

## Принцип термодесорбции

Метод термодесорбции заключается в извлечении летучих компонентов с сорбента при нагревании потоком инертного газа и их ввод в аналитическую систему (газовый хроматограф).

Самым простым вариантом является одностадийная термодесорбция (рисунок 1). В этом случае вещества напрямую переносятся из сорбционной трубки в хроматографическую колонку. Поскольку объем сорбента в трубке является достаточно большим, невозможно обеспечить "мгновенную" десорбцию компонентов. Это приводит к получению широких пиков, что ухудшает хроматографическое разделение.

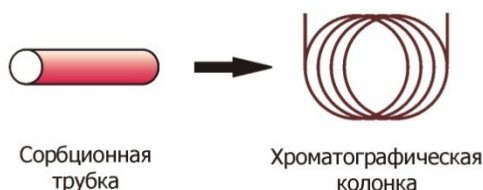


Рисунок 1 – Одностадийная термодесорбция

Для ввода узкой зоной анализируемых веществ в хроматографическую колонку используют двухстадийную термодесорбцию. При проведении двухстадийной термодесорбции компоненты, извлеченные из сорбционной трубки, предварительно фокусируются и после этого узкой зоной направляются в хроматографическую колонку (рисунок 2). Таким образом обеспечивается значительно лучшая чувствительность и эффективность разделения компонентов.

Существует два основных способа фокусирования компонентов:

- криофокусировка в капилляре;
- улавливание в холодной ловушке.

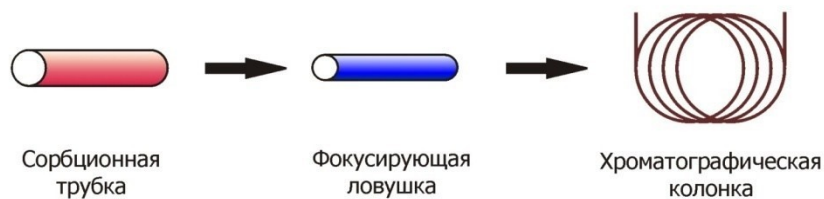


Рисунок 2 – Двухстадийная термодесорбция

Криофокусировка осуществляется в кварцевом капилляре внутренним диаметром от 0,18 до 0,53 мм, который погружается в жидкий азот. Криофокусировка хорошо подходит для концентрирования высоко летучих компонентов. Однако она имеет определенные недостатки. Во-первых, в этом варианте расходуется большое количество жидкого азота. Во-вторых, содержащаяся в сорбционной трубке влага может привести к закупориванию капилляра.

Альтернативным вариантом фокусирования является улавливание компонентов в ловушке. Ловушка заполнена сорбентом и охлаждается с помощью элементов Пельтье. Использование сорбента позволяет концентрировать даже самые летучие компоненты без применения жидкого азота. В тоже время небольшой объем сорбента дает возможность проведения быстрой десорбции и ввода пробы в хроматографическую колонку узкой зоной. Данный принцип широко используется в современных двухстадийных термодесорберах.

Двухстадийная термодесорбция является общепризнанной практикой. На ее основе разработаны многие международные и российские стандарты по контролю вредных примесей в воздухе. Термодесорбер ТДС-1 (двухстадийный) также имеет вышеописанный принцип работы.

## Применение термодесорбции

Основная область применения термодесорбции – анализ летучих и малолетучих органических соединений в атмосферном воздухе, воздухе рабочей зоны и замкнутых помещений, а также для оценки выделений строительных материалов и бытовых предметов.

Термодесорбция также используется для анализа летучих органических соединений (ЛОС) в твердых пробах, например, для определения остаточных растворителей в фармацевтических продуктах, упаковочных материалах, мономеров в полимерах, запаха и ароматов в пищевых продуктах и т.д.

Метод термодесорбции может использоваться для анализа разнообразных компонентов, определение которых возможно на газовом хроматографе. Диапазон анализируемых веществ ограничен летучестью, вещества с температурой кипения выше 400 °С определяются не количественно. Термодесорбция не позволяет анализировать вещества, температура разложения которых ниже температуры десорбции.

# Выбор сорбента

Сорбент должен во время отбора пробы удерживать анализируемые вещества, а во время десорбции легко их отдавать. В зависимости от анализируемых веществ используют различные сорбенты. Рекомендации по выбору сорбента приведены в таблице 1.

По степени улавливания компонентов сорбенты условно разделяют на слабые, средние и сильные. Слабые сорбенты хорошо улавливают малолетучие компоненты, средние – летучие, а сильные – высоколетучие.

