



ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ИССЛЕДОВАНИЯ
КАК СОВРЕМЕННЫЙ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНЫЙ МЕТОД
РАЗДЕЛЕНИЯ, ИДЕНТИФИКАЦИИ И КОЛИЧЕСТВЕННОГО
ОПРЕДЕЛЕНИЯ «ЛЕТУЧИХ ЯДОВ»

ВЫПОЛНИЛА: ЕСЕНАЛИЕВА Б.

ПРОВЕРИЛА:

ПЛАН

Введение

Газохроматографические методы исследования

Газохроматографический анализ летучих ядов

Заключение

Литература

ВВЕДЕНИЕ

Газовая хроматография — разновидность хроматографии, метод разделения летучих компонентов, при котором подвижной фазой служит инертный газ (газ-носитель), протекающий через неподвижную фазу с большой поверхностью. В качестве подвижной фазы используют водород, гелий, азот, аргон, углекислый газ. Газ-носитель не реагирует с неподвижной фазой и разделяемыми веществами.

Различают газо-твёрдофазную и газо-жидкостную хроматографию. В первом случае неподвижной фазой является твёрдый носитель (силикагель, уголь, оксид алюминия), во втором — жидкость, нанесённая на поверхность инертного носителя.

Газо-жидкостная хроматография — разделение газовой смеси вследствие различной растворимости компонентов пробы в жидкости или различной стабильности образующихся комплексов. Неподвижной фазой служит жидкость, нанесенная на инертный носитель, подвижной — газ.

ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Газохроматографический метод исследования является высокочувствительным методом, позволяет определять концентрации веществ $5 \cdot 10^{-10}$ мг/см³, с погрешностью 5%. Универсальность его позволяет анализировать жидкие, газовые и твердые вещества и разделить сложные смеси на индивидуальные компоненты.

В лаборатории газохроматографическими методами исследуются:

- Объекты окружающей среды (вода, воздух, почва, осадки)
- Пищевые продукты и продовольственное сырье
- Материалы, контактирующие с пищевыми продуктами
- Полимерные материалы (для строительства, для мебели и т. д.)
- Товары текстильной промышленности (ткани, одежда и т. д.)
- Товары детского ассортимента (одежда, обувь и т.д.)

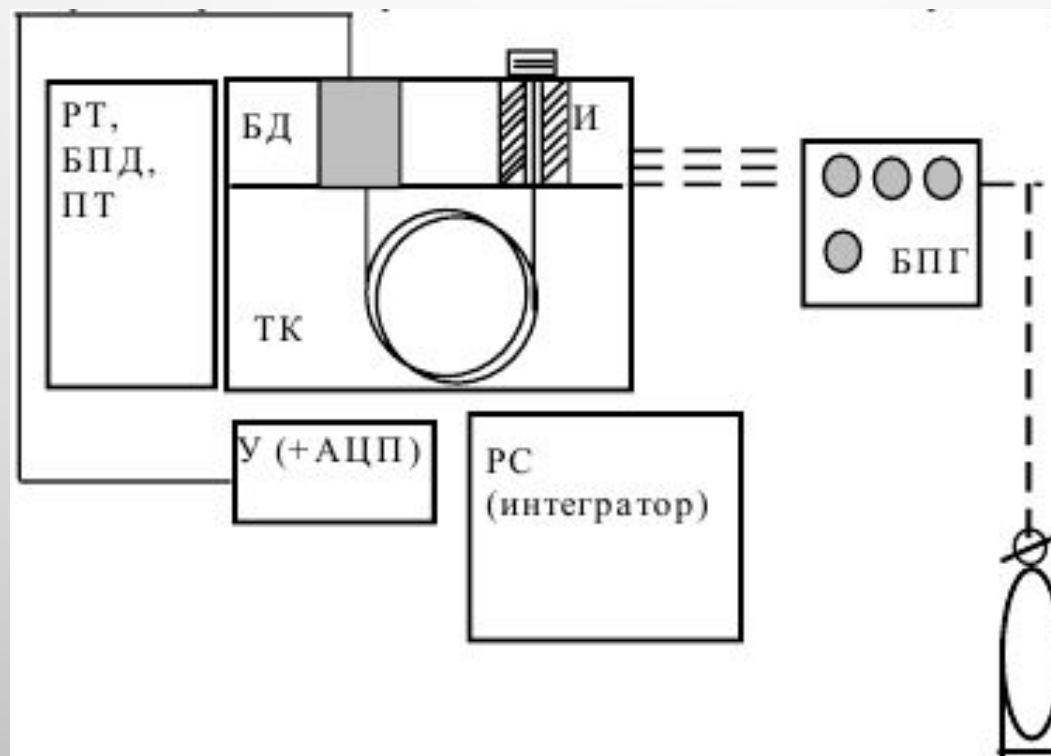
Этим методом определяются следующие вещества:

- Органические вещества (бензол, толуол, п-,м-,о-ксилолы, ацетон, гексан, гептан, бензин, стирол, фенол, акрилонитрил, диметилформаид)
- Спирты (метанол, этанол, бутанол, изопропанол)
- Сложные эфиры (дибутилфталат, диоктилфталат, диметилфталат, этилацетат, бутилацетат)
- Галогенсодержащие углеводороды (хлороформ, дихлорбромметан, бромформ, четыреххлористый углерод)

Также проводится контроль содержания 20 наименований пестицидов. Среди них синтетические перитроиды децис, фастак, карате, сумицидин и другие. В настоящее время эти вещества наиболее активно используются населением для обработки своих сельскохозяйственных культур. Пестициды обладают остаточной активностью, поэтому необходим контроль содержания их в продуктах питания.

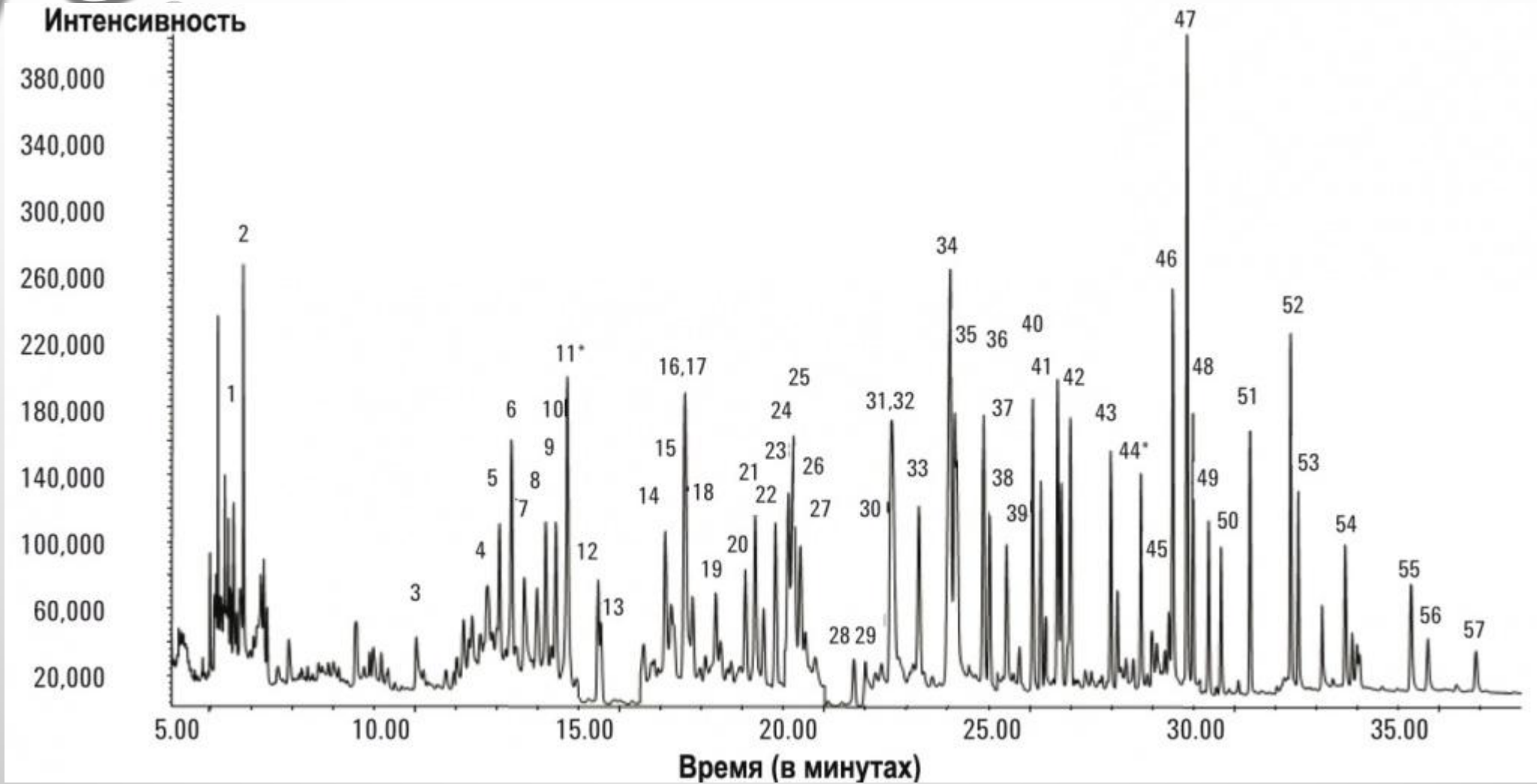
ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ «ЛЕТУЧИХ» ЯДОВ

