

Нове физикохемијске методе

Гасна хроматографија

Мирослав Ристић
Maj 2020

Увод

Хроматографија: Михаил Цвет, 1903. године раздвојо смешу биљних пигмената испирајући их петрол етром низ цев (колону) густо пуњену са CaCO_3 .

1940-1960: Период даљег значајног развоја технике (Мартин и Синц, Нобелова награда за хемију 1952.) у току кога се развија гасна хроматографија.

Хроматографија:

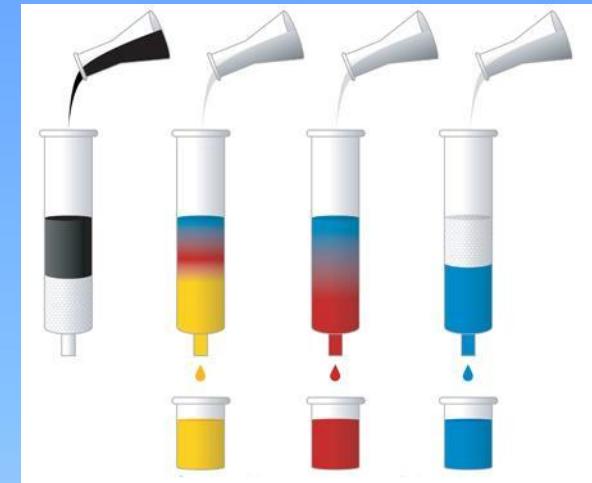
Аналитичка / Препартивна

Колонска / Неколонска

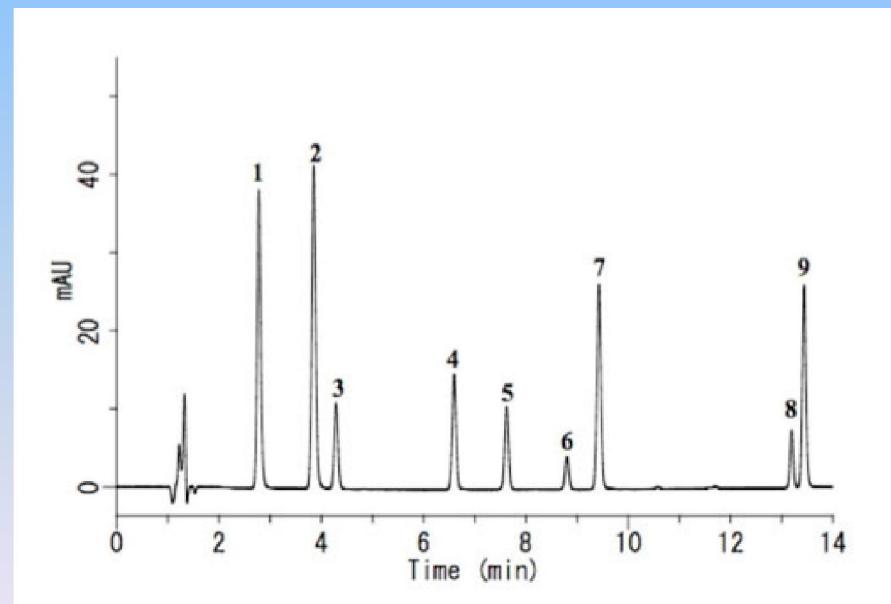
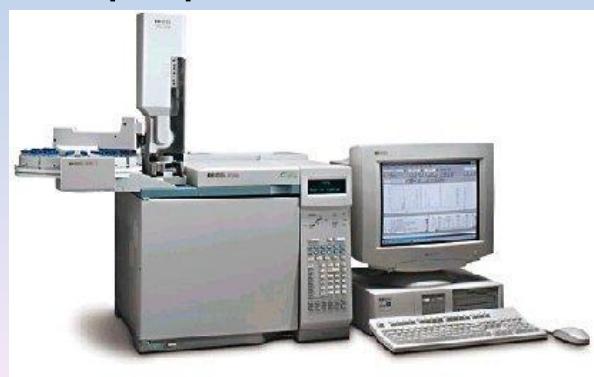
Гасна / Течна

Основни појмови у хроматографији

- Аналит
- Елуент – оно што носи (испира) анализ
- Покретна фаза: анализ + елуент
- Непокретна фаза
- Хроматографска колона
- Ефлуент



- Ретенционо време
- Мртво време
- Детектор
- Хроматограм
- Хроматограф



Шта је гасна хроматографија (ГХ)?

Врста хроматографије у којој је елуент гас (најчешће He, Ar и N₂ чистоће бар 99,995% без присуства воде и кисеоника) а узорак је или гас или течност ниске тачке кључања која се загревањем може превести у гас, под условом да не дође до термичког разлагања њених компоненти.

ГХ анализом могу бити обухваћене и термички нестабилне компоненте смеше ако се претходно подвргну хемијској реакцији у току које се преводе у стабилне деривате ниже тачке кључања. Овај поступак зове се дериватизација.

Дериватизација треба да је квантитативна, брза и селективна. Најчешће подразумева супституцију функционалних група, а може се обавити и у циљу боље детекције одређеном врстом детектора.

Врсте интеракција у ГХ

АДСОРПЦИЈА, АДСОРПЦИОНА (ГАСНО – ЧВРСТА)

ХРОМАТОГРАФИЈА

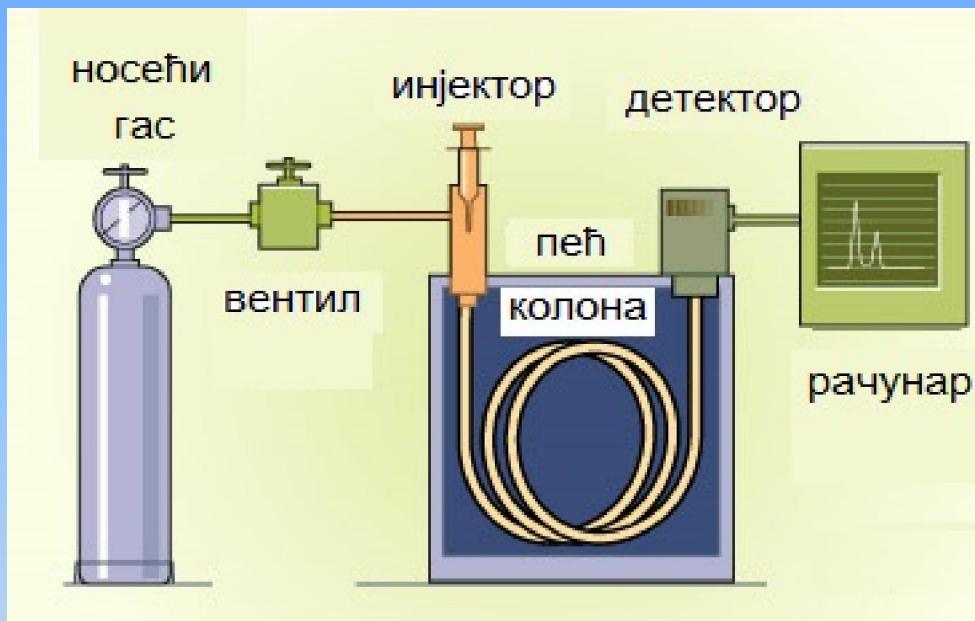
Непокретна фаза је чврста, компоненте узорка раздвајају се према различитој тежњи да се адсорбују на површину чврсте непокретне фазе (константа адсорпционо-десорпционе равнотеже).

