответствие его заводским характеристикам. Если в газохроматографическом методе используется RTL, можно с гораздо меньшими трудозатратами создать базу данных значений времён удерживания веществ, а в дальнейшем использовать её для идентификации не известных заранее соединений.

RTL (HP G2080AA) целесообразно применять для разработки и использования метода в следующих случаях:

- при замене или урезании колонки;
- при переносе метода на другой хроматограф;
- при использовании детектора с другими значениями величины давления на выходе;
- при соответствии характеристик хроматографа заводским нормативам;
- в случае выявления и устранения проблем, возникающих при разделении соединений.

Чтобы впервые применить RTL в методе или в вышеуказанных случаях, вначале строят градуировочную кривую зависимости времён удерживания от давления.

Даже если используются колонки с одним и тем же номером по каталогу (с тем же внутренним диаметром, таким же типом неподвижной фазы, с такими же толщиной и номинальной длиной), необходимо использовать различные градуировочные кривые в следующих случаях:

- при использовании хроматографов с разным давлением на выходе из колонки (ПВД – атмосферное, МСД – вакуум, АЭД – повышенное);
- если длина колонки отличается от номинальной более чем на 15 % (например, после ее урезания);

– если в хроматографе прогнозируемое давление для «фиксации» пиков выходит за пределы имеющейся градуировочной кривой.

Следует выбрать конкретное вещество (обычно из числа широко используемых в градуировочных смесях) и использовать его как для создания RTL-градуировки на одном конкретном хроматографе, так и для последующей «фиксации» времён удерживания на всех остальных хроматографах. Это вещество, называемое стандартным, должно быть легко идентифицируемо, его пик должен быть симметричным и выходить на важнейшем для анализа участке хроматограммы. Не следует применять сильнополярные или неустойчивые вещества.

После того, как стандартное вещество выбрано и все хроматографические параметры определены, выполняют пять градуировочных хроматографических опытов. Один опыт проводят в условиях хроматографического метода, четыре другие – выполняют при иных значениях давления. Чаще всего используют такие значения давления: номинальное давление минус 20 %; номинальное давление минус 10 %; номинальное давление по методике; номинальное давление плюс 10 %; номинальное давление плюс 20 %.

В каждом опыте определяют время удерживания выбранного стандартного вещества.

Полученные пять пар значений давления на входе в колонку и времён удерживания вводят в программу ХимСтанции, чтобы создать файл градуировки RTL (рис.1).

	Pressure	Ret Time
Run 1	14.2	19.735
Run 2	16.2	10.679
Run 3	18.2	17.778
Run 4	20.2	17.007
Run 5	22.2	16.312

Pressure Units:

Desired Ret Time:

Min relock pressure:

Max relock pressure:

Column:

Compound Name:

Buttons: OK, Cancel, Print, Help

Рис. 1. Диалоговое окно ввода данных градуировки ФВУ (RTL)

После того, как данные введены, выводится градуировочная зависимость входного давления от времени удерживания стандартного вещества (α – метилстирола), показанная на рис. 2.

