

НИУ «Ташкентский институт инженеров ирригации и механизации сельского хозяйства»

## **дисциплина «Инструментальные методы анализа»**

### **ТЕМА**

**Газожидкостная хроматография: особенности хроматографического процесса и аппаратуры. Высокоэффективная жидкостная хроматография.**

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

# ПЛАН

- Газожидкостная хроматография:
- Особенности хроматографического процесса и аппаратуры.
- Высокоэффективная жидкостная хроматография.

# Общие сведения

- Газовая хроматография является одним из широко применяемых аналитических методов. Она реализуется в двух модификациях в зависимости от агрегатного состояния неподвижной фазы:
- 1 – газовая адсорбционная;
- 2 – газожидкостная.
- В первом случае неподвижной фазой является твердый сорбент, во втором – высококипящая жидкость, нанесенная в виде тонкой пленки на твердый сорбент. Анализируемое вещество в обоих случаях – газ. В практике лабораторного анализа широкое применение находит газожидкостная хроматография, которая была предложена в 1952 году английскими учеными А.Джеймсом и А.Мartiном.

ЖХ как метод была открыта в 1903 году русским ученым ботаником и физико-химиком М.С. Цветом, который использовал для разделения растительных пигментов на их составляющие колонки, заполненные порошком мела.

Позже, благодаря широкому изучению процессов кинетики и термодинамики разделения веществ, созданию оборудования, позволяющего осуществить непрерывный и автоматизированный контроль, появляется разновидность жидкостной хроматографии – **высокоэффективная хроматография (ВЭЖХ)**. Этому посвящено много работ Муре (Moore S.), Спаркмана (Sparkman D.H.), Хорвата (Horvath C.) и многих других ученых.

## **2.1. Высокоэффективная жидкостная хроматография**

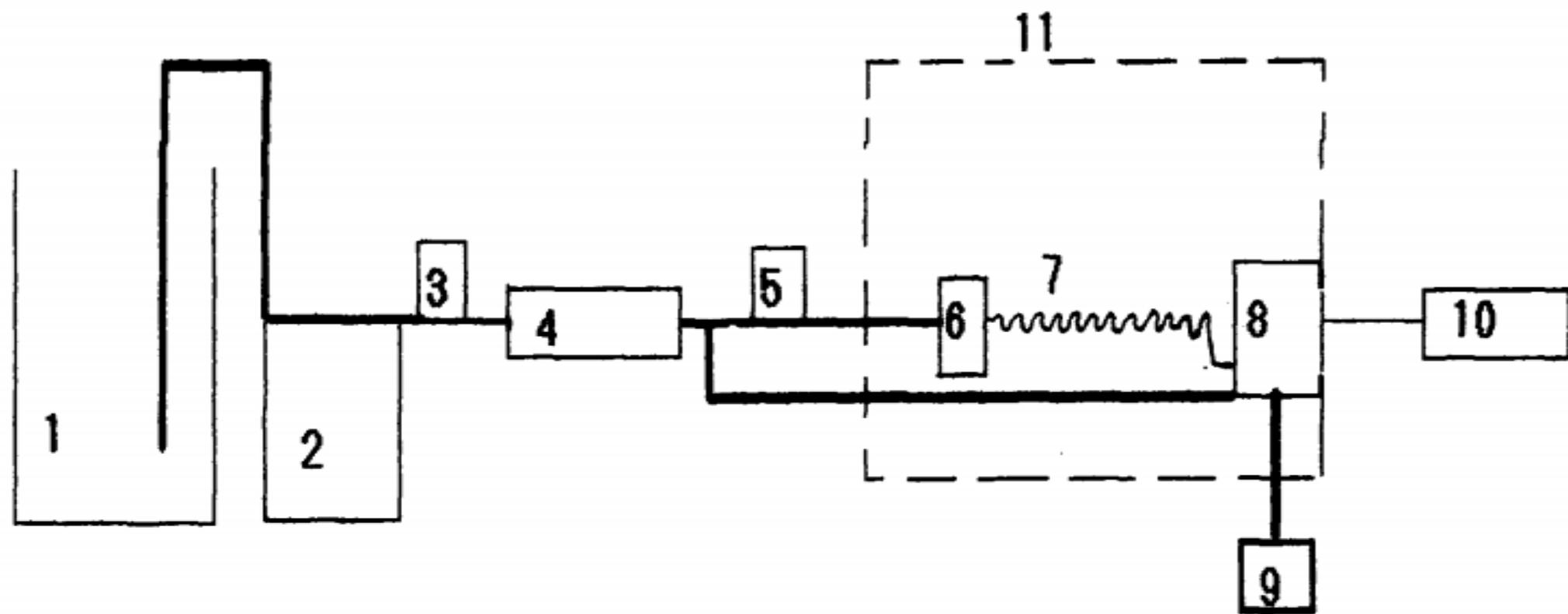
(жидкостная хроматография высокого давления)