Если проба состоит из смеси компонентов с широким диапазоном температур кипения, рекомендуется использовать трубки с несколькими слоями различных сорбентов. При этом следует выбирать сорбенты с близкими температурами десорбции (разница не должна превышать 50 °С), в противном случае будет невозможно прокондиционировать более термостойкий сорбент без разрушения менее термостойкого.

Если состав анализируемой пробы неизвестен, то рекомендуется применять комбинированные трубки, содержащие следующие сорбенты: Carborack C, Carborack B и Carbosieve S-III. Такие трубки позволяют уловить практически все вещества.

Таблица 1 – Рекомендации по использованию сорбентов

<b>Сорбент</b>	<b>Диапазон летучести аналитов</b>	<b>Максимальная рабочая температура, °С</b>	<b>Удельная поверхность, м<sup>2</sup>/г</b>	<b>Примеры анализируемых веществ</b>
Tenax TA	Температура кипения от 100 до 400 °С. От n-C7 до n-C26	350	35	Ароматические неполярные соединения (с температурой кипения более 100 °С) и менее летучие полярные соединения (с температурой кипения более 150 °С)
Tenax GR	Температура кипения от 100 до 450 °С. От n-C7 до n-C30	350	35	Алкилбензолы, ПАУ и ПХБ в парообразном состоянии, а также соединения, указанные для Tenax TA
Porapak Q	Температура кипения от 50 до 200 °С. От n-C5 до n-C12	250	550	Разнообразные ЛОС, включая кислород–содержащие соединения
Porapak N	Температура кипения от 50	180	300	Специфичный сорбент для летучих нитрилов: акрилонитрил, ацетонитрил,

Сорбент	Диапазон летучести аналитов	Максимальная рабочая температура, °С	Удельная поверхность, м <sup>2</sup> /г	Примеры анализируемых веществ
	до 150 °С. От н-С5 до н-С8			пропионитрил, также подходит для пиридина, летучих спиртов от этанола, метилэтилкетона
Chromosorb 102	Температура кипения от 50 до 200 °С	250	350	Разнообразные ЛОС, включая кислород содержащие соединения и летучие галогенсодержащие соединения до метиленхлорида
Chromosorb 106	Температура кипения от 50 до 200 °С	250	750	Разнообразные ЛОС, включая углеводороды от н-С5 до н- С12, а также летучие кислородсодержащие соединения
Carbopack В	От н-С5 до н- 14	400	100	Разнообразные ЛОС, включая кетоны, спирты, альдегиды (с температурой кипения более 75 °С), все неполярные со- единения в указан- ном диапазоне летучести и перфторуглеродные газы в следовых количествах
Carbopack С	От н-С8 до н- С20	400	12	Алкилбензолы и алифатические соединения в указан- ном диапазоне лету- чести
Carbosieve S- III	Температура кипения от минус 60 до 80 °С. От н-С2 до н-С5	400	800	Высоколетучие соединения от этана, летучие галогенсодержащие вещества и фреоны
Carboxen 1000	Температура кипения от минус 60 до	400	1200	Высоколетучие углеводороды, летучие

Сорбент	Диапазон летучести аналитов	Максимальная рабочая температура, °С	Удельная поверхность, м <sup>2</sup> /г	Примеры анализируемых веществ
	80 °С. От н-С2 до н-С4			галогенсодержащие вещества и фреоны
Молекулярные сита 13Х	Температура кипения от минус 60 до 80 °С	350	–	Используется специально для 1,3– бутадиена и оксидов азота

## Методы анализа

ГОСТ Р ИСО 16000-6-2007 Воздух замкнутых помещений. Часть 6. Определение летучих органических соединений в воздухе замкнутых помещений и испытательной камеры путем активного отбора проб на сорбент Tenax TA с последующей термической десорбцией и газохроматографическим анализом с использованием МСД/ПВД.

ГОСТ Р ИСО 16017-1-2007 Воздух атмосферный, рабочей зоны и замкнутых помещений. Отбор проб летучих органических соединений при помощи сорбционной трубки с последующей термодесорбцией и газохроматографическим анализом на капиллярных колонках. Часть 1. Отбор проб методом прокачки.

ASTM Method D 6196-03 (2009) Standard Practice for Selection of Sorbents, Sampling, and Thermal Desorption Analysis Procedures for Volatile Organic Compounds in Air.

MHDS 72 UK Health and Safety Executive. Method for the Determination of Hazardous Substances. Volatile organic compounds in air – Laboratory method using pumped solid sorbent tubes, thermal desorption and gas chromatography.