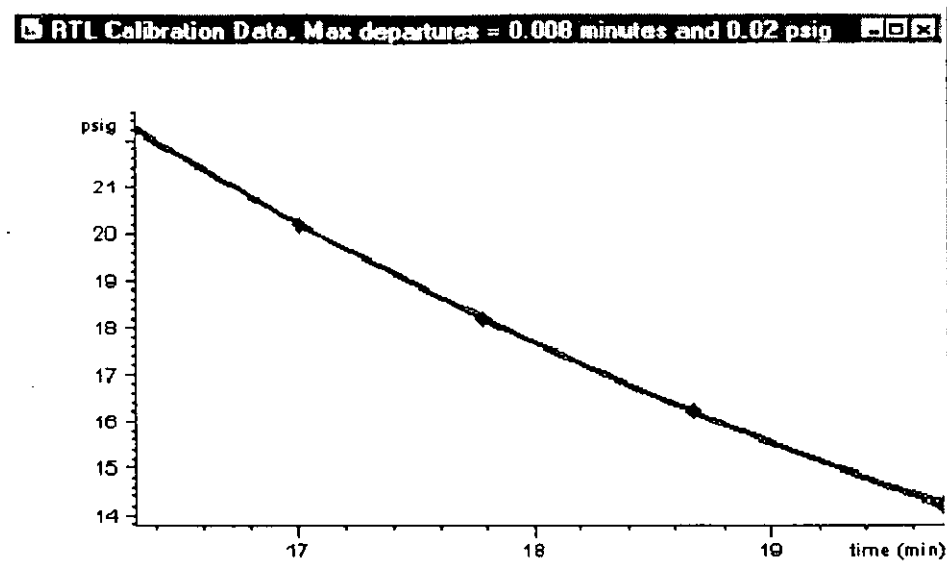


Рис. 2. Градуировочная зависимость входного давления от времени удерживания стандартного вещества (α – метилстирола)

Также на графике (рис. 2) показаны наибольшие отклонения значений времени и давления от интерполированной кривой. Если интерполяция имеет удовлетворительную точность, градуировочная зависимость времён удерживания от давления заносится в память и сохраняется как часть ГХ-метода. Градуировку проводят только один раз.

Впоследствии, при использовании метода на хроматографе с аналогичной комплектацией, можно применять полученную градуировочную зависимость независимо от места проведения анализа.

Первоначальную или повторную «фиксацию» времён удерживания выполняют следующим образом:

- 1) задают условия метода и выполняют хроматографический опыт с использованием градуировочной смеси, содержащей стандартное вещество;
- 2) вводят фактическое значение времени удерживания стандартного вещества в диалоговом окне (Re) Lock current method (первоначальная или повторная «фиксация» текущего метода – на рис. 3);
- 3) вводят новое (рассчитанное) значение давления в хроматографический метод для НР-6890 и сохраняют;
- 4) проверяют «фиксацию» времён удерживания, анализируя градуировочную смесь с использованием нового значения давления и сравнивая полученное значение времён удерживания с требуемым.

При необходимости, повторяют действия, изложенные в пунктах 2–4.

[Me] Look current method	
Retention time:	Method information:
Enter current retention time of:	Current Method: D5135.M
alpha-methylstyrene	Column: 1
10.000 Minutes	Pressure used: 10.20 psi
Then select button "Update Method" to calculate a new pressure and enter it in the method.	Desired RT: 17.778 Minutes
	Calc new pressure: 18.96 psi
Update current HP6890 Method Print Done Help	

Сравнение режимов «постоянного потока» и «постоянного давления» при использовании ЭУПГ

Режим «постоянного давления» при использовании ЭУПГ также популярен. При этом режиме в процессе хроматографического анализа давление не меняется (поток через колонку при этом уменьшается по мере увеличения температуры). Если при работе в режиме «постоянного давления» желательно сократить продолжительность анализа, можно задать более высокое давление.

Если используется детектор, чувствительный к изменениям потока газа-носителя, с клавиатуры ГХ НР 6890 или ХимСтанции можно задать режим «постоянной суммы потока через колонку и вспомогательного газа (make-up gas)». В этом режиме, по мере уменьшения потока через колонку, поток вспомогательного газа увеличивается, так что их сумма остаётся постоянной.

Теоретические основы RTL позволяют заключить, что наилучшее соответствие значений времён удерживания будет получено в режиме «постоянного давления». При желании сравнить данные, полученные на хроматогра-

фах, значительно отличающихся по комплектации, например, ГХ с плазменно-ионизационным детектором (ГХ-ПИД) и ГХ с масс-спектрометрическим детектором (ГХ-МСД), лучше всего пользоваться именно режимом «постоянного давления». Если же хроматографы имеют одну и ту же комплектацию, то и в режиме «постоянного потока» достигается хорошее совпадение значений времён удерживания, что видно из приведенных в настоящей публикации данных по анализу стирола.

Настоящая работа посвящена использованию RTL для фиксации времён удерживания при переходе с одного хроматографа и колонки на другие хроматографы и такие же колонки, а также на другой тип детектора – как в режиме «постоянного давления», так и в режиме «постоянного потока».

