

Ю.М. Серов, В.Ю. Конюхов, А.Ю. Крюков
З.В. Псху, К.Н. Жаворонкова

ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Учебное пособие

Москва
Российский университет дружбы народов
2011

УДК 543.5
ББК 24.471
С 32

У т в е р ж д е н о
*РИС Ученого совета
Российского университета
дружбы народов*

Рецензент –
зав. кафедрой аналитической химии РХТУ им. Д.И. Менделеева,
доктор химических наук, профессор *В.В. Кузнецов*

**Серов Ю.М., Конюхов В.Ю., Крюков А.Ю.,
Псху З.В., Жаворонкова К.Н.**
С 32 Хроматографические методы анализа: Учеб. пособие. –
М.: РУДН, 2011. – 218 с.: ил.

ISBN 978-5-209-03574-9

В пособии описаны теоретические основы и аппаратная реализация основных хроматографических методов анализа.

Пособие соответствует действующей программе курса «Хроматографические методы анализа» и предназначено для студентов инженерных и естественнонаучных специальностей.

ISBN 978-5-209-03574-9

ББК 24.471

© Серов Ю.М., Конюхов В.Ю., Крюков А.Ю., Псху З.В., Жаворонкова К.Н., 2011
© Российский университет дружбы народов, Издательство, 2011

ВВЕДЕНИЕ

По оценкам экспертов, хроматография относится к 20 выдающимся открытиям двадцатого столетия, которые в наибольшей степени преобразовали науку, а через неё определили уровень развития техники и промышленности, цивилизации в целом. По образному выражению А.А. Жуховицкого «Открытие хроматографии по значению можно сравнить с созданием микроскопа. Благодаря ей открылся новый, неизвестный ранее мир многих компонентов, примесей и микропримесей». В конце 100-летия своего развития хроматография представляет собой [6]:

- самый распространенный и совершенный метод разделения смесей атомов, изотопов, молекул, всех типов изомерных молекул, включая и оптические изомеры, макромолекул (синтетических полимеров и биополимеров), ионов, устойчивых свободных радикалов, комплексов, ассоциатов, микрочастиц;
- уникальный метод качественного и количественного анализа сложных многокомпонентных смесей:
- самостоятельное научное направление и важный физико-химический метод исследования;
- препаративный метод выделения веществ в чистом виде;
- мощную отрасль научного приборостроения.

Ни один аналитический метод не может конкурировать с хроматографией по универсальности применения и эффективности разделения самых сложных многокомпонентных смесей. На современных газохроматографических капилляр-

ных колонках в одном эксперименте могут быть разделены более 1000 индивидуальных компонентов, например, в бензиновых фракциях нефти; двумерный электрофорез позволяет увидеть до 2000 белков в биологических объектах или пептидов в гидролизатах белков. В комплексе с другими методами возможно разделение 1000 различных протеинов при исследовании мозговых опухолей. Только благодаря сочетанию разнообразных методов хроматографии и капиллярного электрофореза стала возможной расшифровка нуклеотидной последовательности ДНК и завершение работ по программе «Геном человека». Используя хроматографию, можно определить содержание супертоксикантов, в частности, полихлорированных диоксинов в объектах окружающей среды при крайне низких концентрациях этих веществ.

В последние годы возникло новое направление – энантиоселективный анализ компонентов пищи. По соотношению оптических изомеров аминокислот, оксикислот и некоторых иных соединений можно однозначно установить, является ли данный продукт натуральным или содержит синтетические имитаторы и добавки.

Хроматографический контроль важен при расследовании таких преступлений, как употребление наркотиков, неумышленные и умышленные отравления, злоупотребления лекарствами, а также при убийствах, пожарах, кражах, взрывах, авариях. Составлены обширные базы данных газохроматографических индексов удерживания веществ: морфина и его производных, кокаина, каннабиноидов, ЛСД, амфетаминов, различных лекарств и ядов и т.п.

Уникальная информация может быть получена при исследовании хроматографическим методом химической природы и свойств поверхности твердых тел: адсорбентов, катализаторов, полимеров, композиционных материалов, при изучении изменения структуры и свойств поверхности материалов в результате их термообработки, химического или адсорбционного модифицирования. Методом обращенной

газовой хроматографии изучены физические и фазовые переходы, имеющие место во многих полимерных материалах. Обращенная жидкостная хроматография дала наиболее надежные сведения о структуре пористых полимеров разной природы, силикагелей, оксидов титана и циркония, целлюлозы, каолинитов, катализаторов и т.д., – диаметр пор и распределение их по размерам.

