



# ХРОМАТОГРАФИЯНЫҢ ЗАМАНАУИ АСПЕКТИЛЕРІ

## Хроматографиялық талдаудағы қоспа әдісі

**Минажева Гүлшарат Салауатовна – химия ғылымдарының кандидаты, педагогика ғылымдарының докторы, АКХжСЭТ кафедрасының қауымдастырылған профессоры**

# Қоспа әдісі

- Матрицаның әсерін жоюға мүмкіндік береді
  - Матрицалық эффект – талданатын заттың өзінен басқа үлгінің кез келген сипаттамасынан туындаған аналитикалық сигналдың өзгеруі.
  - Матрицалық әсерге байланысты әрбір үлгіге жеке калибрлеу қажет.

# Қоспа әдісі

Хроматографиядағы матрицаның әсері талданатын матрицада болуы мүмкін үлгі компоненттерінің талдау процесіне әсерін білдіреді. Бұл әсер талдаудың сапасы мен дәлдігіне теріс әсер етуі мүмкін, әсіресе хроматография сияқты сезімтал талдау әдістерін қолданғанда.

Матрицаның әсері мынадай болуы мүмкін:

- Сигналды басу: матрицаның кейбір компоненттері талданатын қосылыстардың сигналдарын басуы мүмкін, бұл олардың концентрациясын бағаламауға әкеледі.
- Бөлудің нашарлауы: матрицаның болуы талданатын қосылыстарды бөлу процесін қиындатуы мүмкін, әсіресе матрицада жақын қасиеттері бар Аналитикалық компоненттер болса.
- Фонды өзгерту: Матрица фондық сигналға өзгерістер енгізе алады, бұл талдаушыларды анықтауды қиындатады және шу деңгейін жоғарылатады.
- Бөліп алудың қиындықтары: матрицадан анализдерді бөліп алу және шоғырландыру талдауға кедергі келтіретін көптеген компоненттердің болуына байланысты қиын болуы мүмкін.

Матрицаның әсерін басқару үшін алдын ала тазарту, үлгіні сұйылту, экстракция және матрицаның талдау нәтижелеріне әсерін азайтуға бағытталған басқа әдістер сияқты әртүрлі үлгіні өңдеу әдістері қолданылады.

Нәтижелердің дәлдігі мен қайталануын қамтамасыз ету үшін матрицаның әсерін ескере отырып, талдау әдістерін стандарттау және калибрлеу жиі қолданылады.

# Матрицалық эффект

- Талданатын заттарды әртүрлі үлгілерден экстракциялаудағы тиімділіктің бір бірінен өзгеше болуы
- Матрицалық құрамдас бөлікті ұстап тұру кезіндегі элюирлеуге байланысты талданатын зат шыңының ауданының ұлғаюы
- Үлгіні дайындау немесе талдау кезінде талданатын затты матрицалық компонентпен химиялық түрленуі
- Анализдің хроматографиялық әдістерін қолданғанда матрицаның талдау сатысындағы әсері минималды болады