Экспериментальная часть

В настоящей работе использовались два газовых хроматографа модели HP 6890, имеющие следующую комплектацию:

- электронную систему управления потоками газов (ЭУПГ);
- инжектор с возможностью ввода пробы как с делением, так и без деления потока (250 °С, газ-носитель – гелий, деление потока – 250:1);
- автосамплер для ввода жидких проб компании Хьюлетт-Паккард;
- газохроматографическую ХимСтанцию компании Хьюлетт-Паккард (версия A.05.02);
- пламенно-ионизационный детектор (ПИД);
- колонку HP-INNOWax: 60 м × 0,32 мм × 0,5 мкм (номер по каталогу – 19091N-216);
- программирование температуры: 80 °С (9 мин), 5 °С/мин до 150 °С;
- на каждой хроматограмме должны быть приведены значения давления в инжекторе и скорости потока газа-носителя через колонку.

В работе использован также третий ГХ модели HP 6890. Он был оснащён МСД (модели HP 5973), который служил для идентификации пиков. Хроматографические параметры в ГХ-МСД совпадали с параметрами первых двух хроматографов – за исключением давления на входе в колонку, как показано ниже.

Результаты и обсуждение «фиксации» значений времён удерживания при переходе от ГХ-ПИД на ГХ-ПИ

На рис. 4 показана исходная хроматограмма (ГХ № 1), полученная в результате анализа пробы стирола при условиях, заданных методикой D5135 ASTM [1].

На представленной хроматограмме видны многочисленные, характерные для стирола, примеси. Пик фенилацетилена соответствует его содержанию около 60×10^{-5} .

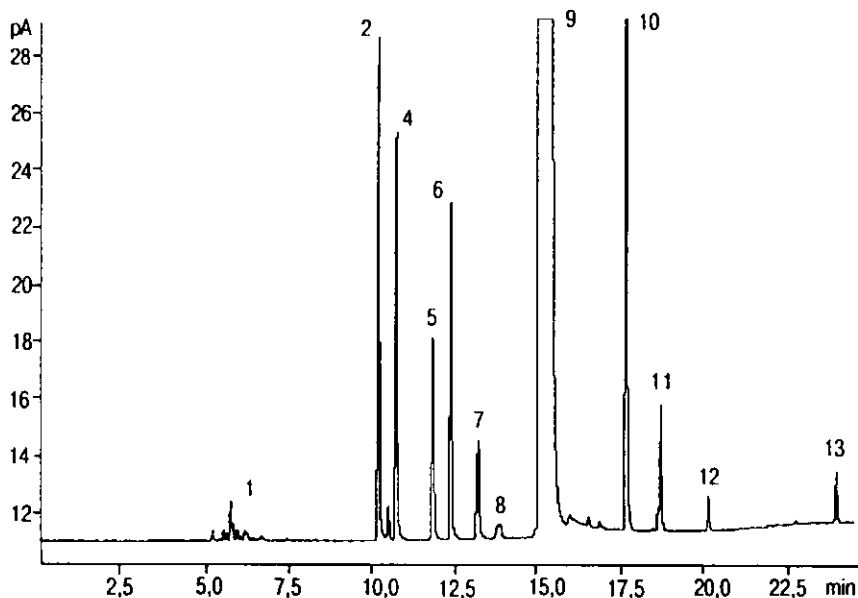


Рис. 4. Анализ пробы стирола на хроматографе № 1 в режиме «постоянного потока», при начальном давлении 125,5 кПа

Таблица 1

Идентификация пиков на хроматограмме, представленной на рис. 4

№ пика	Вещество	№ пика	Вещество
1	Неароматическое	8	Пара-, мета-, этилтолуол
2	Этилбензол	9	Стирол
3	Пара-ксилол	10	α -Метилстирол
4	Мета-ксилол	11	Фенилацетилен
5	Изопропилбензол	12	β -Метилстирол
6	Орто-ксилол	13	Бензальдегид
7	<i>n</i> -Пропилбензол		

Затем та же проба была использована ещё в четырех опытах при других значениях давлений, чтобы набрать пять пар данных для градуировки RTL.

Поскольку метод предполагает режим «постоянного потока», в программу RTL вводили начальные значения давления. В качестве пика стандартного вещества был выбран пик α -метилстирола (пик 10). Данные градуировки показаны на рис. 2.

