



## **Современные аспекты хроматографии**

### **Лекция на тему: Гибридные (многомерные) методы**

**Минажева Гүлшарат Салауатовна – доктор педагогических  
наук, кандидат химических наук, профессор кафедры  
АКХиТРЭ**

## Гибридные методы масс-спектрометрии и хроматографии

Методы разделения занимают особое место в аналитической химии. Окружающий нас мир - это мир сложных смесей, а известные методы количественного анализа обычно эффективны только для определения отдельных веществ или смесей определенного состава, их применение при анализе многокомпонентных смесей ограничено.

В последние годы получили широкое распространение **гибридные методы**, сочетающие в себе методы разделения и количественного определения. Одним из наиболее ярких примеров такой комбинации является **хромато-масс-спектрометрия**, при которой анализируемую смесь сначала разделяют на отдельные компоненты на газовом или жидком хроматографе, а затем проводят качественную идентификацию и количественное определение на масс-спектрометре. Большой вклад в развитие этого метода внесли ученые МГУ (*Виктор Львович Тальрозе (15.04.1922 — 22.06.2004) — советский и российский физик, специалист в области масс-спектрометрии, член-корр. АН СССР (1968)*).

## Гибридные методы масс-спектрометрии и хроматографии

**Методы гибридного анализа** основаны на сочетании методов разделения смесей и определения (вскрытия) компонентов. Чаще всего осуществляется на одном аналитическом устройстве. К гибридным методам анализа относятся, например, *газовая хроматография, жидкостная хроматография, ионная хроматография, хроматографо-масс-спектрометрия*, при этом выделенные в хроматографической колонке компоненты, определяются с помощью различных детекторов, а также экстракционное выделение ионов металлов с последующим их сочетании с физико-химическим или физическим методами - атомно-абсорбционным, полярографическим, фотометрическим и др. методами анализа.

**Многомерная хроматография** (*Comprehensive chromatography*) - это процесс, при котором образец проходит несколько стадий разделения. Простейшим видом многомерной хроматографии является **двухмерная хроматография**, при которой образец постепенно делится на двух колонках с разной длиной и с разной фазой неподвижности. Этот метод значительно расширяет возможности хроматографического анализа. Также позволяет идентифицировать отдельные соединения, которые ранее не могли быть идентифицированы с помощью традиционной одномерной хроматографии.

Впервые многомерная система ГХ была использована в 60-годах прошлого века для определения очень небольшого количества примесей в винилхлориде (*Винилхлорид используется для изготовления поливинилхлорида (ПВХ), а ПВХ используется для изготовления различных пластмассовых изделий (в т.ч. труб, оболочек проводов и кабелей и упаковочных материалов)*). Благодаря достижениям в области приборостроения сегодня применяются комбинированные многомерные системы ГХ/ГХ МС и ВЭЖХ/ГХ.

Многомерная хроматография используется для качественного и количественного анализа образцов со сложной матрицей (нефтепродукты, косметическая и парфюмерная продукция, лекарственные средства, пищевые продукты, пищевые добавки, парфюмерные композиции, токсичные соединения в объектах окружающей среды).

В настоящее время **многомерный метод** экспериментов с использованием ВЭЖХ только начали развиваться - а в газовой хроматографии аналогичные методы и многомерные (*multidimensional*) методы уже давно используются.

Идея многомерного (в простейшем случае - двумерного, 2D) метода заключается в систематическом разделении образцов на несколько хроматографических колонок.

Использование многомерного разделения в жидкостной хроматографии может служить как минимум трем целям:

- высокоэффективная очистка и хроматографическое разделение пробы;

- в несколько раз увеличить разрешающую способность хроматографического разделения (пиковую плотность) за счет его многомерности;

- Эмуляция (имитация) градиентного элюирования с использованием многомерного изократического элюирования (режим в хроматографии с применением элюента одного состава для проведения всего хроматографического эксперимента называется изократическим элюированием).

Слово "эмуляция" обозначает имитацию или воспроизведение функциональности или характеристик одной системы, процесса или устройства с помощью другой системы, процесса или устройства. В контексте научных и технических областей, таких как информатика, электроника или химия, эмуляция может означать создание программного или аппаратного обеспечения, которое повторяет работу какого-то устройства или процесса.

Например, в информатике, эмуляция может использоваться для создания виртуальной среды, которая ведет себя аналогично реальной аппаратуре или программному обеспечению. Это может быть полезно для тестирования или разработки новых приложений без риска повреждения реального оборудования.

В контексте хроматографии, эмуляция может использоваться для воспроизведения процесса градиентного элюирования с использованием более доступных или менее сложных методов, таких как многомерное изократическое элюирование. Это позволяет моделировать или эмулировать характеристики градиентного элюирования, но с использованием альтернативных методов, что может быть полезно в определенных ситуациях, например, при ограниченных ресурсах или доступности оборудования.

**Система ВЭЖХ**, предназначена для увеличения разрешающей способности (пиковой плотности) хроматографического разделения в несколько раз. На самом деле, именно такие системы можно назвать **многомерными**. В двумерных системах узкие фракции элюата из первой колонки непрерывно, одна за другой, поступают во вторую колонку. Вторая колонка, как правило, короткая, т.е. обеспечивает быстрое распределение.

Если время хроматографического разделения во второй колонке превышает время отбора пробы следующей фракции, то требуется несколько (одинаковых) копий второй колонки.

Прибор должен быть автоматизирован:

- перераспределение фракций в свободно кондиционируемые колонки;
- кондиционирование колонок (*выдерживание колонки в новой подвижной фазе до момента установления адсорбционного равновесия в системе*), используемых в цикле;
- получение данных из колонок, в которых производится распределение и т.д.

Также **система ВЭЖХ** должна управляться, соответственно, через специализированное программное обеспечение (ПО). Кроме того, ПО для обработки данных должно быть специализированным и позволять работать с двумерными пиками (*при многоканальном детектировании – трехмерным*). Таким образом, двумерную систему ВЭЖХ нельзя собрать из разных стандартных блоков путем переключения колонок (*как и любые другие системы*). Это персональный инструмент, выпускаемый компаниями, производящими аналитическое оборудование.

## Многомерная система ЖХ/ЖХ, ЖХ/ЖХ-МС Nexura-e



Система двумерной жидкостной хроматографии для анализа многокомпонентных образцов и сложных матричных объектов.

В многомерной системе ГХ/ГХ-МС MDGC-2010 используется инновационная технология Dins с переключением нескольких потоков («хроматографическая резка пиков», «Multiple-heart-cutting») с помощью усовершенствованного пневматического переключателя.

## Многомерная система ВЭЖХ -ГХ/ГХ-МС/МС 5D Ultra-e



5-мерная аналитическая система 5D Ultra-e (5-мерная хроматография LC-GCxGC-MS/MS) получила награду The Analytical Scientist Innovation Award 2015.



**ВОПРОСЫ ???**