

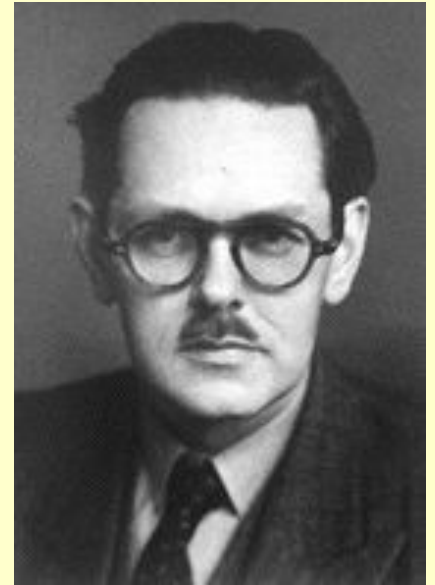
Министерство образования и науки РФ
ФГБОУ ВО «Бурятский государственный университет»
Медицинский институт
Кафедра фармации

Газожидкостная хроматография с каторометром и пламенно- ионизационным детектором

Выполнил: Дашиева С. П.,
студент 3 курса 14240 гр
Проверил: Тараскин В. В., к.
фарм. н., ст. преп.

Газожидкостная хроматография

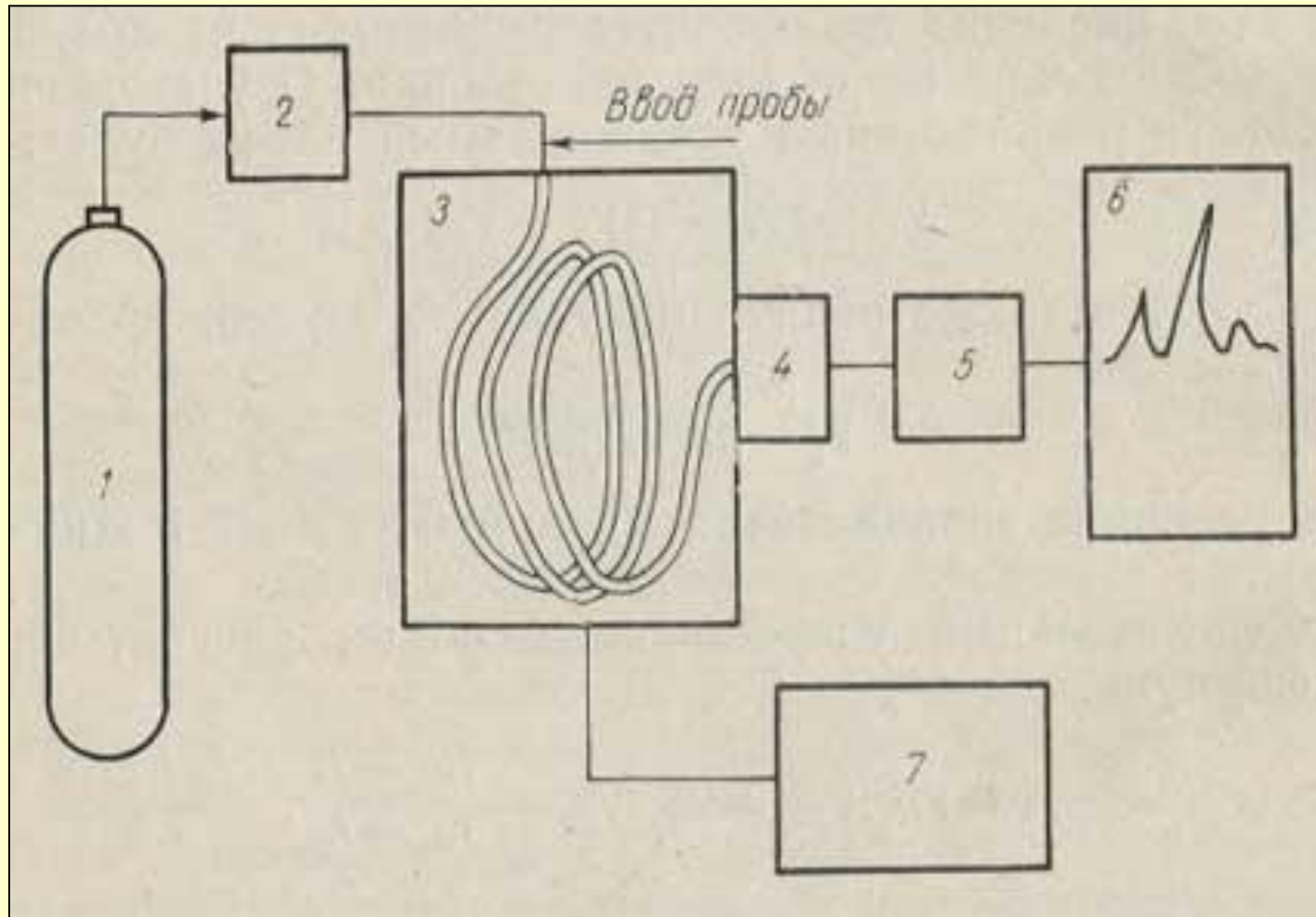
- В этом методе компоненты газовой смеси разделяются за счет их многократного растворения в неподвижной жидкой фазе (НЖФ) и последующего извлечения новыми порциями газа-носителя. Таким образом реализуется распределительный механизм ГЖХ, родственной процессу экстракции.
- Метод ГЖХ используется для анализа смесей органических веществ. Самый распространенный из хроматографических методов.
- Метод ГЖХ предложен в 1952 г. А.Мartiном и А.Джеймсом.