РАСТВАРАЊЕ, ПАРТИЦИОНА (ГАСНО – ТЕЧНА)

ХРОМАТОГРАФИЈА

Непокретна фаза је течна, компоненте узорка раздвајају се према различитој тежњи да се растварају у течној непокретној фази (кофицијент расподеле). Непокретна фаза је тешко испарљива течност нанета на унутрашњост колоне (код капиларних колона) или је нанета на грануле чврсте фазе (код пакованих колона). Те грануле зову се носач.

Шема гасног хроматографа



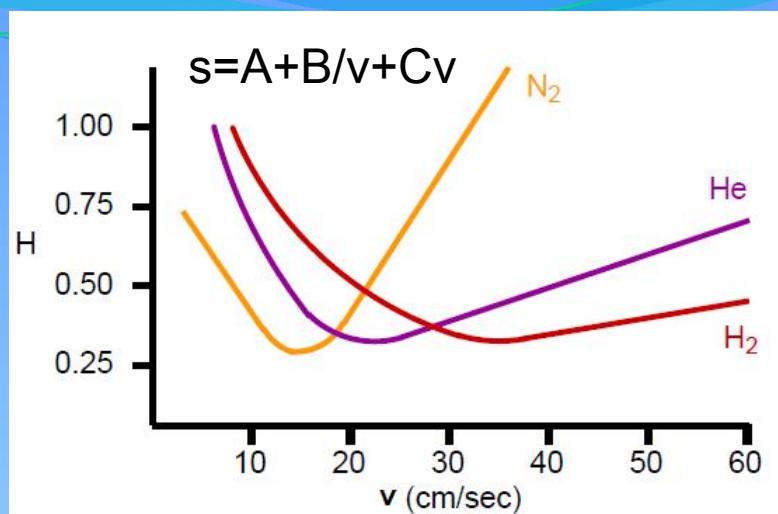
Инјектор служи за унос узорка на пут носећем гасу и даље у колону.

Колона је простор у коме компоненте узорка интерагују са непокретном фазом и раздвајају се.

Пећ служи да одржава колону на жељеној температури (до 400°C). Инјектор и детектор могу бити загрејани како не би дошло до кондензације на њима.

Проток носећег гаса

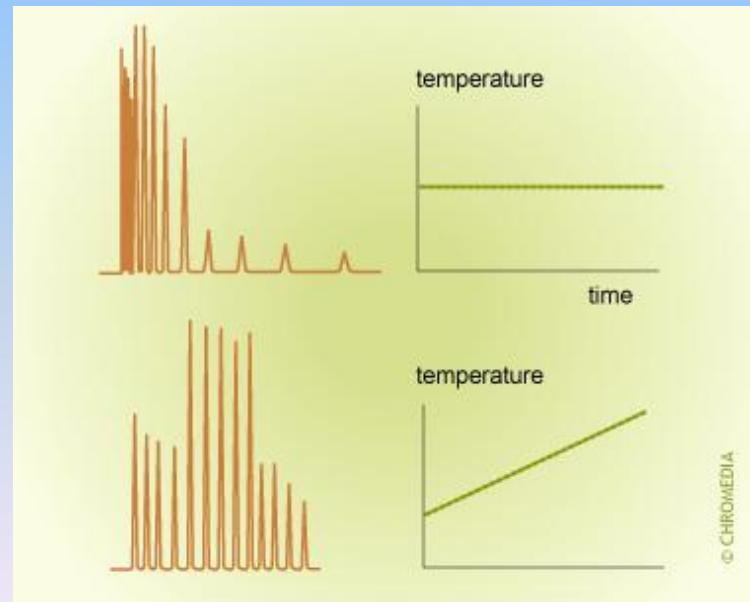
Притисак се подешава тако да брзина кроз колону обезбеди уске пикове (максимум теоријских подова) у складу са Ван Демтеровом једначином.
Протоци: $\sim \text{ml} / \text{min}$



Радни режими у ГХ

1. Изотермски режим
2. Температурски градијентни режим

При низким Т елуирају се испарљивије компоненте, при вишим теже испарљиве. Чест нежељени ефекат: подизање базне линије због испарања непокретне фазе.



Аутосамплер

Аутоматизован уређај који замењује експериментатора и доводи узорак по узорак са палете у инјектор, не захтева надзор човека. Конструкција зависи од природе узорка.



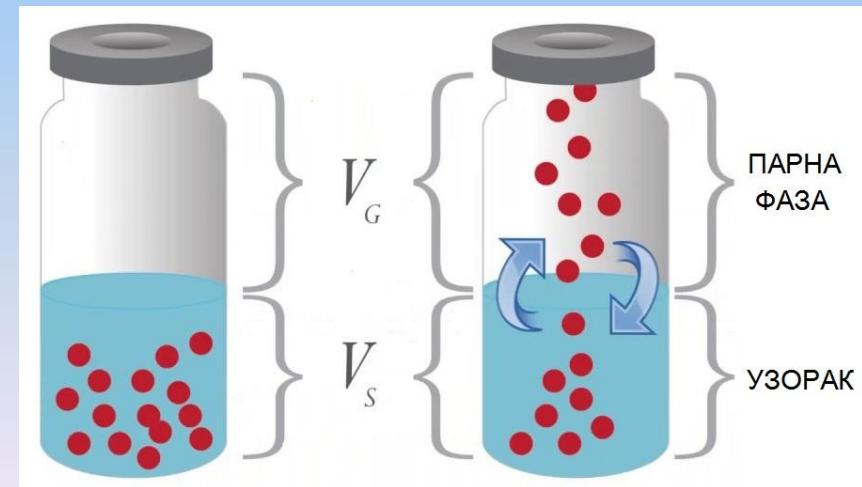
На палети осим узорака, налазе се и бочице са растворима за испирање шприца од претходног узорка.



“Headspace” семпловање

За унос испарљивих компоненти течних или чврстих узорака са непожељним матриксом: не инјектује се узорак него пара која је са њим у равнотежи.

Узорак се ставља у ампулу и термостатира се до успостављања равнотеже гас-течно, а затим се аликовот гаса узима шприцем и уноси у инјектор.



Стандарни начин семпловања при анализи алкохола и токсина у крви, адитива у хранама и пићима, испарљивих компоненти отпадних вода.

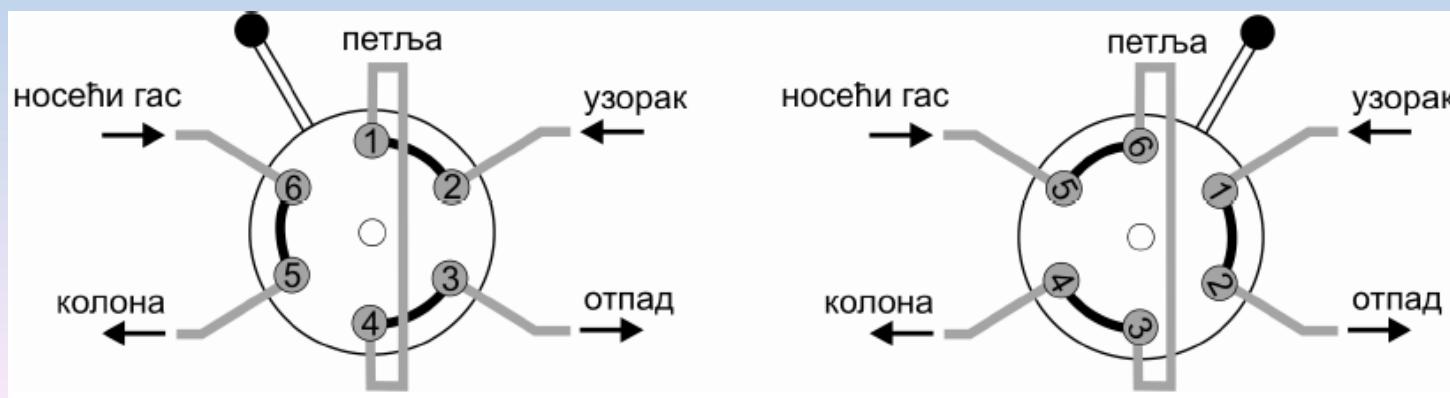
Инјектори

Запремине течних узорака су реда микролитра, а гасних милилитра. Инјекција није тривијална: потребно је унети оптималну количину узорка за дату хроматографску колону и детектор. Превише узорка може у старту произвести прешироке пикове (мања резолуција) и/или довести до засићења детектора.