Условия хроматографического анализа и данные градуировки RTL были перенесены на ГХ № 2 – другой прибор, с другой аналогичной колонкой. Начальное значение давления в инжекторе при анализе пробы также составляло 18,20 psi (125,5 кПа).

На рис. 5 показано наложение полученной хроматограммы на исходную. Можно видеть, что значения времен удерживания на втором ГХ сдвинулись примерно на 0,3 мин.

Это – типичный результат при попытке воспроизвести анализ на другом хроматографе или на другой колонке.

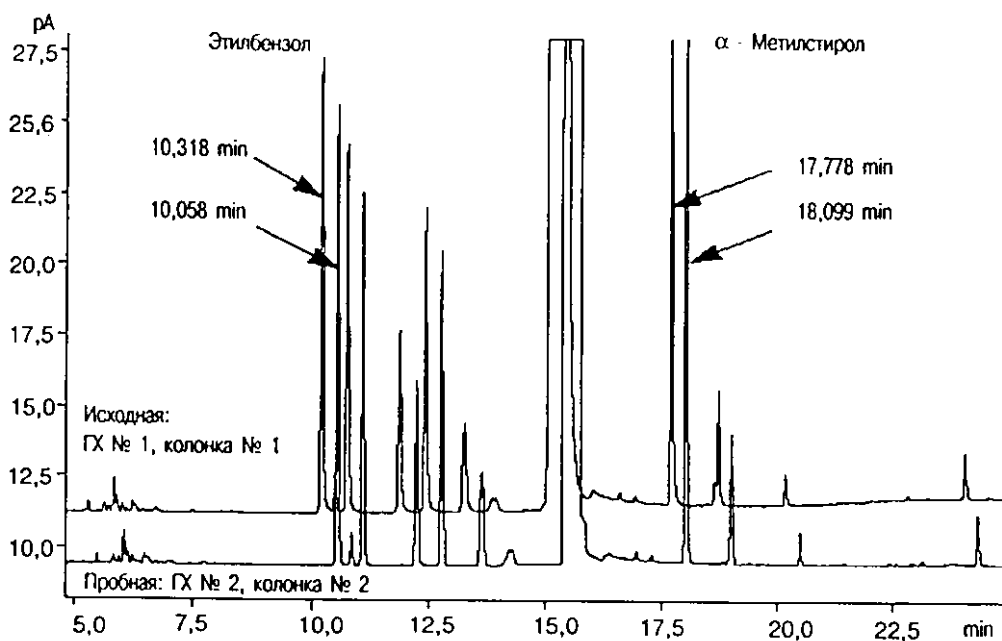


Рис. 5. Сравнение исходной хроматограммы ГХ № 1 с хроматограммой ГХ № 2 – без «фиксации» времён удерживания

Время удерживания α-метилстирола было введено в соответствующее диалоговое окно программы RTL на ГХ № 2 (рис. 3).

В результате работы программы установлено, что начальное давление следует изменить – вместо 18,20 psi (125,5 кПа) задать 18,96 psi (130,7 кПа). Новое значение начального давления было введено в ГХ-метод, после чего метод был сохранен.

На рис. 6 приведены для сравнения хроматограммы в исходном опыте и после «фиксации» времён удерживания по α-метилстиролу.