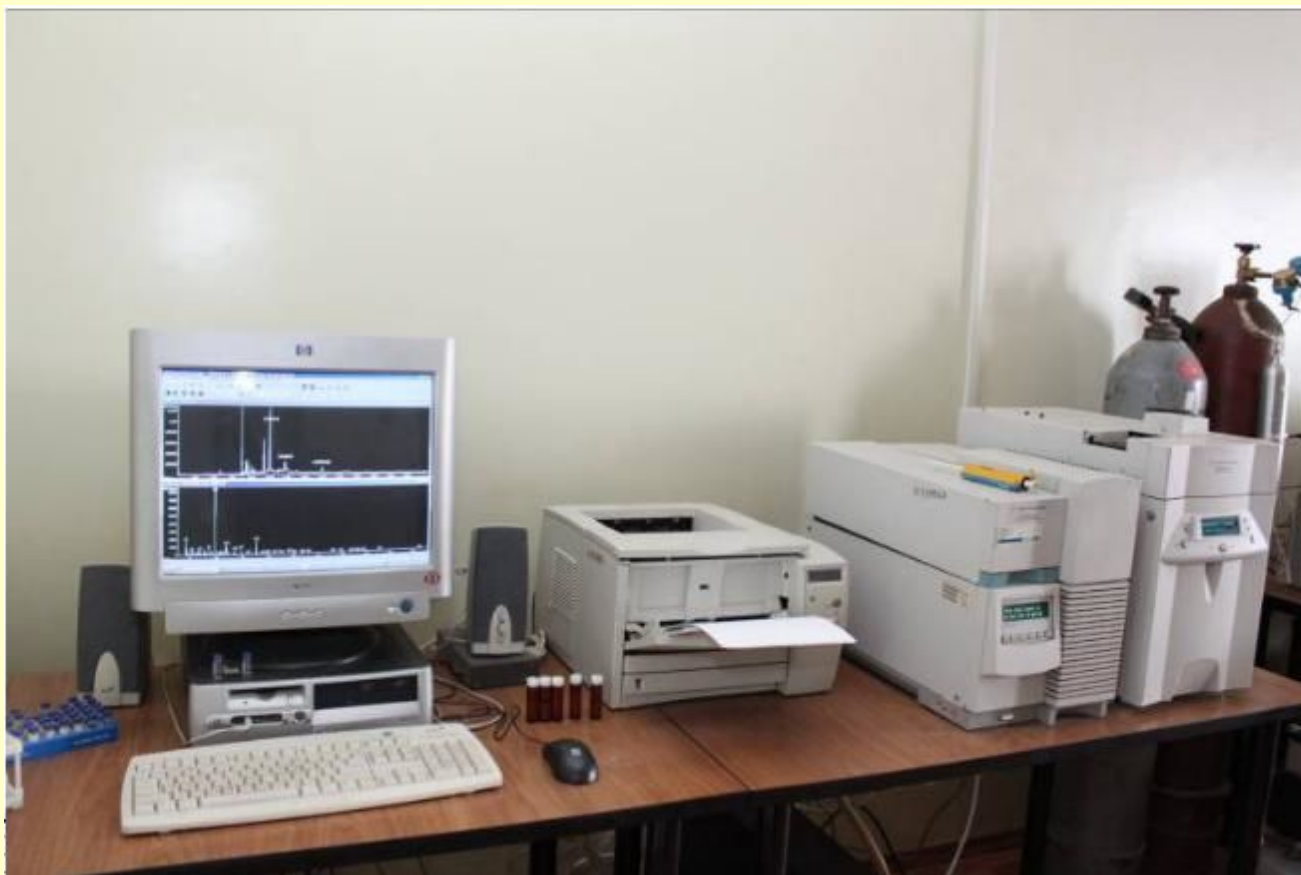
А.Мартин

Схема газожидкостного хроматографа

1 - баллон с газом-носителем; 2 - блок стабилизации газового потока; 3 - аналитический блок, состоящий из термостата, колонок и ротаметра; 4 - детектор; 5 - усилитель; 6 - самопишущий потенциометр; 7 - блок программированного изменения температуры колонки.



Газовый хроматограф Agilent 6890 N с масс-селективным Agilent 5973 N детектором



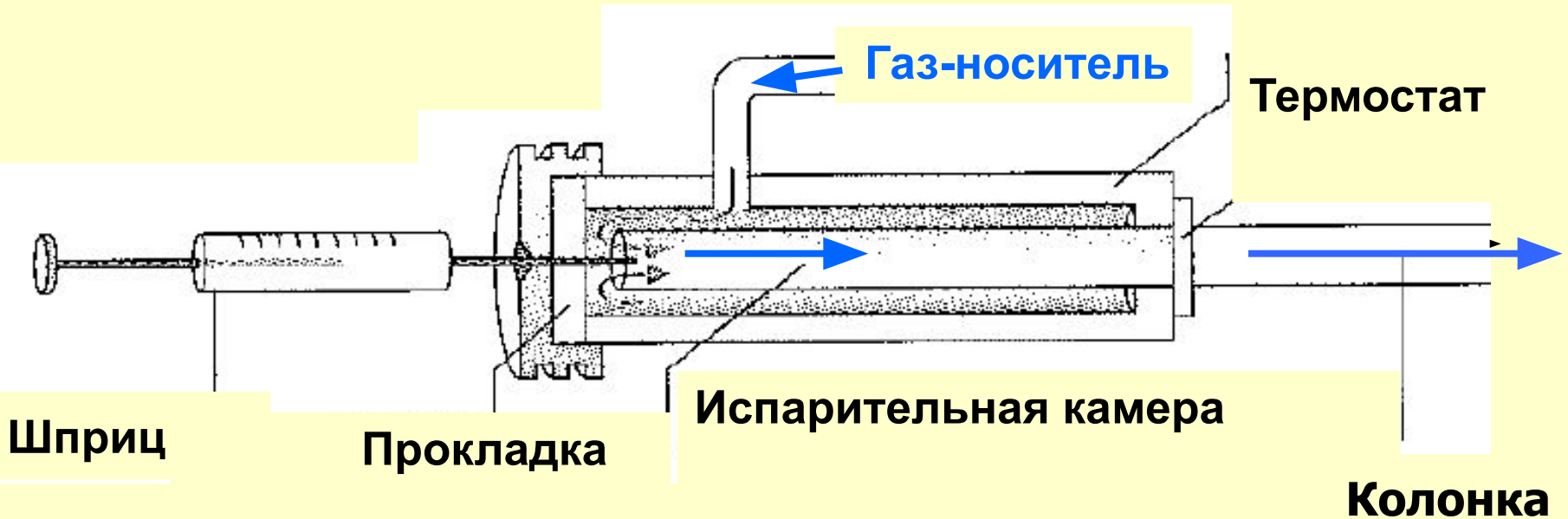
**В качестве газа-носителя применяют азот, гелий, аргон.
Изредка применяют водород, углекислый газ и др.**