Узорак се може унети на пут носећем гасу помоћу гасних славина или шприцем (директно у колону или индиректно на различите начине).

Гасне славине

Одређена запремина гасног узорка подмеће се на пут струји носећег гаса.



Инјектори

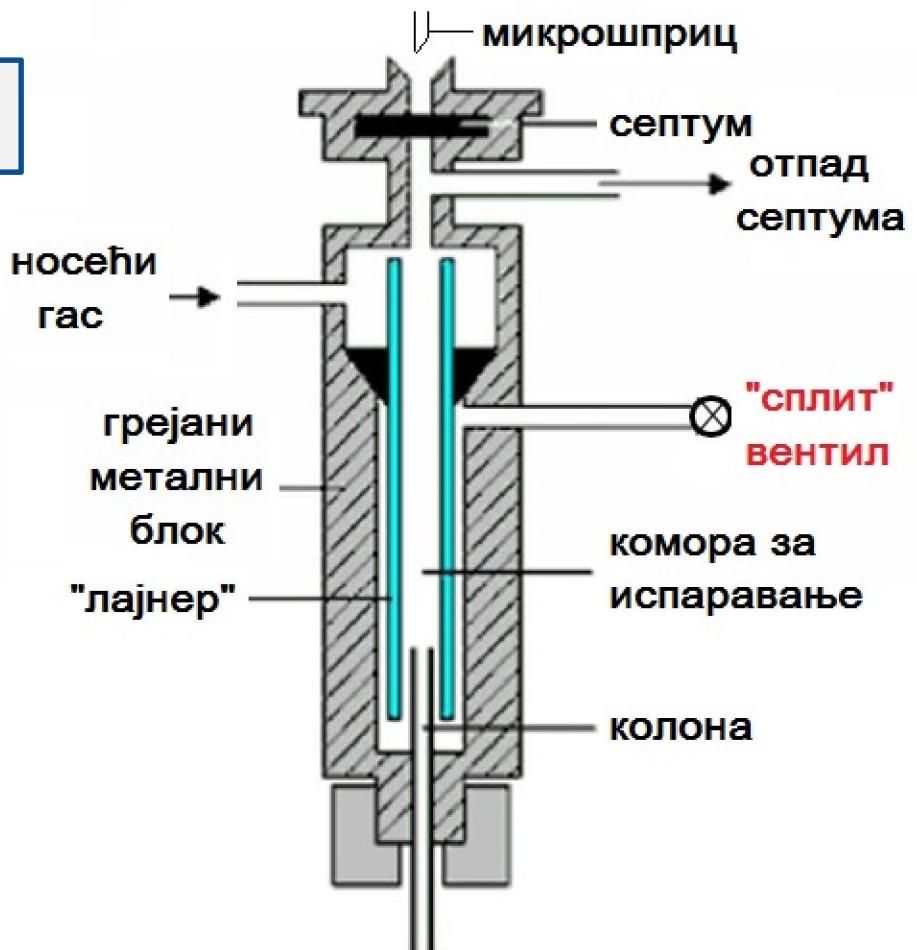
“Split/splitless” инјектор (S/SL)

узорак се из микрошприца (~100 μ l) уноси у загрејан простор кроз који струји носећи гас. Сплит вентилом регулише се колики део узорка ће проћи у колону.

“Сплитлес” мод рада је када се сплит вентил затвори и тада целокупан узорак из шприца иде у колону (анализе трагова).

“Сплит” мод рада погодан је за концентроване узорке.

Мана: дискриминише компоненте узорка према тачкама кључања, губе се лако испарљиве, дискриминација од загрејане игле: оно што улази у колону није добар репрезентант узорка

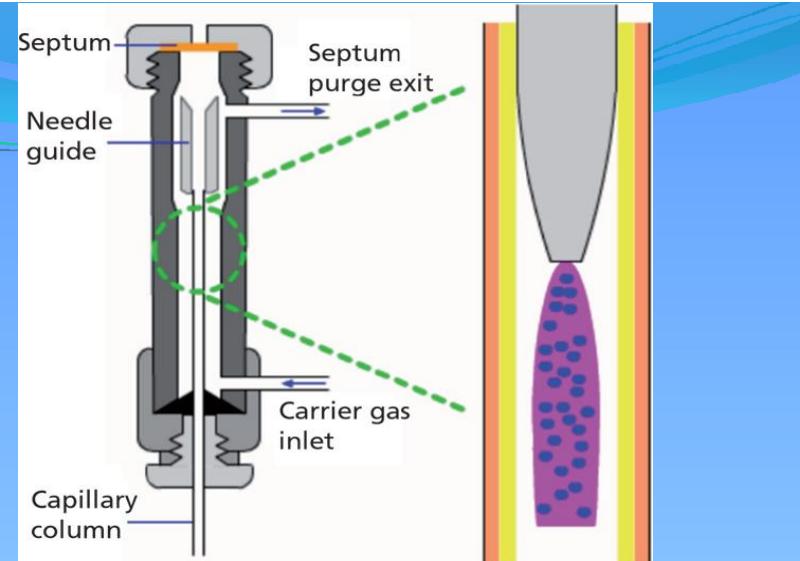


Инјектори

“PTV” инјектор:

Programmed Temperature Vaporising

Сличне конструкције као S/SL,
Али му је блок најпре хладан,
игла је хладна и узорак остаје
течан кад се унесе у лајнер.
Онда се програмирало греје да
би све компоненте испариле са
много мањом дискриминацијом.



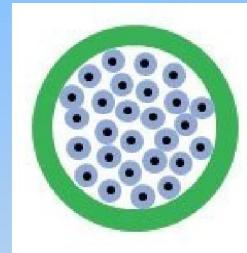
Директно инјектовање
On-column inlet

Узорак се у течном стању, без
загревања и при прекиду струје
носећег гаса уноси директно у
колону. Тек након уноса греје
се колона и компоненте
испаравају. Погодан за
термички нестабилне
компоненте узорка, које би
S/SL разградио.

Колоне

Пуњене (паковане)

Колона је равномерно испуњена ситним честицама непокретне фазе по целој својој запремини.