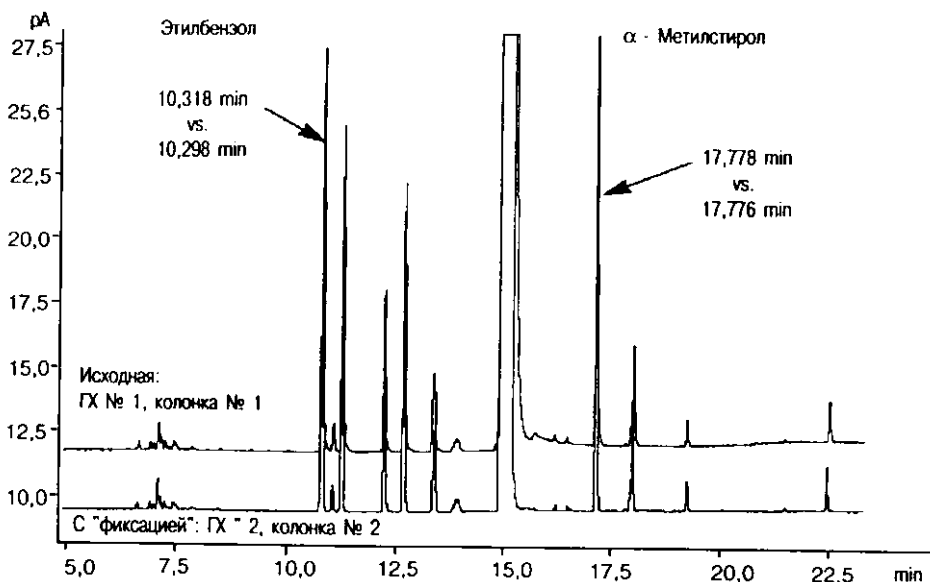


Рис. 6. Сравнение исходной хроматограммы ГХ № 1 с хроматограммой, полученной на ГХ № 2 – с «фиксацией» времени удерживания

В табл. 2 сравниваются значения времени удерживания до и после «фиксации» относительно хроматограмм, представленных на рисунках 4, 5 и 6.

Анализ этих данных дает основания утверждать, что в результате достигнуто очень близкое совпадение указанных значений.

Таблица 2

Времена удерживания на ГХ-ПВД до и после применения программы RTL при анализе стирола на содержание примесей (в режиме «постоянного потока»)

Вещество	Исходный опыт ГХ № 1 Колонка 1 125,5 кПа	Пробный опыт ГХ № 2 Колонка 2 125,5 кПа	Разность ГХ № 2 – ГХ № 1 До RTL	После «фиксации» ГХ № 2 Колонка 2	Разность ГХ № 2 – ГХ № 1 После RTL
Этилбензол	10,318	10,658	0,340	10,298	– 0,020
Пара-ксилол	10,616	10,949	0,333	10,590	– 0,026
Мета-ксилол	10,858	11,195	0,337	10,836	– 0,022
Изопропилбензол	11,985	12,344	0,359	11,990	+ 0,005
Орто-ксилол	12,533	12,878	0,345	12,521	– 0,012
н-Пропилбензол	13,360	13,724	0,364	13,376	– 0,016
α-Метилстирол *	17,778	18,099	0,321	17,776	– 0,002

Вещество	Исходный опыт ГХ № 1 Колонка 1 125,5 кПа	Пробный опыт ГХ № 2 Колонка 2 125,5 кПа	Разность ГХ № 2 – ГХ № 1 До RTL	После «фиксации» ГХ № 2 Колонка 2	Разность ГХ № 2 – ГХ № 1 После RTL
Фенилацетилен	18,806	19,081	0,275	18,766	– 0,040
β -Метилстирол	20,248	20,558	0,310	20,242	– 0,006
Бензальдегид	24,097	24,376	0,279	24,028	– 0,069
Среднее Δ			0,326		0,028

* Использован как стандарт в расчетах RTL.

«Фиксация» значений времён удерживания при переходе от ГХ-ПИД на ГХ-МСД

Второй эксперимент был посвящён переносу исходного метода с ГХ № 1 на ГХ-МСД. Необходимость такого переноса возникает при идентификации неизвестных примесей на хроматограмме, полученной на ГХ с ПИД. Например, на переднем фронте пика фенилацетилена (рис. 4) заметно плечо. Эту примесь было бы проще идентифицировать по данным ГХ-МСД, если бы значения времён удерживания как можно точнее совпадали с полученными на ГХ-ПИД.

Поскольку для хроматографов с ПИД и МСД лучше сравнивать данные, полученные в режиме «постоянного давления», именно этот режим и был использован. Вначале проба стирола была проанализирована на ГХ № 1 при 18,20 psi (125,5 кПа). Следует обратить внимание на то, что времена удерживания несколько больше, чем были в режиме «постоянного потока».