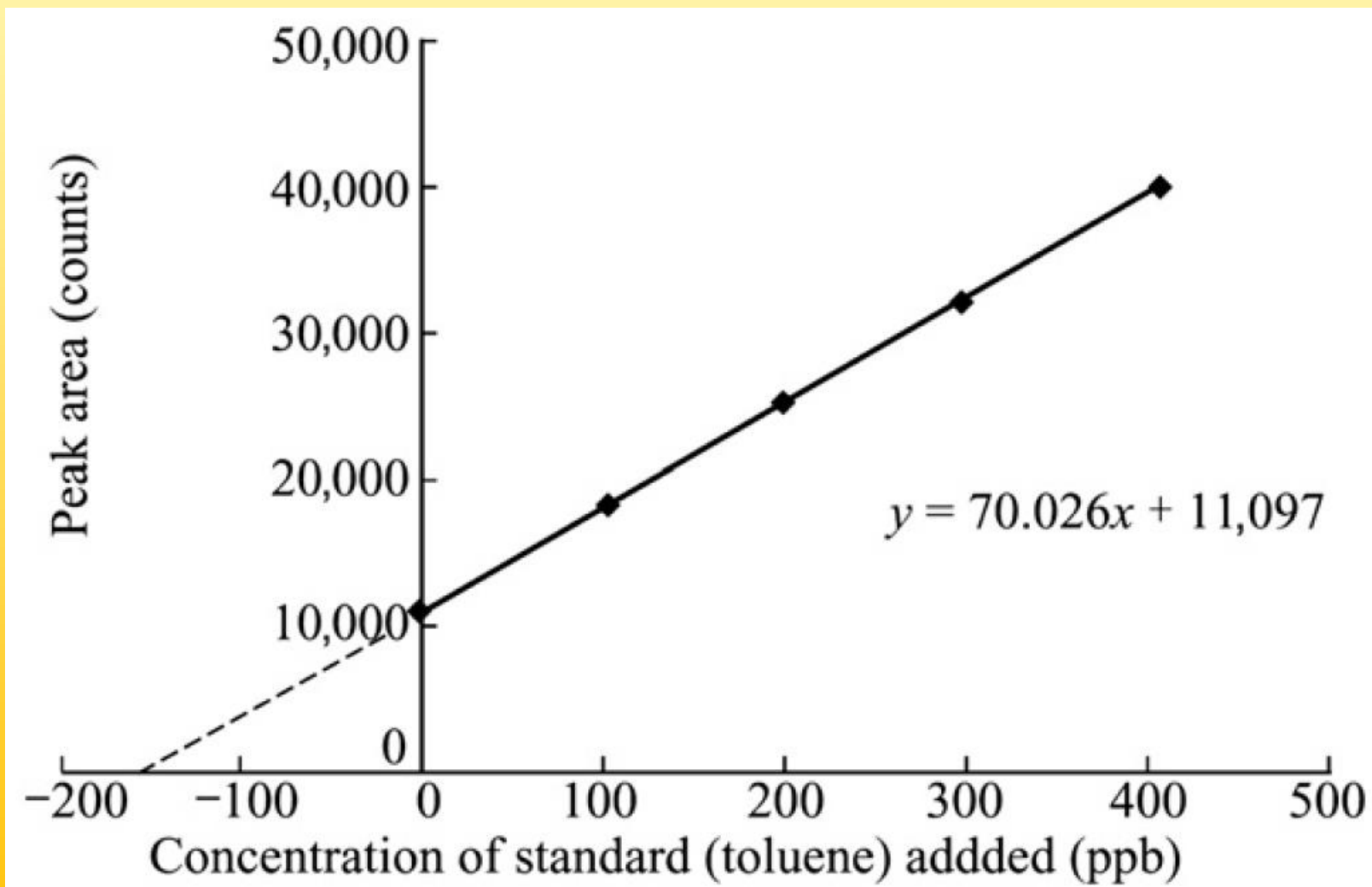
# Бір үлгіні қоспа әдісімен талдау

- Үлгіні мұқият орташалап және одан 5-6 параллель үлгіні алынады
- Талданатын заттың әртүрлі концентрациясы бар 4-5 калибрлеу ерітіндісін дайындайды
- Параллель үлгілердің әрқайсысына сәйкес стандарттың бірдей көлемін енгізеді
- Әр түрлі қоспалары бар аналит үлгілерін талдау
- Әр үлгідегі аналиттің ( $S_a$ ) сигналын тіркеу

# Бір үлгіні қоспа әдісімен талдау

- Әр түрлі қоспалары бар үлгілерді талдау нәтижелері бойынша тәуелділік қисығын тұрғызу  $S_a = f(C_{\text{доб.}})$
- Алынған тәуелділік бойынша талданатын үлгідегі аналиттің концентрациясын есептеу

# Қоспа әдісімен анықтау



# Мысал

Ағынды судың үлгісінен қатты фазалы микроэкстракция, газды хромато-масс-спектрометрия және қоспалар әдісін қолдана отырып, стирол құрамы талданады. Ол үшін 6 виал-ға 1,00 мл талданатын үлгі және 50; 100; 200; 500; 1000 және 2000 мкг/л концентрациясында дистилденген суда 10,0 мкл стирол ерітінділері енгізілді. Стирол шыңдарының ауданы 6,23; 7,44; 9,46; 15,5; 25,5 және 45,3 ш.б. талданған үлгідегі стирол концентрациясын есептеңіз.