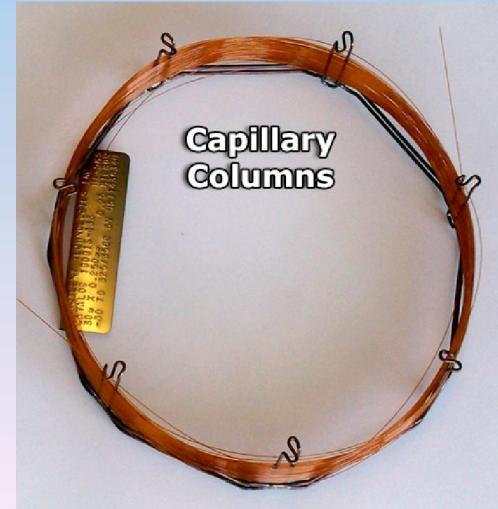
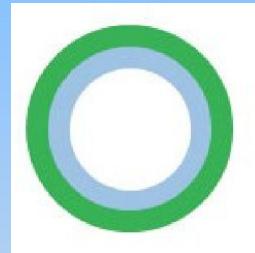
Попречни пресек



изглед

Капиларне

Непокретна фаза налази се само на унутрашњим зидовима колоне у танком слоју.



Колоне

Пуњене (паковане)

Унутрашњи пречник: > 2 mm.

Дужина: неколико метара.

Материјал: челик или стакло.

Већи капацитет, више узорка.

Мање теоријских подова,
нижа ефикасност.

Намењене углавном за
препартивну ГХ.

Капиларне

Унутрашњи пречник: < 1 mm.

Дужина: 10-100 m.

Материјал: стакло са ојачањем.

Мали капацитет, мање узорка.

Више теоријских подова, виша
ефикасност, $N=16(t_R / W)^2$.

Намењене за аналитичку ГХ.

Колоне

Пуњене (паковане)

Пуњене хемијски инертним сферним гранулама чврсте фазе што равномернијег пречника (100-200 μm) на које се може импрегнирати (или се хемијски везати) непокретна течна фаза.

Што су честице мање, ефикасност раздавања је већа и потребан је већи притисак да би се одржао задати проток. Најчешће се праве од дијатомејске земље (по саставу 90 % SiO_2) или синтетичких полимера са разним модификацијама или молекулским ситима, активног угља. Доступни су под комерцијалним именима *Chromosorb*, *Porapak*, *Spherosil*...

Ако су сами носачи стационарна фаза, пожељно је да имају високу специфичну површину $> 100 \text{ m}^2/\text{g}$.

Колоне

Пуњене (паковане)

Активни угаль: иако је ретенција код њега у основи диктирана дисперзионим интеракцијама, погодни активни центри специфично везују поларне молекуле (нпр. амине).

Адсорпциона ГХ је погодна за анализу смеша гасова, геометријских изомера, водених растворова поларних једињења...

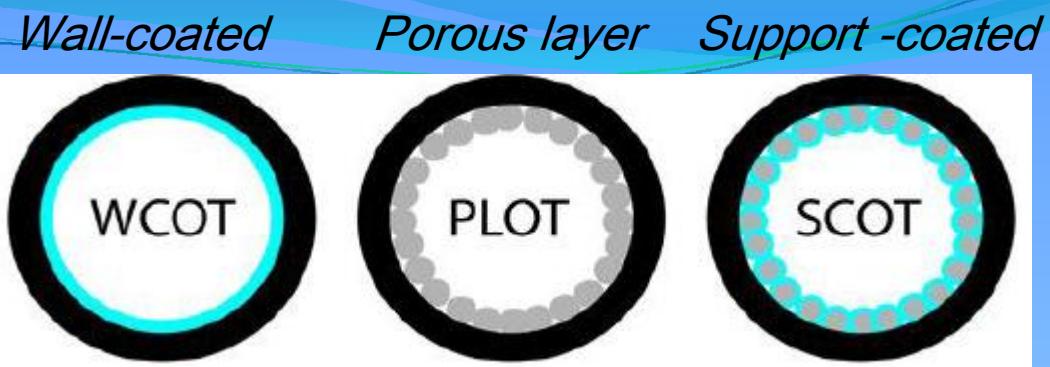
Мане адсорпционе ГХ:

- Непокретна фаза може каталисати нежељене реакције
- Јака ретенција поларних једињења високе тачке кључача

Колоне

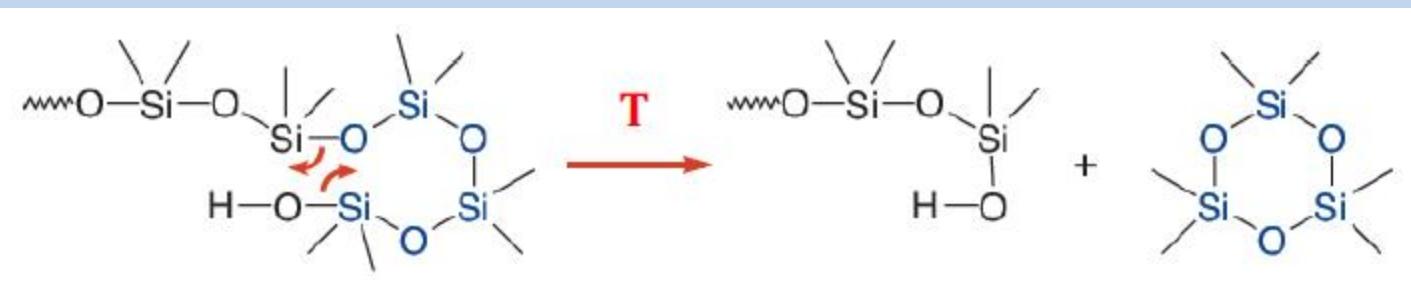
Капиларне

Постоје три врсте:



Непокретне фазе: има их више стотина врста, најчешће су то структурно модификовани полисилоксан и полиетилен гликол. Нанете су на зид или носач у танком слоју ($0,2 - 1 \mu\text{m}$).

При већим радним температурама непокретне фазе (посебно поларне) се термички разграђују што се може видети на хроматограму као подизање базне линије а може бити праћено појавом допунских пикова.



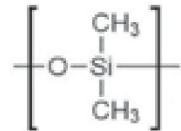
Пример термичког разлагања полисилоксана

Колоне

Непокретне фазе

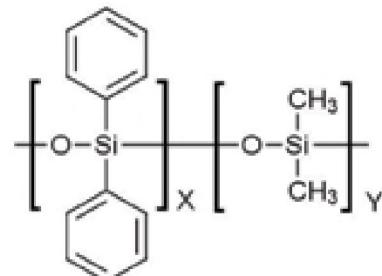
Својства непокретне фазе: да је хемијски инертна према узорку, да је ниског напона паре, да обезбеђује раздавање. Избор зависи од природе (поларности) узорка.