На следующем этапе нужно было определить параметры хроматографического анализа для ГХ-МСД. Для расчёта параметров, при которых пики будут выходить в том же порядке, использована программа трансляции (переноса) ГХ-метода компании Хьюлетт-Паккард [2, 3]. Для того, чтобы значения времен удерживания соответствовали друг другу, температурная программа термостата и время выхода неудерживаемого компонента на ГХ-МСД должны быть такими же, как и в методе для ГХ-ПИД. Однако давление в инжекторе будет иным, поскольку давление на выходе из колонки в ГХ-МСД совершенно другое.

Чтобы определить точное значение давления для «фиксации» времён удерживания на ГХ-МСД, необходимо заново выполнить градуировку, поскольку в последнем случае на выходе хроматографа – вакуум. На ГХ-МСД провели пять опытов со значениями давления в области 8,44 psi (58,2 кПа). Поскольку ГХ-МСД, использованный в эксперименте, не был оснащён программным обеспечением RTL, на ГХ № 1 был создан фиктивный метод.

и данные калибровки RTL для ГХ-МСД были введены в него. Далее на ГХ-МСД был проведен пробный анализ образца стирола; для «фиксации» использовано время удерживания α -метилстирола. Рассчитанное по фиктивной методике входное значение давления, необходимое для фиксации времен удерживания, не соответствует входному давлению для ГХ-МСД, поскольку при измерениях на обоих приборах резко различаются значения давления на выходе из колонки. Для расчёта номинального давления в инжекторе ГХ-МСД, которое бы соответствовало методу для ГХ-ПИД, в программе трансляции метода выбирают режим "None" (не использовать) (рис. 7).

GC Method Translation																											
Criterion: ☐ Translate Only ☐ Best Efficiency ☐ Fast Analysis ☒ None		Speed gain: 1.00000																									
		Original Method	Translated Method																								
Column																											
Length	m	60	☒ 60																								
Internal Diameter	µm	320	☒ 320																								
Film Thickness	µm	0.500	☐ Unlock																								
Phase Ratio		160.0	☒ 0.500																								
Carrier Gas		Helium	☐ Helium																								
Enter one Setpoint			☒ Unlock																								
Head Pressure	psi	10.200	☒ 0.443																								
Flow Rate	ml/min	1.9611	☒ 1.2122																								
Outlet Velocity	cm/sec	48.44	☐ 28.53																								
Average Velocity	cm/sec	20.53	☒ 3.50562																								
Hold-up Time	min	3.50562	☐ 11																								
Outlet Pressure (absolute)	psi	14.646	☐ 14.646																								
Ambient Pressure (absolute)	psi	14.646																									
Oven Temperature ☐ Temp Program		<table border="1"> <thead> <tr> <th>Ramp Rate</th> <th>Final Temp.</th> <th>Final Time</th> </tr> <tr> <th>°C/min</th> <th>°C</th> <th>min</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Initial</td> <td>80</td> <td>9</td> </tr> <tr> <td>Ramp 1</td> <td>150</td> <td>0</td> </tr> </tbody> </table>	Ramp Rate	Final Temp.	Final Time	°C/min	°C	min	Initial	80	9	Ramp 1	150	0	<table border="1"> <thead> <tr> <th>Ramp Rate</th> <th>Final Temp.</th> <th>Final Time</th> </tr> <tr> <th>°C/min</th> <th>°C</th> <th>min</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>5.000</td> <td>80</td> <td>9.000</td> </tr> <tr> <td></td> <td>150</td> <td>0.000</td> </tr> </tbody> </table>	Ramp Rate	Final Temp.	Final Time	°C/min	°C	min	5.000	80	9.000		150	0.000
Ramp Rate	Final Temp.	Final Time																									
°C/min	°C	min																									
Initial	80	9																									
Ramp 1	150	0																									
Ramp Rate	Final Temp.	Final Time																									
°C/min	°C	min																									
5.000	80	9.000																									
	150	0.000																									
Sample Information Name																											

Рис. 7. Программа переноса метода пропорционально пересчитывает условия опыта для ГХ различных комплектаций

В этом режиме время удерживания в ГХ-МСД принудительно задаётся таким же, что и в ГХ-ПИД. Это соответствует коэффициенту скорости, равному единице (т. е. времена удерживания совпадают). Расчётное давление для ГХ-МСД составляет 8,44 psi (58,2 кПа). Следует обратить внимание на то, что это лишь номинальное давление, требуемое для получения близких времён удерживания.