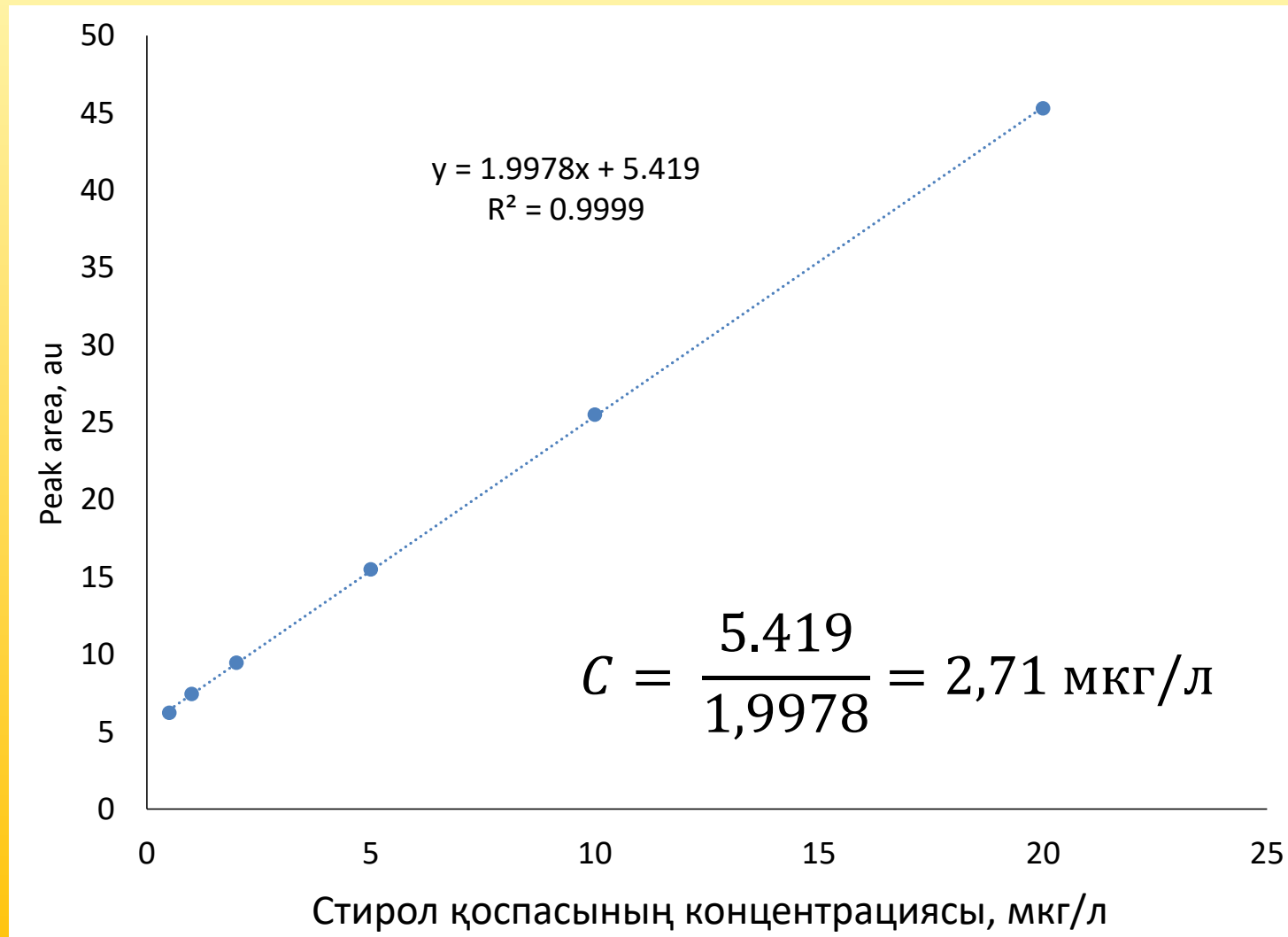


# Концентрацияны есептеу жолдары

№ ... үлгі	Үлгі көлемі, мл	Қоспа көлемі, мкл	Қоспадағы аналит концентрация сы, мкг/л	Аналит үлгісіндегі қоспа концентрациясы, мкг/л
1	1,00	10,0	50	0,50
2	1,00	10,0	100	1,00
3	1,00	10,0	200	2,00
4	1,00	10,0	500	5,00
5	1,00	10,0	1000	10,0
6	1,00	10,0	2000	20,0

$$C_1 V_1 = C_2 V_2$$

# Калибрлеу



# MS Excel –дегі есептеулер

C ad, mg/L	S, au			Slope	Intercept		
0.50	6.23		Value	1.998	5.419		
1.00	7.44		SD	0.0	0.1		
2.00	9.46		R2	0.9999	0.1	Sy	
5.00	15.5		RSD %	0.4	1.3		
10.00	25.5		C mg/L	2.71	1.3	0.04	
20.00	45.3						

# Талдау әдістерін салыстыру

Талдау әдісі	Артықшылықтары	Кемшіліктері
Сыртқы стандарт	<ul style="list-style-type: none"><li>Қарапайым</li><li>Арзан</li><li>Жылдам (тез)</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>Төмен дәлдік</li><li>Төмен дәлдік</li><li>Төмен сенімділік</li></ul>
Ішкі стандарт	<ul style="list-style-type: none"><li>Матрицаның әсерін қоса алғанда, талдау және сынама дайындау барысында барлық қателіктерді бақылау</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>Ішкі стандарт таңдаудың қиындығы</li></ul>
Изотопты сұйылту	<ul style="list-style-type: none"><li>Жоғары дәлдік пен дәлдік</li><li>Ішкі стандарт әдісіне ұқсастық</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>Изотоптық таңбаланған стандарттардың жоғары құны</li></ul>