Газ-носитель:

- не должен химически взаимодействовать с НЖФ, компонентами пробы,
- сорбентом или частями хроматографа;
- должен обеспечивать возможность детектирования компонентов смеси;
- должен иметь высокую чистоту. Поэтому его дополнительно очищают (фильтры, форколонки, охлаждаемые ловушки для примесей и др.).
- газ-носитель необходимо точно дозировать (давление, расход).

Ввод пробы

- Жидкие и твердые пробы заранее растворяют. Легкоиспаряемый растворитель не должен реагировать с компонентами пробы, НЖФ и газом-носителем.



- Аликвоту полученного раствора с помощью шприца вводят в испаритель хроматографа, где она испаряется в потоке газа-носителя. Газообразные пробы вводят прямо в поток.
- Для ввода пробы можно использовать краны-дозаторы, а также импульсные нагреватели для термодесорбции летучих веществ из твердых образцов.

Требования к неподвижной жидкой фазе

- **Малая летучесть ($T_{\text{кип}}$ на 100 - 200⁰ выше рабочей температуры);**
- **Устойчивость (инертность) при рабочих температурах;**
- **Высокая, но не одинаковая растворимость компонентов пробы;**
- **Способность смачивать носитель (образование пленки)**

Неподвижные жидкие фазы

Тип НЖФ	Состав, примеры	Формула	Применение
Неполярная	Парафины (сквалан)	$\left[\text{CH}_2 - \underset{ }{\text{CH}} - \overset{\text{Y}}{\text{CH}} - \text{CH}_2 \right]$	Анализ смесей углеводородов, в т.ч. ПАУ
Слабо полярная	Полифенил-диметил-силоксаны (НР-5, OV-17)	$\left[\begin{array}{c} \text{Me} \\ \\ \text{Si} - \text{O} - \text{Si} - \text{O} - \text{Si} \\ \quad \quad \quad \quad \\ \text{Me} \quad \quad \text{Ph} \quad \quad \text{Me} \end{array} \right]$	Эфиры, спирты, лекарственные препараты, наркотики
Полярная	Полиэтиленгликоли ПЭГ, Carbowax	$\text{HO} - \left[-\text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{O}- \right]_n - \text{H}$	Кислоты, сложные эфиры, гликоли

Требования к детекторам

- Высокая чувствительность
- Малая инерционность
- Линейная зависимость «отклик-концентрация»
- Воспроизводимость отклика
- Простота в использовании, безопасность и доступность

Детекторы в ГЖХ

Универсальные:

- детектор по теплопроводности (катарометр),
- пламенно-ионизационный детектор (ДИП, ПИД).

Селективные:

- детектор электронного захвата (ДЭЗ),
- спектрофотометрический детектор (поглощение в ИК-области),
- масс-спектрометрический детектор,
- другие.