Для повышения точности методики «фиксации» необходимо, чтобы на обоих приборах совпадали температурная программа и время удерживания несорбирующегося компонента.

После введения этих поправок расчетное значение входного давления для ГХ-МСД составило 7,90 psi (54,5 кПа). Это значение было задано на ГХ-МСД.

На рис. 8 приведены две хроматограммы, полученные на ГХ-ПИД и ГХ-МСД после «фиксации» времён удерживания.

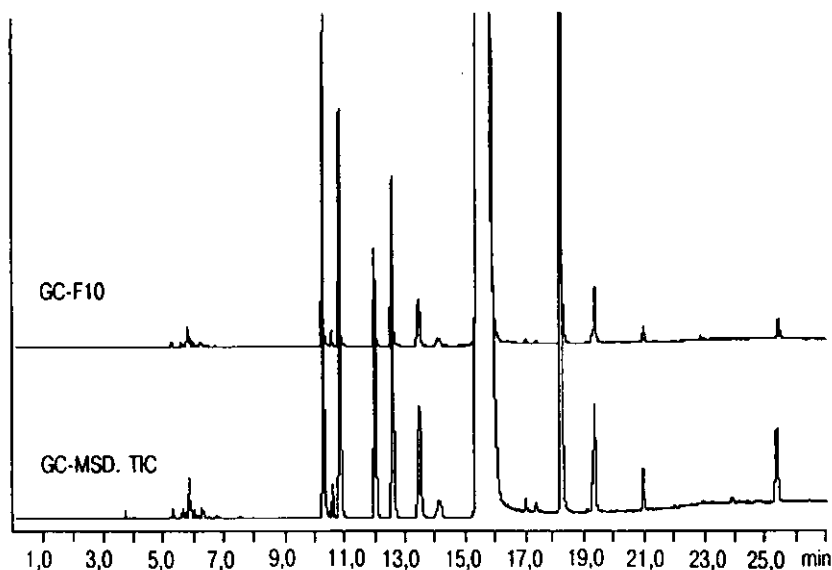


Рис. 8. Хроматограммы ГХ № 1 и ГХ-МСД после «фиксации» времён удерживания. Режим «постоянного давления»

В табл. 3 приведены результаты, полученные на ГХ-ПИД и ГХ-МСД после «фиксации» времён удерживания.

Таблица 3

Сравнение результатов, полученных на ГХ-ПИД и ГХ-МСД после «фиксации» времён удерживания

Вещество	Исходный опыт ГХ-ПИД, 125,5 кПа	ГХ-МСД, 54,5 кПа	Разность значений времени удерживания, мин
Этилбензол	10,315	10,338	0,023
Пара-ксилол	10,620	10,642	0,022
Мета-ксилол	10,869	10,890	0,021
Изопропилбензол	12,038	12,053	0,015
Орто-ксилол	12,613	12,630	0,017
n-Пропилбензол	13,492	13,508	0,016

Вещество	Исходный опыт ГХ-ПИД, 125,5 кПа	ГХ-МСД, 54,5 кПа	Разность значений времени удерживания, мин
α -Метилстирол *	18,276	18,267	0,009
Фенилацетилен	19,406	19,389	0,017
β -Метилстирол	21,008	20,987	0,011
Бензальдегид	25,475	25,415	0,060
Среднее значение			0,021

* Использован как стандарт в расчетах RTL

Как видно из данных табл. 3, расхождение значений времён удерживания составляет не более 0,02 мин.

На рис. 9 приведен результат идентификации примеси, проявляющейся в виде плеча на переднем фронте пика фенилацетилена по максимальному совпадению экспериментальных данных с библиотечным масс-спектром. Благодаря применению RTL, форма пиков на хроматограмме ГХ-МСД остаётся такой же, как и на ГХ-ПИД, времена удерживания также сохраняют свои значения, что упрощает сравнение результатов, полученных на обоих приборах.

