



## Хроматографияның заманауи аспектілері

Лекция тақырыбы: Гибридті  
(көпөлшемді) әдістер

Минажева Гүлшарат Салауатқызы – педагогика  
ғылымдарының докторы, химия ғылымдарының  
кандидаты, АҚЖСЭТ кафедрасының профессоры

## **Масс-спектрометрия мен хроматографияның гибриді әдістері**

Бөлу әдістері аналитикалық химияда ерекше орын алады. Бізді қоршаған орта - бұл күрделі қоспалар әлемі, ал сандық талдаудың белгілі әдістері әдетте белгілі бір құрамдағы жеке заттарды немесе қоспаларды анықтауда ғана тиімді, оларды көп компонентті қоспаларды талдауда қолданудың мүмкіндігі шектеулі.

Соңғы жылдары бөлу және сандық анықтау әдістерін біріктіретін **гибриді әдістер** кеңінен қолданылуда.

Мұндай комбинацияның ең көрнекті мысалдарының бірі - **хроматты-масс-спектрометрия**, онда талданатын қоспаны алдымен газ немесе сұйық хроматографтарда жеке компоненттерге бөледі, содан кейін масс-спектрометрде сапасын сәйкестендіру және сандық анықтау жүргізіледі. Бұл әдістің дамуына ММУ ғалымдары үлкен үлес қосты (*Виктор Львович Талрозе (15.04.1922 — 22.06.2004) — кеңестік және ресейлік физик, масс-спектрометрия саласындағы маман, КСРО ҒА-ның корр мүшесі (1968).*

## Масс-спектрометрия мен хроматографияның гибриді әдістері

Гибриді талдау әдістері қоспаларды бөлу және компоненттерді анықтау (ашу) әдістерінің жиынтығынан тұрады. Көбінесе ол бір аналитикалық құрылғыда жүзеге асырылады. Гибриді талдау әдістеріне, мысалы, газ хроматографиясы, сұйық хроматография, иондық хроматография, яғни жалпы хроматографиялық - масс-спектрометрия жатады, бұл ретте хроматографиялық колонкада (бағанда) оқшауланған компоненттер әртүрлі детекторлардың көмегімен анықталады.

Сондай-ақ металл иондарының экстракциялық оқшаулануы, содан кейін оларды физика-химиялық немесе физикалық әдістермен - атомды-абсорбциялық, полярографиялық, фотометриялық және т. б. талдау әдістерімен біріктіреді.

**Көпөлшемді хроматография** (*Comprehensive chromatography*) - бұл үлгі бірнеше бөлу кезеңдерінен өтетін процесс. Көпөлшемді хроматографияның қарапайым түрі - **екі өлшемді хроматография**, онда үлгі бірінен кейін бірі орналасқан әртүрлі ұзындықтағы және қозғалмайтын фазасы әртүрлі екі колонкада (бағанда) бөлінеді. Бұл әдіс хроматографиялық талдау мүмкіндіктерін едәуір кеңейтеді. Сондай-ақ, дәстүрлі бір өлшемді хроматография арқылы бұрын анықталмаған жеке қосылыстарды анықтауға мүмкіндік береді.

Алғаш рет **көпөлшемді ГХ жүйесі** өткен ғасырдың 60-жылдарында винилхлоридтегі қоспалардың өте аз мөлшерін анықтау үшін қолданылған (*винилхлорид поливинилхлоридті (ПВХ) жасау үшін қолданылады, ал ПВХ әртүрлі пластмасса бұйымдарын (соның ішінде құбырлар, сымдар мен кабельдер мен орауыш материалдар) жасау үшін қолданылады*). Аспап жасау саласындағы жетістіктердің арқасында бүгінде ГХ/ГХ МС және ВЭЖХ/МС көпөлшемді аралас жүйелер қолданылады.

Көпөлшемді хроматография күрделі матрицалы үлгілерді (*мұнай өнімдері, косметикалық және парфюмерлік өнімдер, дәрілік заттар, Тамақ өнімдері, тағамдық қоспалар, парфюмерлік композициялар, қоршаған орта объектілеріндегі улы қосылыстар*) сапалық және сандық талдау үшін қолданылады.

Қазіргі уақытта ВЭЖХ қолданып жүргізілетін **көпөлшемді эксперименттік әдіс** енді ғана дами бастады, ал, газ хроматографиясында осы сияқты әдістер мен көп өлшемді (*multidimensional*) әдістер бұрыннан қолданылып келеді.

Көп өлшемді (*қарапайым жағдайда - екі өлшемді, 2D*) әдіс идеясы үлгілерді бірнеше хроматографиялық колонкаларда (бағандарда) жүйелі түрде бөлу болып табылады.