Газовая хроматография- это хроматографическое разделение веществ в системе газ - твердое тело или газ – жидкость. Используется для анализа газов и летучих соединений.



Основной блок: аналитический блок(БА), включает 3 узла: 1)блок инжектора (устройства для ввода пробы; состоит из уплотнителя, узла крепления колонок и термостата испарителя (И)), 2)термостат колонок(ТК), 3)блок детекторов(БД). Для поддержания необходимой температуры служит регулятор температуры колонок, испарителя и детектора (РТ). Блок питания детекторов(БПД) служит для подачи электр. сигнала на детектор. Для работы в режиме программирования температуры служит программатор температуры(ПТ). Газовые системы предст. блоком подготовки газов (БПГ). Газ-носитель обычно подается из баллона редуктором, кот. снижает это давление.

Получаемый сигнал с детектора передается на блок усилителя(У), откуда передается либо непосредственно на аналоговый цифровой преобразователь(АЦП) и далее на компьютер(РС).



Хроматограмма, полученная при разделении 57 пестицидов, представленных в концентрации 200 нг/мкл

Детектор – устройство, реагирует на изменение определенных свойств смеси «разделяемый компонент + газ-носитель». **Требования:** чувствительность, селективность; динамичный диапазон. В газовых хроматофах наиболее широко используются такие детекторы:

- **ДТП**(детектор по теплопроводности) – принцип: электрическое сопротивление проводников изм-ся в зав-ти от теплопроводности газов (а она при изменении состава газа).
- **ДЭЗ**(детектор электронного захвата) в камере ДЭЗ есть источник радиоактивного излучения. Молекулы газа-носителя (азот, аргон и др.) иониз-ся с освоб-м электрона. Молекулы, в состав кот. входят атомы P, S, N, NaI, захв-т эти электроны. Образуются ионы менее подвижны и ток детектора уменьш-ся.
- **ПИД**(пламенно-ионизационный) в камеру детектора подаются водород в смеси с газом-носителем и воздух для поддержания пламени. В пламени чистого водорода нет ионов и фоновый ток детектора миним-й. При поступлении в пламя анализ. в-в они иониз-ся, число ионов увелич-ся, и сила тока возр-т.
- **ТИД**(термоионный) работа основана на ионизации в пламени водорода паров соли щелочного металла (н., CsBr) и ее увеличении при попадании в пламя фосфорорг-х и азотсод-х (н-р, акилнитриты) соед-й. Сила тока зависит от кол-ва ионов, образ-ся в пламени.

ПРОБОПОДГОТОВКА ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ ЛЕТУЧИХ ВЕЩЕСТВ

1. **Анализ равновесной парогазовой фазы (ПГФ).** пробу помещают в стекл. флакон, прибавляют хим. агент - безводный Na_2SO_4 для удаления паров воды, фосфорновольфрамную или трихлоруксусную кислоту (осажд. белков). Затем флакон плотно закуп-т пробкой с фиксатором и нагр-т на водяной бане при T на $5-10^\circ\text{C}$ выше $T_{\text{кип}}$ выделяемого в-ва. После этого пробку прокал-т и отбирают пробу шприцем ($1-2 \text{ см}^3$) и вводят в испаритель хроматографа. Метод универсален, экспрессен и прост.

