

ГАЗОВАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ

МЕТОДЫ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Газотвердофазная хроматография

(газоадсорбционная, ГАХ)

п.ф. – газ, н.ф.- твердое вещество

Газожидкостная хроматография, ГЖХ

п.ф. – газ, н.ф. - жидкость

Хроматомасс-спектрометрия – ГХ-МС

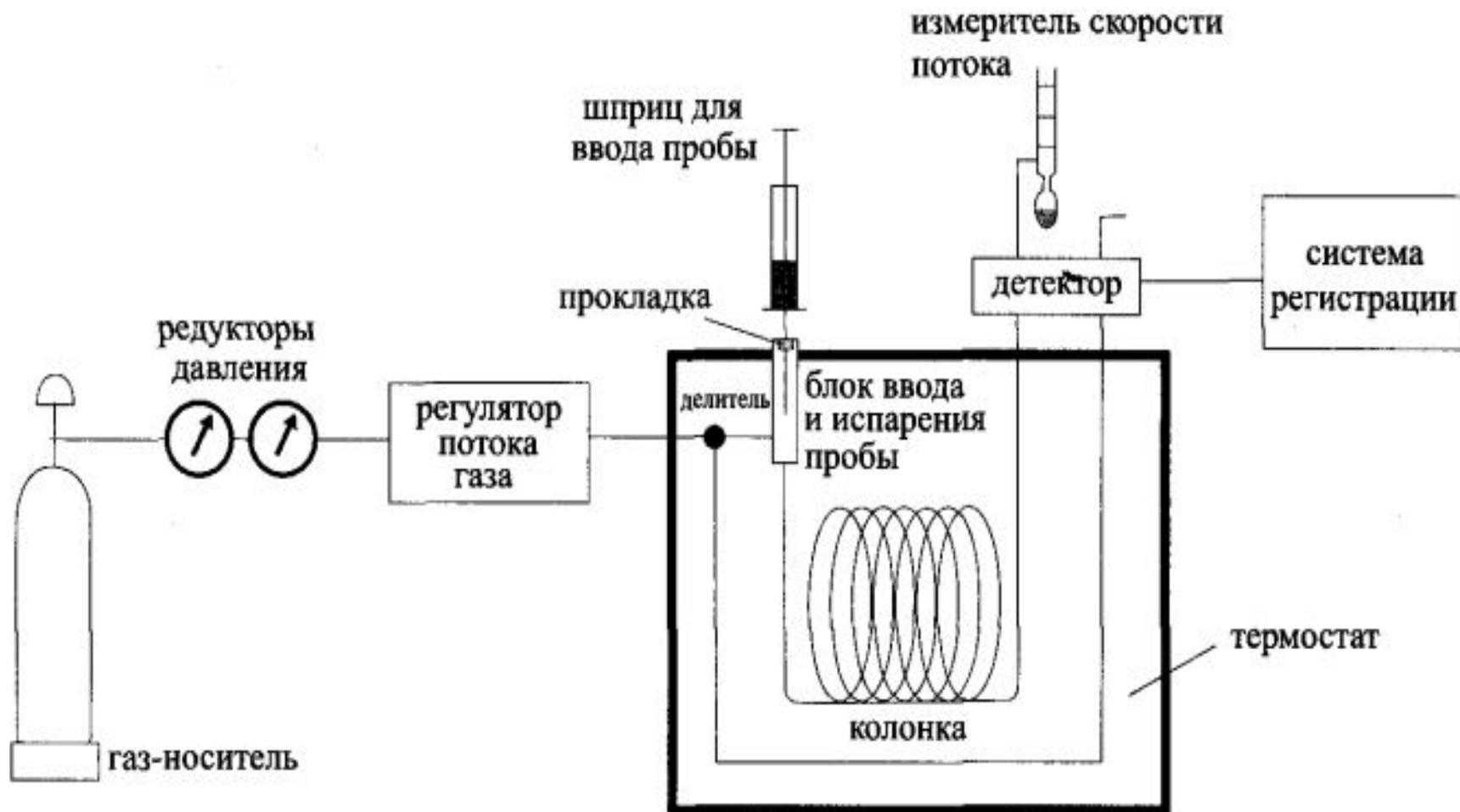
тандемный метод

Основы метода

Газовая хроматография применяется для анализа жидких, твердых и газообразных веществ с молекулярными массами до 400 г/моль, отвечающих следующим требованиям:

- летучесть;
- термическая стабильность.