Қоспа әдісі	<ul style="list-style-type: none"><li>Матрица эффектін бақылау</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>Еңбек және уақыт шығыны</li><li>Әрбір үлгіні талдау үшін кемінде 5 талдау жасау қажет</li></ul>

# Дәлдікті арттыру бойынша ұсыныстар

- Хроматографиялық талдау әдістерін қолдану.
- Таңдамалы детекторлар қолдану (МС).
- Ішкі стандарт әдісін қолдану.
- Үлгіні дайындауды азайту және жеңілдету.
- Өте маңызды үлгілерді талдауда және матрицалық әсерді анықтауда қоспа әдісін қолдану.

# Маңызды дағдылар

- Талдаудың мейлінше тиімді әдістемесін таңдау.
- Әр кезеңнің белгісіздігін бағалау.
- Белгісіздіктің негізгі көздерін анықтау.
- Оларды жоюдың тиімді әдісін таңдау.
- Дәл концентрациясы бар ерітінділерді дайындау

## Өз бетінше шығаруға мысал есеп:

Шарап үлгісі сорбин қышқылының құрамына ішкі стандарт бойынша калибрлеуді қолдана отырып, диодты матрицалық анықтау арқылы сұйық хроматография әдісімен талданды. Ішкі стандарт ретінде кофеин ерітіндісі қолданылды, әр үлгіге оның 100 мг/л концентрациясы қосылды. 1, 3, 5, 10, 30, 50 мг / л сорбин қышқылының шыңдарының мынадай мәндерін көрсетті: 238, 672, 1064, 2046, 6255, 12674 ш. б. осы үлгілер үшін кофеин шыңдарының аудандары 4968, 4670, 4447, 4223, 4372, 5266 ш.б. құрады. Талданатын үлгідегі сорбин қышқылының концентрациясын оны талдау нәтижелері бойынша талданатын заттың шыңдары мен ішкі стандарт сәйкесінше 4704 және 4652 ш.б. болғанда анықтаңыз.



**СҰРАҚТАР ???**