Пример: разне модификације полисилоксана



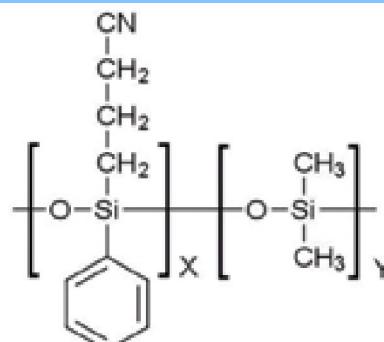
100%
Dimethylpolysiloxane

OV-1, SE-30



Diphenyl
dimethylpolysiloxane

OV-3, SE-52, OV-17



Cyano-propylphenyl
dimethylpolysiloxane

OV-275

Неполарни узорци:
стериоиди, "PCB",
"PAH"

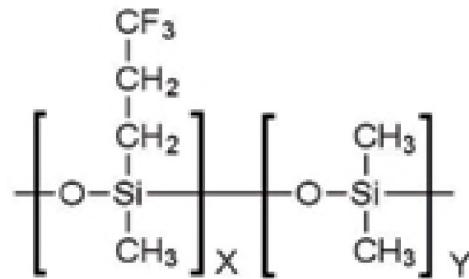
Слабо поларни узорци:
алкалоиди,
стериоиди, "FAME"
пестициди

Поларни узорци:
алкохоли, поли-
незасићене масне
киселине

Колоне

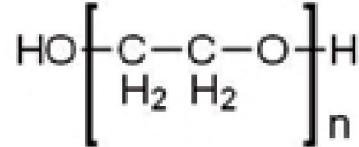
Непокретне фазе

Пример: разне модификације полисилоксана и полиетилен гликол



Trifluoropropyl
dimethylpolysiloxane

OV-210



Polyethylene glycol (PEG) or
wax

Carbowax 20M

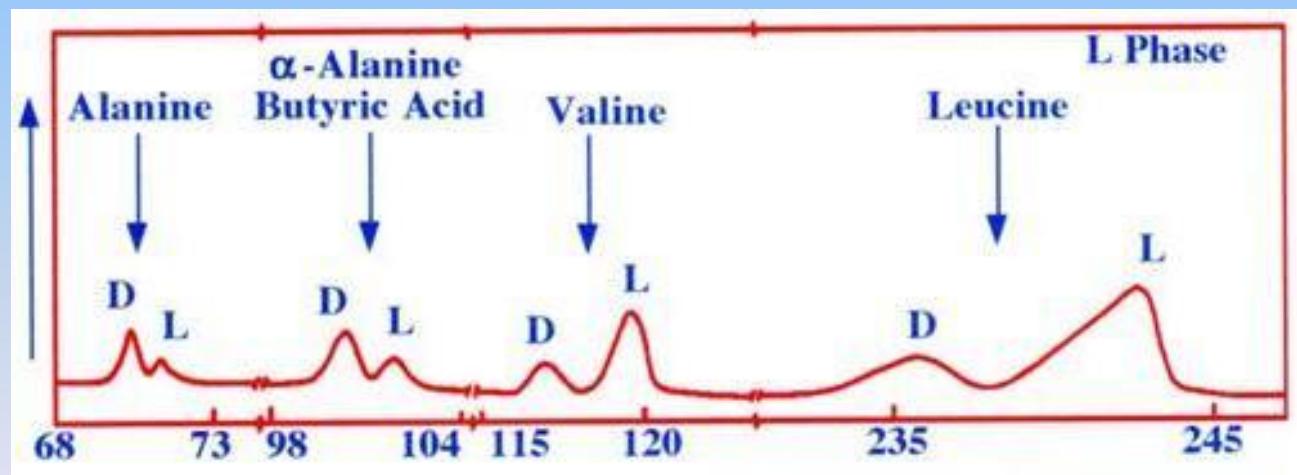
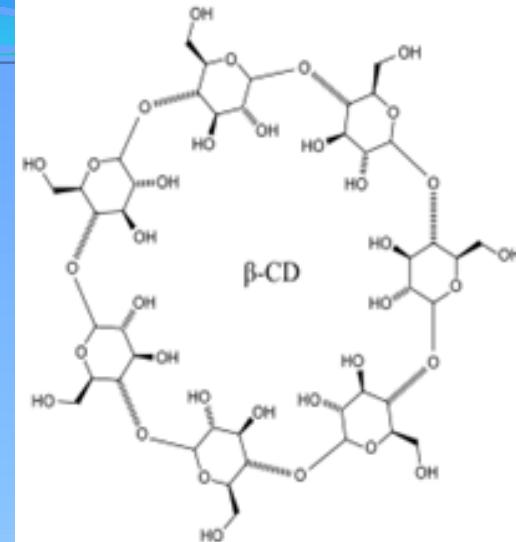
Јако поларни узорци:
Хлорована и
нитрована
ароматична једињења

Јако поларни узорци:
Киселине, етри,
етарска уља

Колоне

Непокретне фазе

Постоје непокретне фазе које омогућавају раздавање оптичких изомера, а израђене су од циклодекстрина.



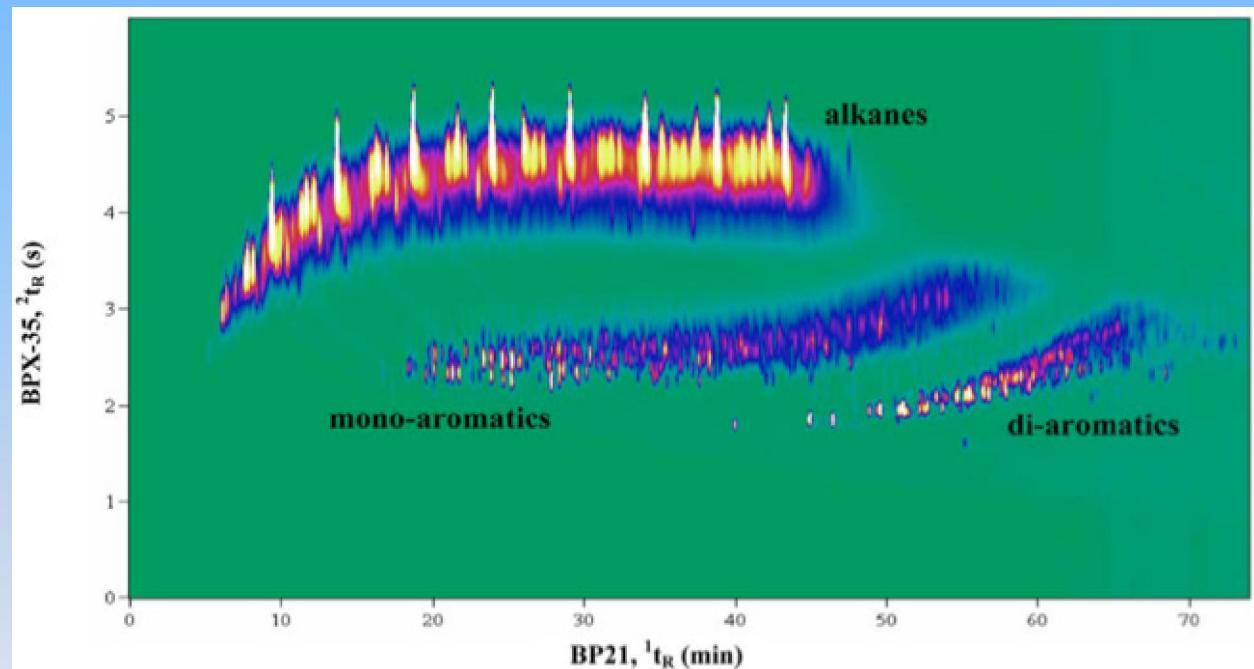
β - циклодекстрин

Пример: раздавање енантиомера смеше естара аминокиселина

Колоне

Две колоне могу се редно везати, техника се зове 2Д ГХ (*2DGC* или *GCxGC*) и развијена је '90-тих. Колоне су различите (неполарна и поларна најчешће), друга је краћа.

На крају сваке је детектор, а развојене су модулатором (криогени трап са течним азотом) који служи да циклично сакупља порцију ефлуента са прве колоне, фокусира је и испоручи у другу колону. Момент испоруке је почетак мерења ретенционог времена у другој колони које је знатно краће него у првој.



Пример: раздавање угљоводоника дводимензионом гасном хроматографијом: апсциса је ретенционо време у првој, а ордината у другој колони. Боја~сигнал.