Детектор по теплопроводности (катарометр)

Основной принцип – непрерывное измерение теплопроводности газа, выходящего из колонки. При прохождении через детектор зоны вещества, элюирующегося с колонки, теплопроводность газа меняется и формируется аналитический сигнал

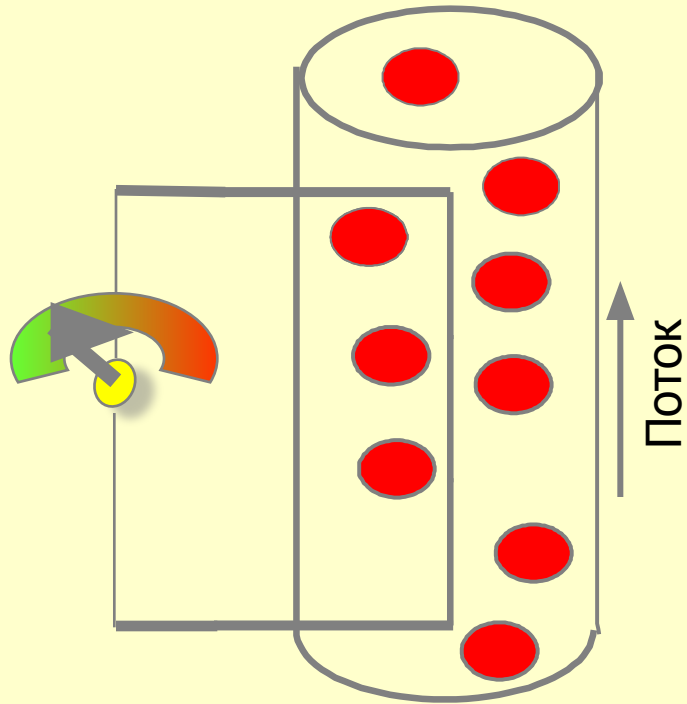


Особенности:

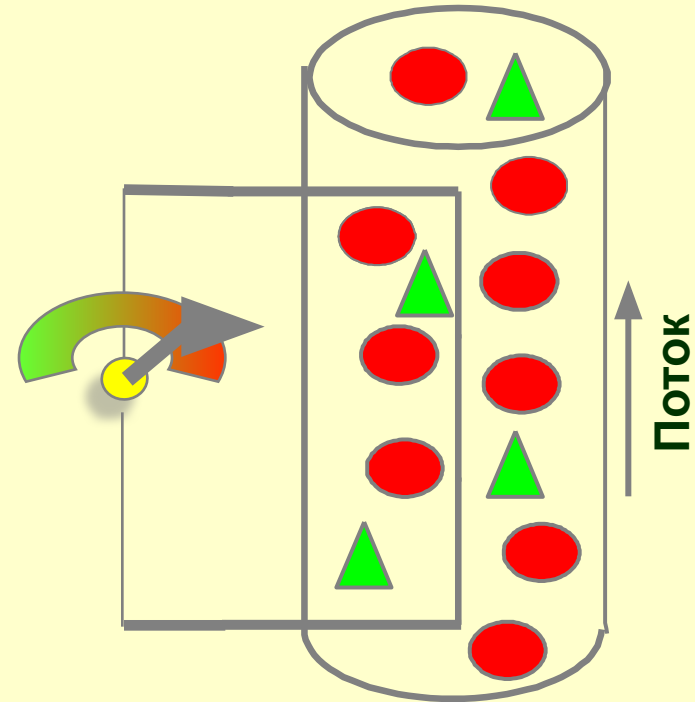
- универсальность (позволяет детектировать любые вещества);
- относительная простота, безопасность, низкая стоимость;
- линейность отклика;
- неодинаковая чувствительность по отношению к разным компонентам пробы;
- низкая чувствительность (микропримеси не детектируются).

Устройство детектора по теплопроводности

Поток газа-носителя ● идет мимо нагретой нити (спирали), охлаждая ее до некоторой равновесной температуры.