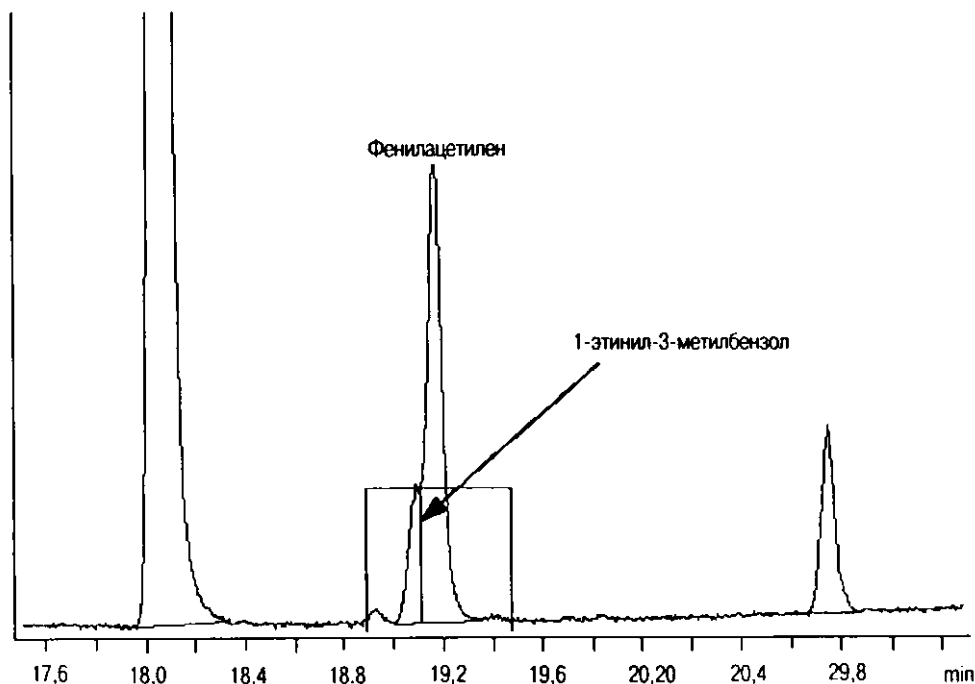


Рис. 9. Масс-спектральная идентификация примеси, проявляющейся в виде плеча на фронте пика фенилацетилена

Заключение

Применение программы «фиксации» времён удерживания упрощает воспроизведение результатов при переходе с хроматографа на хроматограф, с колонки на колонку и с детектора на детектор. При анализе пробы стирола по методике ASTM D5135 расхождение значений времен удерживания после «фиксации» составило не более 0,06 мин.

Список литературы

1. ASTM D5135-95, "Analyses of Styrene by Capillary GasChromatography," (Анализ стирола посредством капиллярной газовой хроматографии). *Annual Book of Standards*, (Ежегодник стандартов) Volume 06.04, ASTM, 100 Bar Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428 USA.
2. *M. Klee and V. Giarrocco*, "Predictable Translation of Capillary GC Methods for Fast GC" (Предсказуемый перенос методик капиллярной ГХ в скоростную ГХ). Фирма Хьюлетт-Паккард, техническая информация 228-373, Публикация 5965-7673Е, март 1997.
3. Программы HP GC Pressure/ Flow Calculator for Windows (Калькулятор давлений и расходов ГХ Хьюлетт-Паккард), версия 2.0 и Method Translation Tool (Средство переноса методик), версия 2.0. Загружаются через Интернет: <http://www.dmo.hp.com/apg/servsup/ssmain.html>.

*Фирма АЛСИ – официальный дистрибьютор Agilent Technologies в Украине (до 01.11.99 – аналитическое отделение Hewlett Packard в Украине).
тел./факс: (044) 245-3224, 246-1017, 246-1040.*

*Фирма Hewlett Packard, Вилмингтон, штат Делавар, 19808-1610, США
e-mail: instruments@alsi.ua www.alsi.ua*

Фирма выполняет услуги:

поставку, установку, обучение гарантийное и постгарантийное обслуживание аналитического оборудования.

Получено 19.07.2003.