Схема газового хроматографа



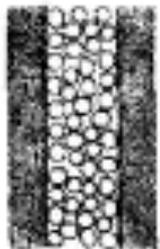
Устройство газового хроматографа

- **Газы-носители** – это инертные газы - гелий, азот, аргон, водород, диоксид углерода.
- **Блок ввода и испарения пробы.** Газообразную пробу непосредственно вводят в поток газа-носителя. Жидкие пробы вводят через силиконовую прокладку с помощью специального шприца в испаритель. Объем пробы составляет 0,001- 20 мкл. Температуру испарителя задают на 30-50°C выше температуры кипения наименее летучего компонента.

Устройство газового хроматографа

Колонки

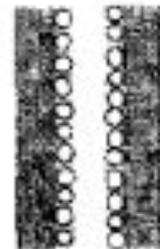
- Бывают **набивные (насадочные) и капиллярные**. Изготавливают из нержавеющей стали, стекла, кварца. Набивные заполнены гранулированным носителем на котором прочно закреплена неподвижная фаза. В капиллярных колонках неподвижная фаза распределена непосредственно на стенках капилляра.



набивные



капиллярные,
тонкопленочные



капиллярные,
тонкослойные

Устройство газового хроматографа

Колонки

Типы колонок

а) набивные

Оптимальная длина колонки – 1–5 м

Внутренний диаметр колонки – 3 – 8 мм

Ч.т.т. на 1 метр колонки – 500 – 1000

б) капиллярные

Оптимальная длина колонки – 10 – 100 м

Внутренний диаметр колонки–0.1 – 0.8 мм

Ч.т.т. на 1 метр колонки – 1000 – 4000

Набивные колонки устанавливают внутри термостата прямо или в U-образной форме. Капиллярные в виде спиралей диаметром 10-30 см.

Устройство газового хроматографа

Детекторы

- **Детекторы предназначены для обнаружения и определения компонентов анализируемой смеси, выходящих из колонки в потоке газа-носителя.**
- **Действие детектора основано на преобразовании изменений физических или химических свойств газа-носителя в электрический сигнал.**
- **Разработано несколько десятков детекторов.**
- **В комплекте современного хроматографа обычно 4-6 детектора.**

Устройство газового хроматографа

Детекторы

- **Детекторы** бывают **селективные** (предназначены для обнаружения одного класса соединений) и **универсальные**.

Требования к детекторам

- **Низкий предел обнаружения.**
- **Селективность.**
- **Быстрота действия.**

Виды детекторов

- **Пламенно-ионизационный детектор (ПИД)**- чувствителен в отношении органических соединений, способных к ионизации в пламени. Характеризуется неодинаковой чувствительностью к разным соединениям. Предел обнаружения – 10^{-12} г.
- **Катарометр** - универсальный детектор, детектирует любые вещества, отличающиеся по теплопроводности от газа-носителя. Предел обнаружения – 10^{-7} г.

Устройство газового хроматографа

Детекторы

- **Детектор электронного захвата** – чувствителен в отношении соединений, содержащих электроотрицательные атомы. Предел обнаружения – 10^{-14} г.
- **Термоионный** - чувствителен в отношении P,N – содержащих соединений. Предел обнаружения – 10^{-14} г.
- **Пламенно-фотометрический**- чувствителен в отношении P,S – содержащих соединений. Предел обнаружения – 10^{-13} г.
- **ИК – спектрометр**- универсальный детектор.
- **Масс-спектрометр** - универсальный детектор. Предел обнаружения – 10^{-12} г.

ГАЗОЖИДКОСТНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ

Основы метода

ПФ – газ

НФ – жидкость

Разделение основано на различии **в растворимости** разделяемых веществ в неподвижной жидкой фазе (распределительная хроматография).

Вдоль колонки быстрее движется то вещество, растворимость которого в неподвижной жидкой фазе меньше.

Носители неподвижной жидкой фазы

Диатомитовые, стеклянные, тефлоновые шарики

Требования к носителям неподвижной жидкой фазы

- **Механическая прочность.**
- **Однородность и высокоразвитая поверхность.**
- **Химическая инертность по отношению к жидкости, которую на них наносят.**
- **Не должны проявлять адсорбционной активности в отношении разделяемых веществ.**

Неподвижные жидкие фазы

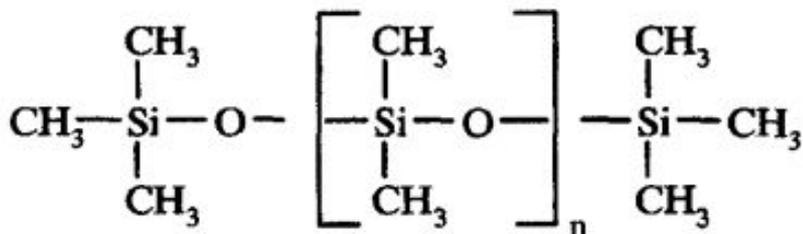
Требования к н.ж.ф.

- Д.б хорошим растворителем для компонентов смеси;
- д.б. нелетучей при рабочей температуре колонки;
- д.б. химически инертной;
- д.б. маловязкой;
- должна образовывать на носителе равномерную пленку, прочно на нем удерживаться;
- д.б. селективными.

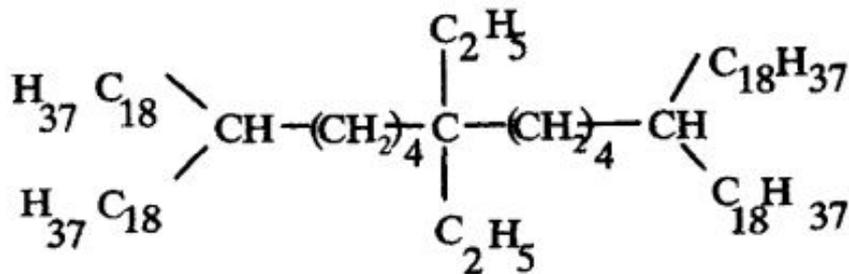
Неподвижные жидкие фазы

Н.ф. для ГЖХ характеризуют полярностью.