Сұйық хроматографияда көпөлшемді бөлуді қолдану кем дегенде үш мақсатқа қызмет етуі мүмкін:

- жоғары тиімділіктегі тазалау және хроматографиялық үлгіні бөлу;
- хроматографиялық бөлінудің ажыратымдылығын (шыңдардың тығыздығы) оның көп өлшемділігіне байланысты бірнеше есе арттыру;
- Көпөлшемді изократиялық элюцияны қолдана отырып, градиентті элюирлеудің эмуляциясы (имитациясы) (*хроматографиядағы барлық хроматографиялық экспериментті жүргізу үшін бір құрамды элюентті қолдану режимі изократиялық элюирлеу деп аталады*).

"Эмуляция" сөзі басқа жүйенің, процестің немесе құрылғының көмегімен бір жүйенің, процестің немесе құрылғының функционалдығын немесе сипаттамаларын имитациялауды немесе қамтамасыз етуді білдіреді. Информатика, электроника немесе химия сияқты ғылыми және техникалық салалар контекстінде эмуляция қандай да бір құрылғының немесе процестің жұмысын қайталайтын бағдарламалық жасақтама немесе аппараттық құрал жасауды білдіруі мүмкін.

Мысалы, информатикада эмуляцияны нақты аппаратураға немесе Бағдарламалық жасақтамаға ұқсас виртуалды ортаны құру үшін қолдануға болады. Бұл нақты жабдықты зақымдау қаупінсіз жаңа қолданбаларды сынау немесе әзірлеу үшін пайдалы болуы мүмкін.

Хроматография контекстінде эмуляцияны көп өлшемді изократиялық элюирлеу сияқты қол жетімді немесе күрделілігі төмен әдістерді қолдана отырып, градиентті элюирлеу процесін қамтамасыз ету үшін қолдануға болады. Бұл градиентті элюирлеу сипаттамаларын баламалы әдістерді қолдана отырып модельдеуге немесе эмуляциялауға мүмкіндік береді, бұл белгілі бір жағдайларда пайдалы болуы мүмкін, мысалы, ресурстар немесе жабдықтың қол жетімділігі шектеулі болғанда.

**ВЭЖХ жүйесі** хроматографиялық бөлудің ажыратымдылығын (шыңның ең жоғары тығыздығын) бірнеше есе арттыруға арналған. Шын мәнінде, дәл осындай жүйелерді көп өлшемді деп атауға болады. Екі өлшемді жүйелерде бірінші бағаннан элюаттың тар фракциялары екінші бағанға үздіксіз, бірінен соң бірі енеді. Екінші баған әдетте қысқа, яғни таралуды жылдам қамтамасыз етеді. Егер екінші бағандағы хроматографиялық бөліну уақыты келесі фракцияның іріктеу уақытынан асып кетсе, онда екінші бағанның бірнеше (бірдей) көшірмелері қажет.

Құрылғы автоматтандырылуы керек:

- фракцияларды еркін кондиционерленетін бағандарға таратып бөлу;

- циклде пайдаланылатын бағандарды кондиционерлеу (бағанды жүйеде адсорбциялық тепе-теңдік орнағанға дейін жаңа жылжымалы фазада ұстап тұру);

- бөлу жүргізілетін бағандардан деректерді алу және т. б.

Сондай-ақ, **ВЭЖХ жүйесі** сәйкесінше мамандандырылған бағдарламалық жасақтама (ПО) арқылы басқарылуы керек. Сонымен қатар, деректерді өңдеуге арналған бағдарламалық жасақтама мамандандырылған болуы керек және екі өлшемді шыңдармен жұмыс істеуге мүмкіндік беруі керек (*көп арналы анықтау кезінде – үш өлшемді*).

Осылайша, екі өлшемді ВЭЖХ жүйесін жеке бөлшектерді ауыстыру арқылы әртүрлі стандартты блоктардан жинау мүмкін емес (*кез келген басқа жүйелер сияқты*). Бұл аналитикалық жабдық шығаратын компаниялар шығаратын жеке тұтас құрылғы.



## Көпөлшемді жүйе ЖХ/ЖХ, ЖХ/ЖХ-МС Nexura-e



Көп компонентті үлгілерді және күрделі матрицалық объектілерді талдауға арналған екі өлшемді сұйық хроматография жүйесі. Көпөлшемді жүйе ГХ/ГХ-МС MDGC-2010 жүйесі жетілдірілген пневматикалық қосқыш арқылы бірнеше ағындарды ("хроматографиялық шыңдарды кесу", "Multiple-heart-cutting") ауыстырып қоса алатын инновациялық Dins технологиясын пайдаланады.

## Көпөлшемді жүйе ВЭЖХ -ГХ/ГХ-МС/МС 5D Ultra-e



5 өлшемді 5D Ultra-e аналитикалық жүйесі (5 өлшемді LC-гсхгс-MS/MS хроматографиясы) the analytical Scientist Innovation Award 2015 сыйлығын жеңіп алды.



**СҰРАҚТАР ???**