Детектори

Општа својства: (не)деструктивност, (не)специфичност, граница детекције, осетљивост, линеарност (динамички опсег).

детектор	хемијска врста	граница детекције
Пламено јонизујући	Угљоводоници	1 pg/s
Топлотне проводљивости	универзални	500 pg/ml
Захвата електрона	Халогенована једињења	5 fg/s
Масени спектрометар	универзални	0.25-100 pg/s
Термојонски	Једињења азота и фосфора	0,1 pg/s (P), 1 pg/s (N)
ФТ-Инфра црвени	Огранска једињења	>1 ng/s

Препарativна хроматографија захтева недеструктивне детекторе који се могу и редно везати са другим детекторима ради њиховог поређења.

ppm~mg/l~mg/kg
ppb~μg/l~μg/kg

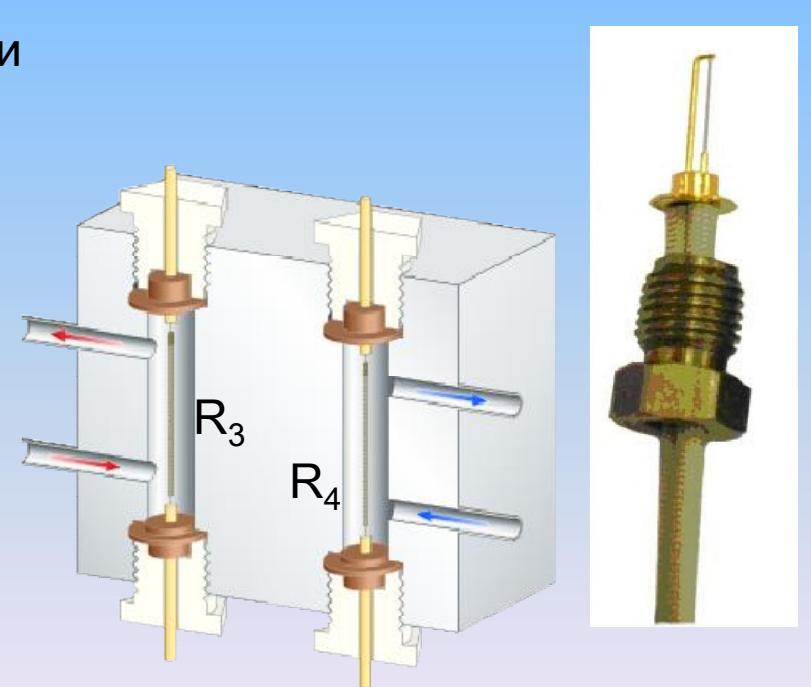
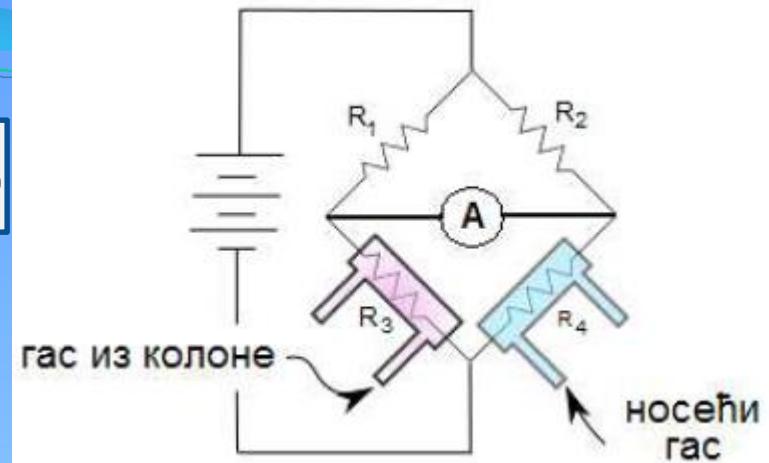
Детектори

Детектор топлотне проводљивости (TCD)

или катарометар: два идентична опторника (W, Pt жице) везана су у две гране Витстоновог моста. Преко једног струји елуент, преко другог ефлуент. Наилазак компоненти на R_3 избацује мост из равнотеже јер мења његов режим хлађења и вредност отпора. Струја у мосту је мерни сигнал овог детектора.

Највећа осетљивост постиже се кад је носећи гас водоник (или хелијум) јер они имају највеће топл. проводљивости. Тада је смер струје у амперметру увек исти (нема инверзних сигнала).

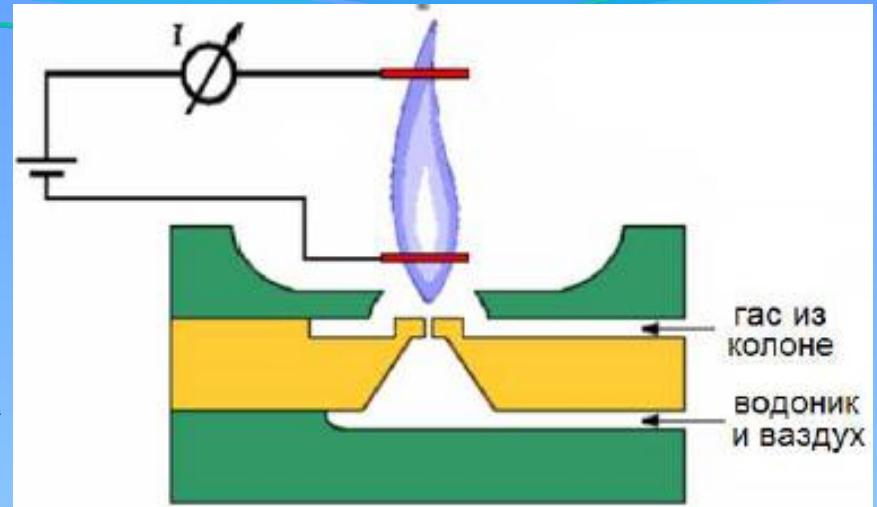
Недеструктиван, једноставне конструкције, неспецифичан, средње или ниске осетљивости.



Детектори

Пламено јонизујући детектор (*FID*)

Ефлуент се уводи у пламен (смеша водоник-ваздух) који је постављен да буде део електричног кола. Компонента која се у пламену јонизује доприноси порасту струје у колу.



Угљоводоници дају струју сразмерну броју С атома у једињењу. Детектор је масено осетљив, а не концентрационо. H_2O , CO и CO_2 се не виде.

Поуздан је, јефтин, има широк линеарни опсег, деструктиван и специфичан (није за неорганске компоненте).

Сигнал се изражава као укупна количина угљоводоника (често према метану).

Детектори

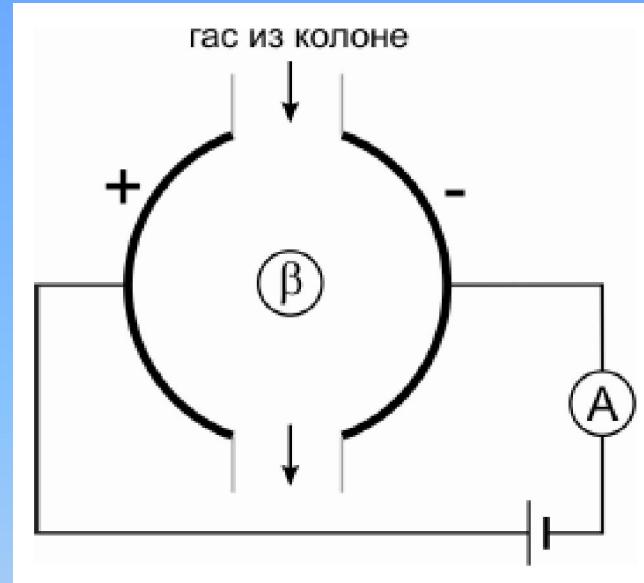
Детектор захвата електрона (*ECD*)

Ефлуент се преводи преко радио-активног β емитера (^{63}Ni). Када струји само носећи гас у колу се успоставља струја чији носиоци су електрони и јони носећег гаса (N_2).