Современная высокоэффективная жидкостная хроматография высокого давления, скоростная жидкостная хроматография начала развиваться в начале 70-х годов XX века. Разработка нового метода обуславливалась следующими обстоятельствами:

- необходимостью анализа высококипящих ( $>200^{\circ}\text{C}$ ) или неустойчивых соединений, которые не разделяются методом газовой хроматографии;
- необходимостью увеличения скорости разделения и повышения эффективности метода колоночной жидкостной хроматографии.

## Преимущества ВЭЖХ:

1. Возможность исследования практически любых объектов без каких-либо ограничений по их физико-химическим свойствам.
2. Большой диапазон молекулярных масс веществ, с которыми можно работать (от нескольких единиц до десятков миллионов), что существенно шире, чем в ГХ.
3. Мягкость условий ВЭЖХ, когда разделение можно проводить при температурах близких к комнатной, при отсутствии контакта с воздухом, делает ее особенно пригодной, а иногда единственным методом исследования лабильных соединений (БАВ и биополимеров).
4. Высокая эффективность разделения (которая составляет 200 000 т.т. на 1 м) существенно превосходит таковую в ГХ.
5. Экспрессность анализа: обычно разделение сложной смеси в ВЭЖХ занимает несколько минут.
6. Высокая чувствительность ВЭЖХ в ряде случаев превосходит чувствительность в ГХ, а высокоселективные детекторы позволяют определить микроколичества веществ в сложных смесях.
7. Возможность автоматизации разделения и анализа сложных смесей органических и неорганических веществ. В настоящее время в лабораториях имеются полностью автоматизированные хроматографы, которые дают возможность не только автоматически дозировать и проводить хроматографическое разделение целой серии образцов, но и оценивать хроматограммы с помощью предварительной градуировки.



**Рис. 25. Блок-схема хроматографа для жидкостной хроматографии при высоких давлениях**

1 – сосуд для элюента; 2 – насос или другой источник давления; 3 – предохранительный вентиль; 4 – демпфирующее устройство; 5 – манометр; 6 – устройство для ввода пробы; 7 – хроматографическая колонка; 8 – детектор; 9 – самописец; 10 – коллектор фракций; 11 – термостат.



внешний вид хроматографа «Милихром-5»

**Рис. 33. Внешний вид жидкостного хроматографа «HP 1100» фирмы «Hewlett Packard»**

## **Насос**

Жидкостный хроматограф имеет достаточно сложное градиентное устройство, обеспечивающее отбор элюентов из 2-3 емкостей в смеситель, затем в колонку, а также дозаторы, работающие при высоких давлениях.

Элюент должен подаваться в колонку при высоких давлениях, непрерывно и без пульсаций. Для аналитических работ (внутренний диаметр колонок до 5 мм) насосы должны обеспечивать подачу элюента со скоростью от 0,1 до 10 мл/мин при давлении примерно от 200 до 300-500 атм. В некоторых микроколоночных хроматографах применяются насосы сравнительно низкого давления (до 10-20 атм.)

# ПРИМЕНЯЕМЫЕ В НАСТОЯЩЕЕ ВРЕМЯ МЕТОДЫ АНАЛИЗА И ИССЛЕДОВАНИЯ

## Хроматографические



Высокоэффективная  
жидкостная  
хроматография  
(HPLC).



Тонкослойная  
хроматография  
(TLC).



Рентгенофлуоресцентный  
анализ



Спектрофотометрия  
в УФ и видимой  
области.



Газовая хроматография и хромато-  
масс-спектрометрия (GC; GC-MS)



## Химические



# Вопросы для самоконтроля

- Дайте определение метода газожидкостной хроматографии. Опишите основные узлы ГЖХ-хроматографа
- Дайте общую характеристику метода жидкостной хроматографии.
- Чем отличается ВЭЖХ от классической жидкостной хроматографии?
- Какова роль подвижной фазы в жидкостной хроматографии?

# 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.