

НИУ «Ташкентский институт инженеров ирригации и механизации сельского хозяйства»

дисциплина «Инструментальные методы анализа»

ТЕМА

Краткое изложение теории хроматографического разделения. Колонковая хроматография.

Направление 5630101-экология и охрана окружающей среды (в водном хозяйстве)

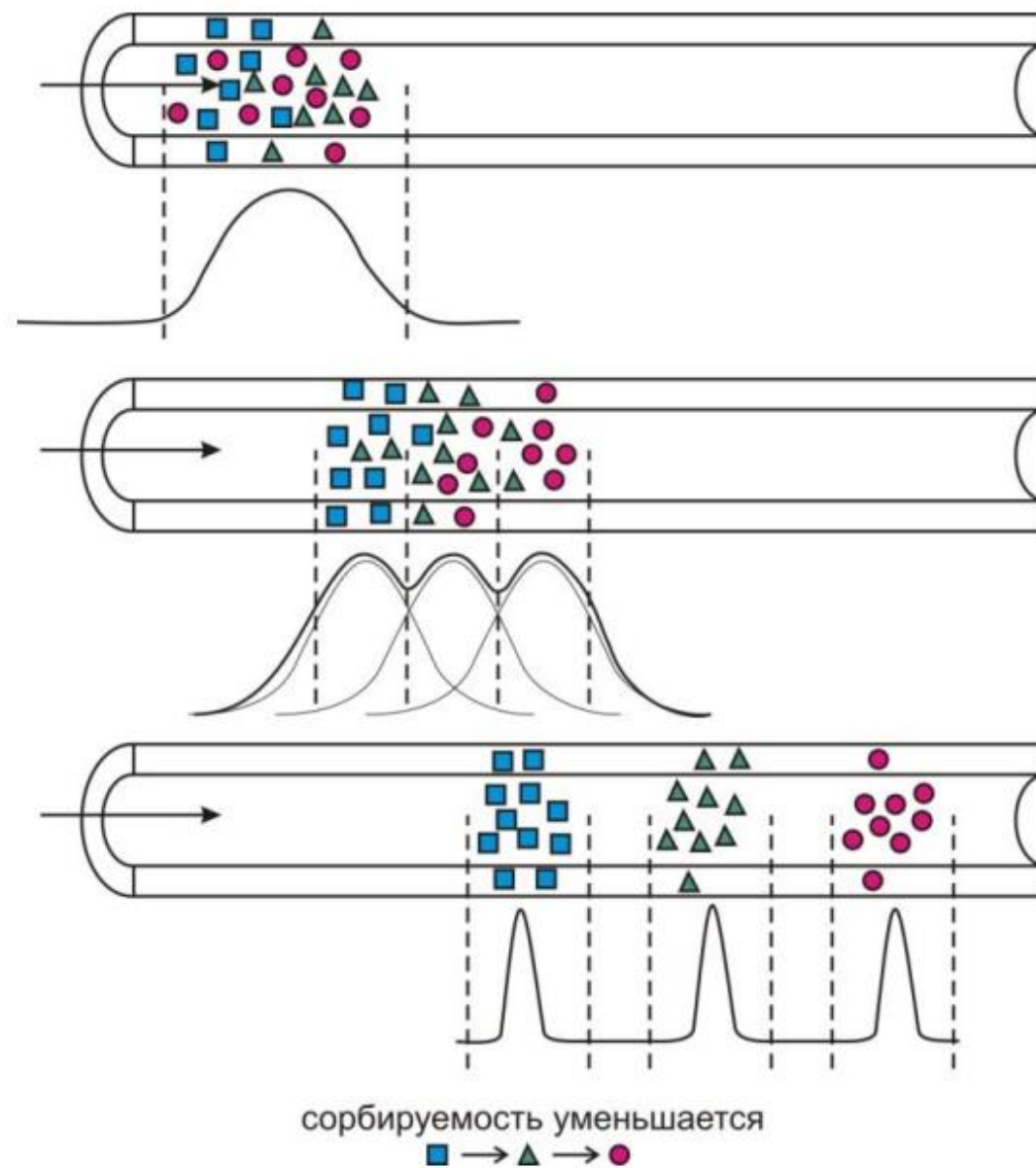


Рис. 2. Разделение компонентов смеси в хроматографической системе

Неподвижная фаза – это твердый сорбент или несмешивающаяся с подвижной фазой жидкость, на которых осуществляется различное удерживание и разделение компонентов смеси.

Исследуемое вещество увлекается потоком подвижной фазы.

Подвижная фаза – поток жидкости, флюида или газа, перемещающий компоненты разделяемой смеси вдоль неподвижной фазы.

Хроматография – *метод* разделения смесей веществ или частиц, основанный на различии в скоростях их перемещения в системе несмешивающихся и движущихся относительно друг друга фаз.



Рис. 17. Фотография стеклянной (слева) и стальной (справа) насадочных колонок

Насадочные колонки характеризуются величиной внутреннего диаметра 2–5 мм, длина обычно составляет от 1 до 3 м. Форма колонок – прямая, U-образная, спиральная – определяется, как правило, размерами термостата. В качестве материала для изготовления таких колонок используются нержавеющая сталь, алюминий, реже стекло (рис. 17).