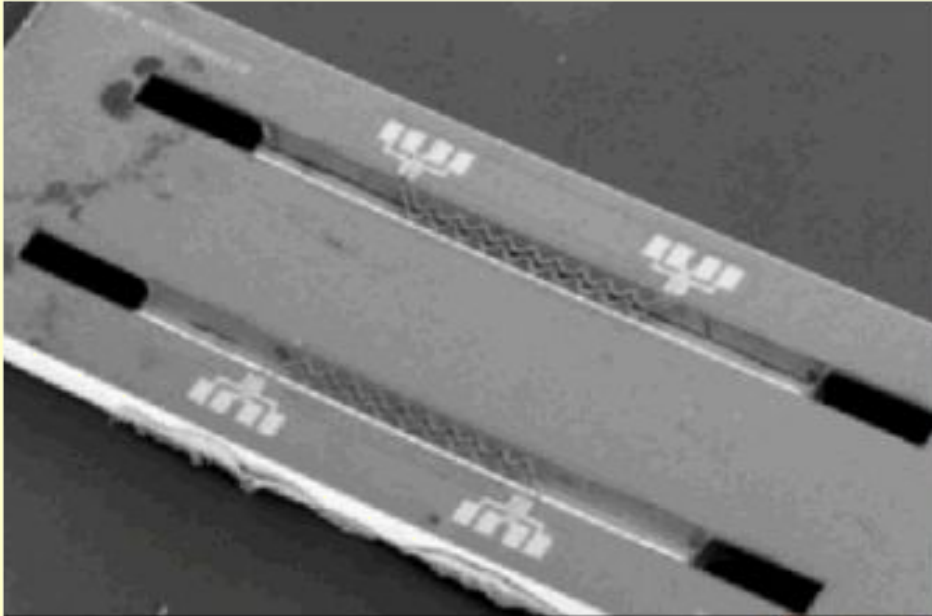


При прохождении компонента пробы ▲ через детектор охлаждающий эффект газа падает, температура нити и ее электрическое сопротивление повышаются.

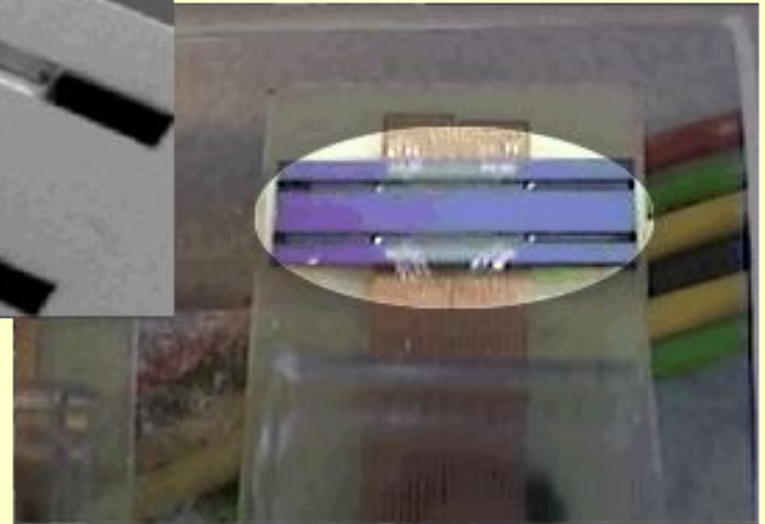


Миниатюрный катарометр

← 0.5 мм →



SEM and photo of TCD sensor



Пламенно-ионизационный детектор

Основной принцип – непрерывное измерение электропроводности пламени, через которое проходит газ-носитель. Высокотемпературное пламя (H_2 + воздух) ионизует компоненты пробы, элюирующиеся с колонки. Пламя становится более электропроводным, формируется аналитический сигнал.

Особенности:

- универсальность. Отклик дают любые органические вещества;
- высокая чувствительность – детектируются даже нанogramмовые количества, можно определять любые микропримеси;
- широкий диапазон линейности отклика (до 6 порядков по C_x);
- чувствительность детектора к разным органическим веществам примерно одинакова, к аминам и спиртам несколько снижена;
- детектор сложен, небезопасен и «капризен».



Преимущества ГЖХ:

- Широкий выбор НЖФ;
- Стабильность и предсказуемость свойств НЖФ;
- Линейность изотерм сорбции в широкой области концентраций обеспечивает симметричность пиков на хроматограмме и точность анализа;
- Мала вероятность химических превращений определяемых веществ в ходе их анализа.

Спасибо за внимание!