Наиласком компоненти из колоне које имају изражен афинитет према електрону долази до захвата електрона и пада струје што је детекциони сигнал.

Детектор је селективан и врло осетљив за халогена и нитро-једињења. Користи се при анализи пестицида и полихлорованих бифенила (*PCB*).

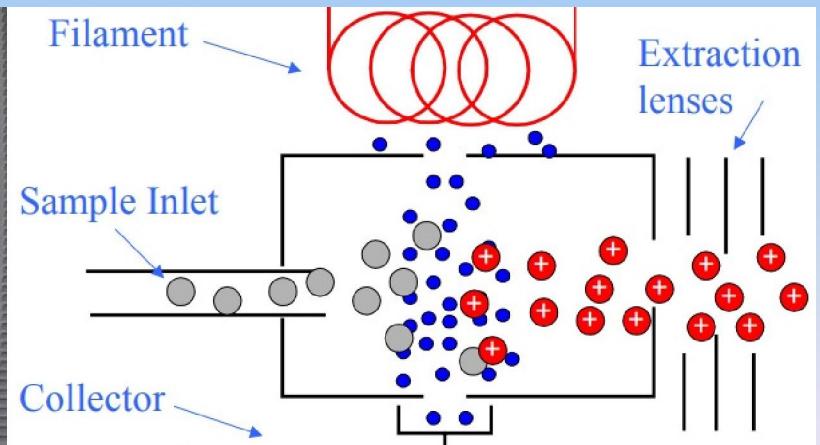
Дериватизацијом се неке компоненте могу учинити видљивим за *ECD*: најчешће се врши супституција халогенима. Вишеструке супституције показују кумулативан ефекат на осетљивост.



ГХ са масеном спектрометријом (GC-MS)

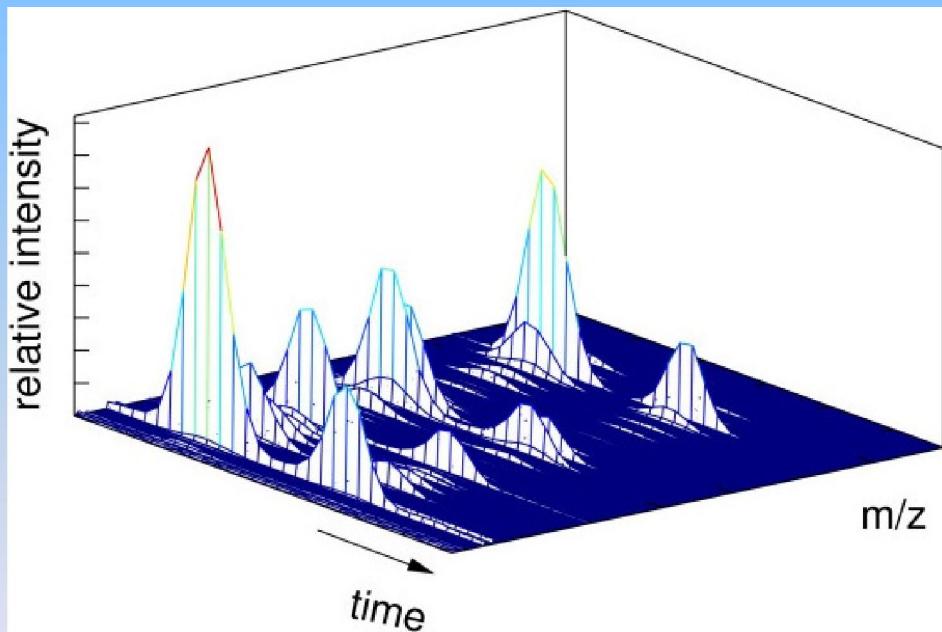
Ако се на излаз колоне повеже масени спектрометар као детектор добија се хибридни уређај изузетних аналитичких способности. Ова техника је данас коришћена у форензици у анализи трагова (дроге, експлозиви) и за идентификацију компоненти узорака непознатог порекла. Развој ове хибридне технике почeo јe 1959.

Користе се капиларне колоне, а пре уласка у масени спектрометар ефлуент је потребно превести на ниски притисак (10^{-5} mbar, $\lambda \sim 10$ m). Јонизација узорка: најчешће ударом електрона, раздавање по m/z : најчешће квадруполом.



ГХ са масеном спектрометријом (GC-MS)

Приказивањем јонске струје од ретенционог времена добија се хроматограм (total ion chromatogram - TIC), али се осим тога непрекидно снима масени спектар ефлуента тако да се осим по t_R компоненте могу и једнозначно идентификовати према изгледу масеног спектра (као према отиску прста). Идентификација се врши поређењем са базом масених спектара. Раздавање и квантификација је на тај начин могуће чак и ако су компоненте коелуирале.



GC-MS техником хроматограм добија и трећу димензију – масени спектар у посматраном ретенционом времену.

Модови рада масеног спектрометра:

Сканирајући мод: скенира се задати опсег m/z , најчешће од 30 до 500, неколико пута у секунди. Користи се за идентификацију компоненти према изгледу целокупног масеног спектра.

SIM (Selective Ion Monitoring) прате се само одређене масе, карактеристичне за одређене компоненте. Осетљивост се повећава 10 до 100 пута.

ГХ са масеном спектрометријом (GC-MS)

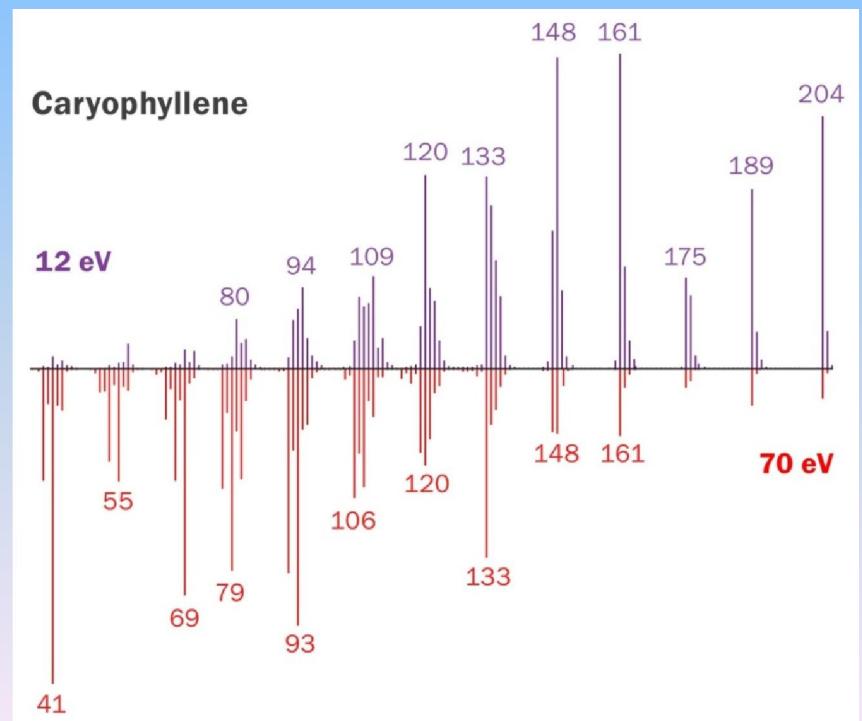
Енергија електрона којима се врши јонизација најчешће се креће од 10 до 70 eV, од одабира ове енергије зависи степен фрагментације и изглед масеног спектра. Најчешће се добијају једноструко наелектрисани јони.