В газовой хроматографии колонки могут быть заполнены либо адсорбентом (газо-адсорбционный вариант), либо твердым носителем с нанесенной на него малолетучей жидкостью, называемой также *неподвижной жидкой фазой* (газо-жидкостный вариант). Насадочные колонки заполняются сорбентами в виде гранул, в капиллярных колонках сорбент находится на стенках капилляра (такие колонки называют открытые или полые) (рис. 18).



Рис. 18. Внешний вид (а) и строение (б) капиллярной колонки

Для капиллярных колонок существует дополнительная классификация в зависимости от типа неподвижной фазы и организации внутреннего пространства:

- колонки, содержащие на внутренних стенках капилляра пленку неподвижной жидкой фазы (Wall coated open tubular – WCOT);

- колонки, содержащие на внутренних стенках капилляра слой пористого адсорбента (Porous layer open tubular – PLOT);

- колонки, содержащие на внутренних стенках капилляра слой пористого адсорбента, пропитанный неподвижной жидкой фазой (Support coated open tubular – SCOT).

По геометрической структуре поверхности адсорбенты делят на 4 типа:

– непористые адсорбенты, удельная поверхность которых колеблется от сотых долей до сотен $\text{м}^2/\text{г}$ (графитированная термическая сажа, аэросил (мелкозернистый диоксид кремния), кристаллы солей);

– однородно макропористые адсорбенты, удельная поверхность которых составляет 25-50 $\text{м}^2/\text{г}$ (силохромы, полимерные сорбенты);

– однородно микропористые адсорбенты, удельная поверхность которых составляет порядка тысяч $\text{м}^2/\text{г}$ (молекулярные сита (цеолиты), углеродные молекулярные сита, сверхсшитые полистирольные сорбенты и др.);

– неоднородно пористые адсорбенты (различные силикагели, содержащие как широкие, так и узкие поры).

Таблица 5. Наиболее используемые неподвижные жидкие фазы

	Химический состав	Традиционное название НЖФ	Марки аналогичных капиллярных колонок различных производителей
←Полярность увеличивается	100% полидиметилсилоксан, углеводороды с большой молекулярной массой	Апиезон, ПМС-1000, OV-1	ZB-1, Rtx-1, Rtx-1 PONA, DB-1, SPB-1, SPB-1, SE-30, HP-1, HP-101, CP-Sil 5 CB
	5% - фенил - 95% - диметилполисилоксан	OV-5	ZB-5, Rtx-5, DB-5, SPB-5, PTE-5, SE-54, PTA-5, HP-5, BP5, BPX5, CP-Sil 8 CB, VF-5M, VF-5ms,
	35% - фенил - 65% - диметилполисилоксан	OV-11	ZB-35, Rtx-35, Rtx-35MS, DB-35ms, DB-35, MDM-35, SPB-35, SPB-608, HP-35, HP-35ms, AT-35, BPX35, BPX608,
	50% - фенил -50% - диметилполисилоксан	OV-17	ZB-50, Rtx-50, DB-17, DB-17ms, DB-17HT, SPB-17, SPB-50, HP-50+, BPX50, CP-Sil 24 CB

	Химический состав	Традиционное название НЖФ	Марки аналогичных капиллярных колонок различных производителей
	6% - цианопропилфенил -94% - метилполисилоксан	OV-6	ZB-624, Rtx-1301, Rtx-624, DB-1301, DB-624, DB-VRX, SPB-1301, SPB-624, HP-VOC, AT-624, AT-1301, BP624, CP-1301, CP-Select-624 CB,
	14% - цианопропилфенил -86% - метилполисилоксан	OV-1701	ZB-1701, Rtx-1701, DB-1701, SPB-1701, BP10, CP-Sil 19 CB
	Полиэтиленгликоль	ПЭГ-20М, Carbowax 20M	ZB-WAX, Rtx-WAX, Stabilwax-DB, DB-WAXetr , HP-INNOWax, CP-Wax 57 CB, DB-Wax, Supelco wax 10, HP-20M, Carbowax-20M, CP-Wax 52 CB
	Полиэтиленгликоль, модифицированный нитротерефталатом	OV-351	ZB-FFAP, DB-FFAP, SPB-100, HP-FFAP , BP21, CP-Wax 58 (FFAP) CB, CP-FFAP CB

$$Q = K \cdot C,$$

где Q – площадь пика определяемого компонента; C – концентрация определяемого компонента в анализируемой смеси; K – градуировочный коэффициент (коэффициент чувствительности детектора к определяемому компоненту).