2. **Твердофазная микроэкстракция.** заключается в адсорбции летучих компонентов р-ра на сорбционном волокне, напыл-м на штоке газохром. шприца. По химической структуре волокна чаще всего *силиконы* или *полиэтиленгликоли*. Данный вариант отличается от анализа равновесной ПГФ: 1) высокой степенью концент-ции целевых компонентов пробы, 2) более высокой степенью очистки пробы. Однако треб-ся оборудование со спец. устр-вом для ввода пробы.

3. **Динамическая газовая экстракция.** Через пробу продувают газ-носитель, кот. «уносит» летучие компоненты из жидкой фазы. Эти компоненты концент-руются двумя методами: на сорбентах (см. выше), а также при исп-нии устр-ва криогенной фокусировки - охлаждение зоны ввода пробы в колонку при температуре жидкого азота. Метод исп-ся чаще всего при анализе микрокомпонентов при определении загрязнений питьевых и сточных вод.

ОСОБЕННОСТИ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ «ЛЕТУЧИХ» ЯДОВ

Алифатические спирты -этанол и его суррогаты: в молекулах спиртов гидроксильная группа способ-т адсорбции на твердой фазе, поэтому пики спиртов асимметричны, что снижает точность их количеств. определения. Поэтому переводят их в алкилнитриты. Они явл-ся летучими в-вами уже при Ткомн. Для разделения алкилнитритов исп-ся малополярные НФ - сквалан, полиметилфенилсиликон, винилин и др. Детекторы - ДТП или ДИП. Колич. определение спиртов вып-ся методом внутр. стандарта- т.е. в-ва, кот. в известной конц-ции доб-ся к пробе и к стандартным градуировочным р-рам. величиной, пропорц-й конц-ции опред. спирта, явл-ся отн-ние высот или площадей пика спирта к высоте или площади пика внутр. стандарта.

Этиленгликоль(ЭГ). Два варианта:1)определение ЭГ в нативном виде - ГАХ, сорбент - полисорб-1, высокая температура колонки (150-180°C), детектор - ДИП. Исп-ся при анализе технических жидкостей.2)получение более летучих и менее полярных производных – н., с алкилборными кислотами.

Хлорсодержащие органические вещества. Опр-ся в нативном виде, для разделения исп-т малополярные НФ - сквалан и др. Детектор - ДЭЗ, ДИП.

Уксусная кислота. Два варианта:1)определение по нативному соединению в присутствии фосфорной кислоты;2)определение в виде сложных эфиров (метил-, этилацетат).

Фенол, крезолы. Три варианта:1)определение по нативным веществам с помощью силиконовых НЖФ или ПЭГ и их сложных эфиров;2) в виде силильных производных (цель их получения - снижение адсорбции на твердой фазе и увеличение летучести фенолов);3)получение бромпроизводных - для повышения чувствительности определения (детектор - ДЭЗ).

Формальдегид. Полимер-ся в детектир. системе, => опр-т в виде производных – восстан-ние до метанола (метана), получ. азометинов или гидразонов.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Газо-жидкостная хроматография — разделение газовой смеси вследствие различной растворимости компонентов пробы в жидкости или различной стабильности образующихся комплексов. Неподвижной фазой служит жидкость, нанесенная на инертный носитель, подвижной — газ.

Разделение основано на различиях в летучести и растворимости (или адсорбируемости) компонентов разделяемой смеси.

Этот метод можно использовать для анализа газообразных, жидких и твёрдых веществ с молекулярной массой меньше 400, которые должны удовлетворять определённым требованиям, главные из которых — летучесть, термостабильность, инертность, лёгкость получения. Этим требованиям в полной мере удовлетворяют, как правило, органические вещества, поэтому газовую хроматографию широко используют как серийный метод анализа органических соединений.

ЛИТЕРАТУРА

- Основы аналитической химии. / Ю. А. Золотов, Е. Н. Дорохова, В. И. Фадеева и др. Под ред. Ю. А. Золотова. — М.: Высш. шк., 2000.
- Г. Юинг Инструментальные методы химического анализа. — М.: Мир, 1989.
- Газовая хроматография с неидеальными элюентами, М., 1980
- Руководство к практическим работам по газовой хроматографии, 2 изд., Л., 1978