

ПРИМЕНЕНИЕ КРИОГЕННОГО КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРИМЕСЕЙ ВО ФТОРИДАХ КРЕМНИЯ И ГЕРМАНИЯ МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

В.А.Крылов^{1,2}, Т.Г.Сорочкина²

¹ Нижегородский национальный университет им. Н. И. Лобачевского, г.Нижний Новгород

² Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии высокоочищенных веществ им.Г.Г.Десятых Российской академии наук, , г.Нижний Новгород
sorochkina@ihps.nnov.ru

Хроматографическое разделение веществ зависит от эффективности хроматографической колонки. Эффективность хроматографической колонки определяется размытием пика, которое количественно характеризуется суммарной дисперсией:

$$N = \frac{t_r^2}{\sigma_{\Sigma}^2}$$

Где: N - число теоретических тарелок колонки; σ_{Σ}^2 - суммарная дисперсия
Суммарная дисперсия описывается следующим выражением :

$$\sigma_{\text{сум.}}^2 = \sigma_{\text{доз.}}^2 + \sigma_{\text{кол.}}^2 + \sigma_{\text{детек.}}^2$$

Где: $\sigma_{\text{доз.}}^2$ - дисперсия, связанная с размытием в системе дозирования;

$\sigma_{\text{кол.}}^2$ - дисперсия, связанная с размытием в колонке;

$\sigma_{\text{детек.}}^2$ - дисперсия, связанная с размытием в детекторе.

Дисперсии, связанные с размытием в системе дозирования и в детекторе должны быть много меньше дисперсии, обусловленной размытием зоны примеси в колонке.

Традиционно применяемая для анализа реакционноспособных веществ вакуумная система дозирования, используемая в данной работе, позволяет устранить взаимодействие SiF_4 и GeF_4 с окружающим воздухом, но из-за больших мертвых объемов приводит к заметному уширению исходной хроматографической полосы примесей. Это обусловлено длительностью поступления вещества из системы дозирования в колонку. Поэтому для уменьшения дисперсии на стадии дозирования (сужения исходной полосы введенной пробы) нами использовано криогенное концентрирование примесей перед разделением их в аналитической колонке.

Концентрирование примесей проводили в ловушке, находящейся перед аналитической колонкой и представляющей собой охлаждаемую жидким азотом U-образную трубку из молибденового стекла длиной 2 см, внутренним диаметром 3 мм, заполненную оксидом алюминия, содержащим 4% гидроксида натрия. Концентрирование осуществляли при температуре жидкого азота в течение 3-4 мин. После этого ловушку нагревали в стакане с водой при температуре 85-95⁰С в течение 1 мин. Тем самым осуществляли ввод пробы в аналитическую разделительную колонку.

В данной методике мы исследовали влияние криогенного концентрирования примесей на эффективность хроматографического разделения на колонке с оксидом алюминия, содержащим 4% гидроксида натрия.

Установлено, что при использовании криогенного концентрирования эффективность разделительной колонки может быть повышена в 2-3 раза, число теоретических тарелок достигает 5-6 тысяч.