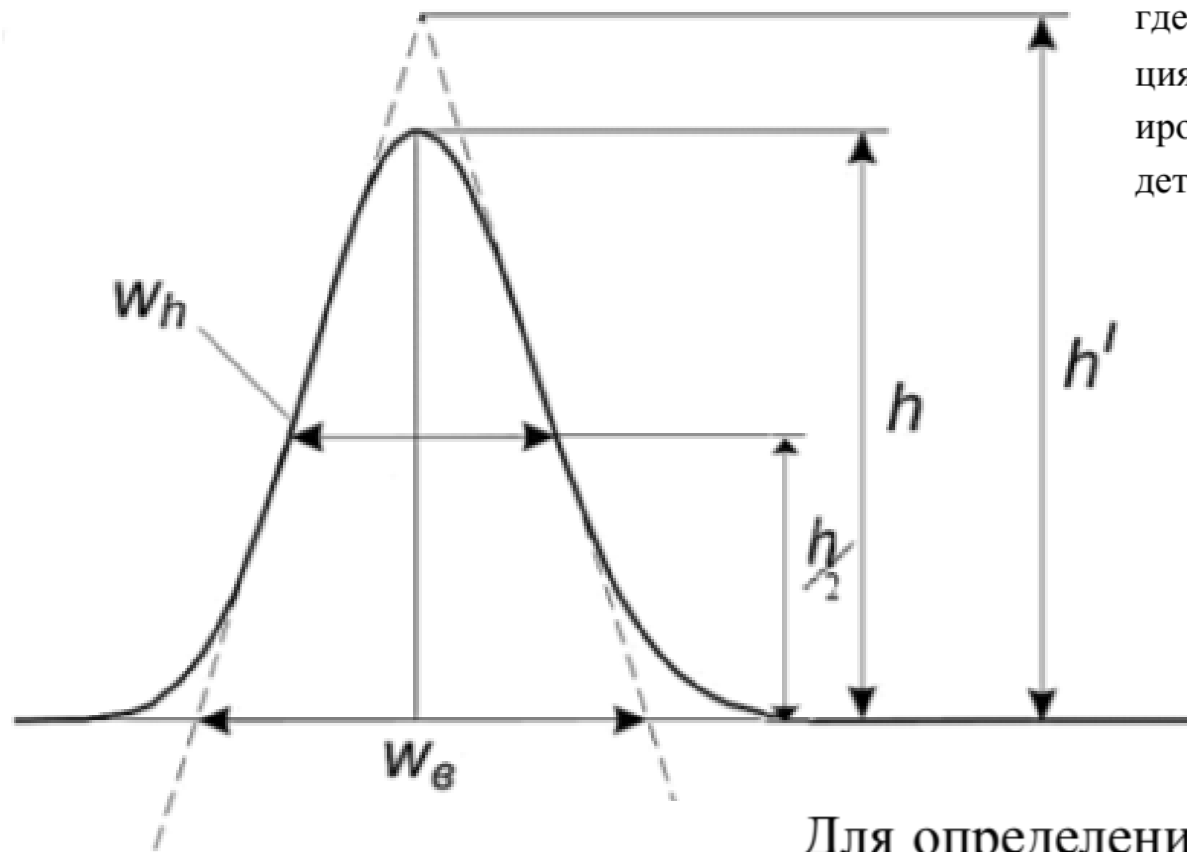


Рис. 6. Параметры
хроматографического
пика

Для определения количественного содержания анализируемого компонента в пробе используют следующие хроматографические сигналы:

h – высота пика (перпендикуляр, опущенный из максимума пика на продолжение нулевой линии);

Q – площадь пика, ограниченная его контуром и продолжением нулевой линии (рис. 6).

Вопросы для самоконтроля

- 1. Дайте определение хроматографии, расскажите о классификации хроматографических методов.
- 2. Какие процессы протекают при разделении веществ в хроматографической колонке?
- 3. Что характеризуют изотермы адсорбции, уравнения Ленгмюра, Генри?
- 4. Опишите основные параметры хроматограммы.
- 5. Хроматографические пики, их форма, причины размывания. Способы определения площади пиков.
- 6. Какими параметрами описывается эффективность колонки, как они рассчитываются из экспериментальных данных?

ЛИТЕРАТУРА

1. Лебедева М.И. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа: учеб. Пособие. Тамбов: Изд-во Тамб. гос. техн. ун-та, 2005. 216с.
2. Saloxiddinov A.T., Nishonov B.E., Razikova I.R., Yo'ldosheva CH.A. "Ekologiya" fanidan laboratoriya ishlarini o'tkazish bo'yicha uslubiy qo'llanma. TIQXMMI, Toshkent, 2016. 33b.
3. Инструментальные методы анализа: лаборатор. практикум: [учеб.-метод. пособие] / [В. И. Кочеров, И. С. Алямовская, Н. Е. Дариенко, С. Ю. Сараева Т. С. Свалова, А. И. Матерн]; под общ. ред. С. Ю. Сараевой; М-во образования и науки Рос. Федерации, Урал, федер. ун-т. - Екатеринбург : Изд-во Урал, ун-та, 2015. - 96 с. ISBN 978-5-7996-1385.
4. Химические и инструментальные методы анализа : учеб. пособие / С. Ю. Сараева, А. В. Иванова, А. Н. Козицина, А. И. Матерн ; под общ. ред. В. И. Кочерова ; М-во образования и науки Рос. Федерации, Урал. федер. унт. Екатеринбург : Изд-во Урал. ун-та, 2021. — 216 с.