Можно привести ещё множество примеров успешного применения хроматографии, круг решаемых ею задач и практическое использование непрерывно расширяются.

В связи с исключительной многогранностью явления хроматографии сложно дать ему краткое и ёмкое определение. Например, международная комиссия ИЮПАК (1993) сформулировала: «Хроматография – физический метод разделения, в котором разделяемые компоненты распределены между двумя фазами, одна из которых является неподвижной (стационарная или неподвижная фаза), в то время как другая (подвижная фаза) движется в определённом направлении». Это определение сводит хроматографию только к *физическому методу разделения*, а это сильно сужает область её применения. Действительно, в обращённой хроматографии не разделяют вещества, а исследуют неподвижную фазу. К тому же во многих видах хроматографии используют не только физические методы, но и химические.

Более полным на наш взгляд является определение, данное в [2]:

(А) *Хроматография – научная дисциплина (область науки), предметом изучения которой является образование, изменение и движение концентрационных зон соединений (частиц) исследуемого образца в потоке подвижной фазы,*

(В) *движущейся в условиях межфазного обмена относительно другой (неподвижной) фазы с сорбционными или (и) ситовыми свойствами или*

(С) *при селективном воздействии на компоненты исследуемой смеси одного или нескольких силовых полей.*

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	3
I. Историческая справка	6
II. Классификации методов хроматографии	8
 ГЛАВА 1. ГАЗОВАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ	17
 1.1. Аппаратурное оформление газового хроматографа и функционирование его систем	19
1.1.1. Газовая система хроматографа	20
1.1.2. Устройства для ввода пробы	23
1.1.3. Хроматографические колонки	26
1.1.4. Система термостатирования	29
1.1.5. Хроматографические детекторы	32
1.1.5.1. Классификации детекторов	33
1.1.5.2. Основные характеристики детекторов	40
1.1.5.3. Основные детекторы, применяемые в газовой хроматографии	47
1.1.5.4. Система обработки сигнала детектора	64
1.1.6. Неподвижная фаза	64
1.1.6.1. Неподвижная жидкая фаза (НЖФ)	65
1.1.6.2. Твердый носитель	75
1.1.6.3. Адсорбенты для хроматографии	81
 1.2. Элюционные характеристики, селективность и эффективность фазы (колонки)	86
1.2.1. Хроматографические пики	86
1.2.2. Элюционные характеристики	88
1.2.3. Эффективность колонки	93
1.2.4. Селективность фазы (колонки)	96

1.3. Теории газовой хроматографии	104
1.3.1. Скорость движения хроматографической зоны	105
1.3.2. Размывание хроматографических зон	108
1.4. Проведение качественного и количественного газо-хроматографического анализа	114
1.4.1. Качественный анализ	114
1.4.2. Количественный анализ	122
1.5. Применение хроматографии в физико-химических исследованиях	125
 ГЛАВА 2. ЖИДКОСТНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ	136
2.1. Колоночная жидкостная хроматография (КЖХ)	136
2.1.1. Адсорбционная и распределительная КЖХ	136
2.1.1.1. Конструктивные особенности аппаратуры для высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ)	136
2.1.1.2. Детекторы для ВЭЖХ	138
2.1.1.3. ВЭЖХ с градиентом состава растворителя	143
2.1.1.4. Неподвижная фаза ВЭЖХ	146
2.1.1.5. Теория разделения ВЭЖХ	152
2.1.2. Ионообменная хроматография	153
2.1.3. Эксклюзионная хроматография (гель-хроматография)	156
2.1.4. Аффинная хроматография	165
2.2. Планарная хроматография	169
2.2.1. Тонкослойная хроматография	169
2.2.2. Хроматография на бумаге	174
2.3. Универсальная (колоночная и планарная) хроматографии	177
2.3.1. Осадочная хроматография	177
 ГЛАВА 3. ПОЛЕВАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ	180
ЛИТЕРАТУРА	183
ОПИСАНИЕ И ПРОГРАММА КУРСА	185