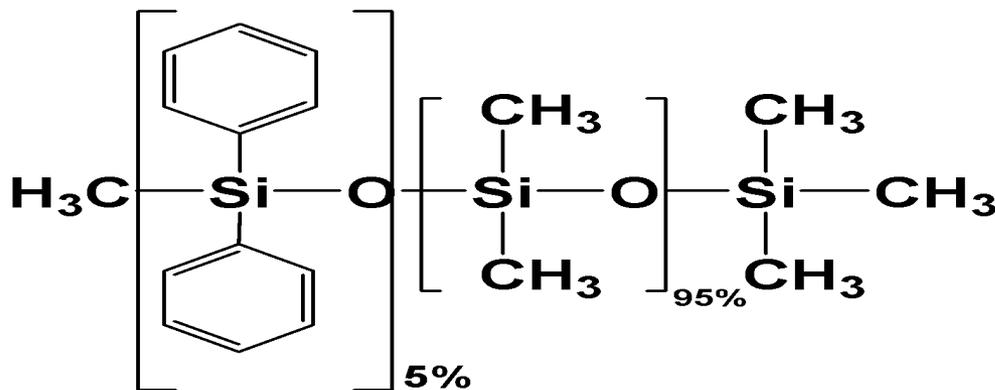
Неполярные фазы



полидиметилсилоксан



аполан 87

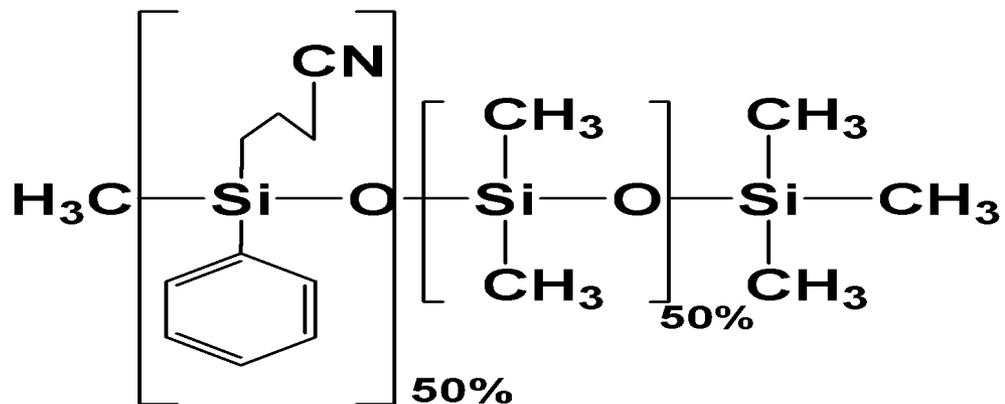


поли(5%-дифенил-95%-диметил)силоксан

поли(50%-дифенил-50%-диметил)силоксан

Неподвижные жидкие фазы

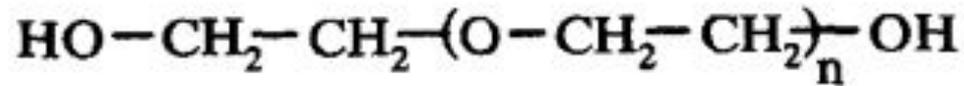
Умереннополярные фазы



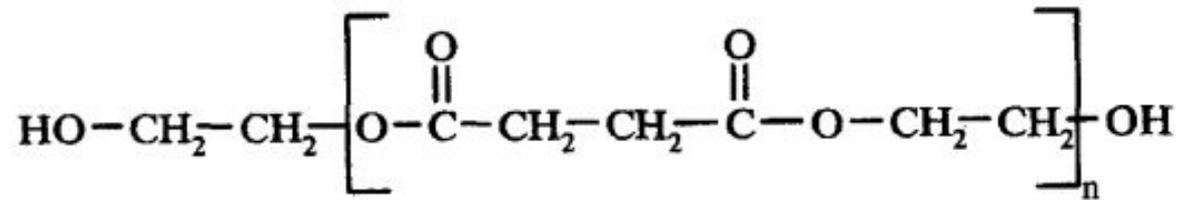
поли(50% - цианопропилфенил - 50%-диметил)силоксан

Неподвижные жидкие фазы

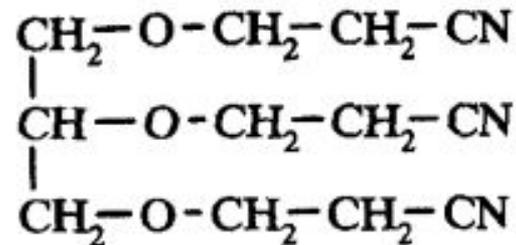
Полярные фазы



полиэтиленгликоль



Полиэтиленгликольсукцинат



1,2,3- трис(2-цианоэтокси)пропан

ГАЗО-АДСОРБЦИОННАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ

Газо-адсорбционная хроматография

П.ф. – газ, н.ф. – твердый адсорбент

Разделение основано на различии в *адсорбируемости* разделяемых веществ.

Вдоль колонки движется быстрее то вещество, адсорбционная способность которого меньше.

Газо-адсорбционная хроматография



Заключение

- **Газовая хроматография является фармакопейным методом анализа и используется при контроле качества лекарственных форм.**