Енергија јонизације организма: < 10 eV, енергија веза: ~4 eV. Јонизација је мека ако доминира молекулски јон, а тврда кад је изражена фрагментација.

Ређе се користи хемијска јонизација (меки тип јонизације), којом се у реакцији са метаном протонује молекул и настаје MH^+ уз минималну фрагментацију.

Пример:

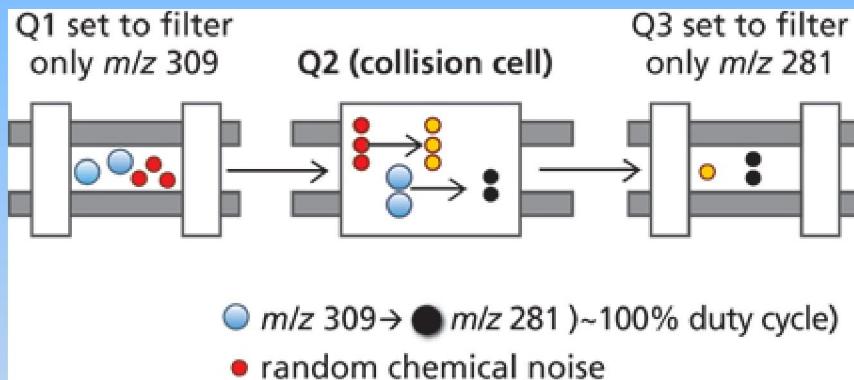
Масени спектар кариофилена ($M=204,3$), једног састојка етарских уља рузмарина и канабиса, добијен при енергијама електрона од 12 и 70 eV.



ГХ са масеном спектрометријом (GC-MS)

ГХ - тандемска масена спектрометрија (GC-MS/MS)

Кад се након изласка из анализатора маса јони даље фрагментишу (у комори сударајући се са инертним гасом) а затим се настали производи упуте на још један анализатор маса.



Тиме се значајно редукује утицај матрикса на шум и може се постићи изузетно висока осетљивост. Могу се квантитиковати врло ниске концентрације компоненти.

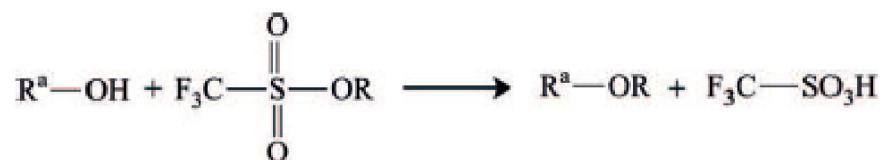
Специфичност спрезања са MS је што се у квантификацији неке компоненте може као унутрашњи стандард користити њен изотополог: исто хемијско једињење различитог изотопског састава. Иако се хроматографски пикови аналита и унутрашњег стандарда скоро потпуно преклапају (блиска су им ретенциона времена), у SIM моду ће сигнали њихових јонских струја бити регистровани одвојено. ИС су најчешће 3-10 пута деутерисани аналити. Предност: идеалан ИС, каквог нема у природи.

Дериватизација у ГХ

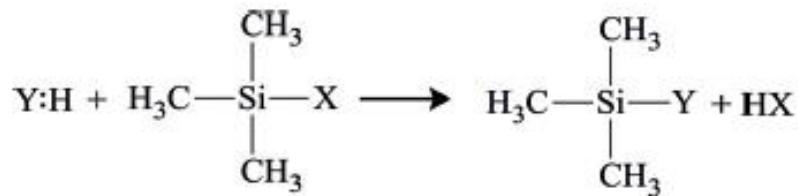
1. Смањење тачке кључања

Поларне групе (посебно активни водоник код $-COOH$, $-OH$, $-NH$ група) замењују се мање поларним. Дериват нема могућност грађења водоничних веза, има већу испарљивост.

Алкилација /арилација аналита: *активни водоник замењује се алкил/арил групом (пример: алкилфлуорометил супфонат као реактант)*



Силилација аналита: *активни водоник замењује се триметил –силил групом*

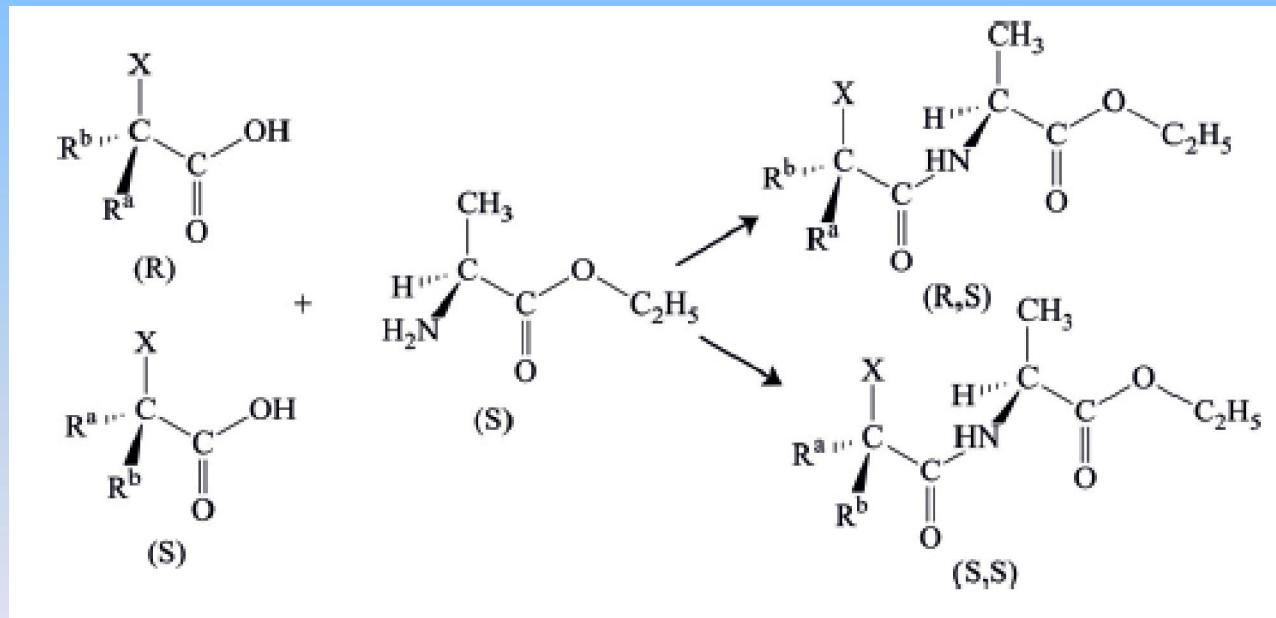


Дериватизација у ГХ

2. Больја сепарација у колони

Дериватизација доводи до тога да се пикови у хроматограму боче развоје.

Пример: смеша енантиомера у реакцији са једним чистим енантиомерним обликом даје смешу дијастереоизомера који се могу раздвојити у обичној (некиралној) колони:



Енантиомери
α-супституисаних
Органских киселина

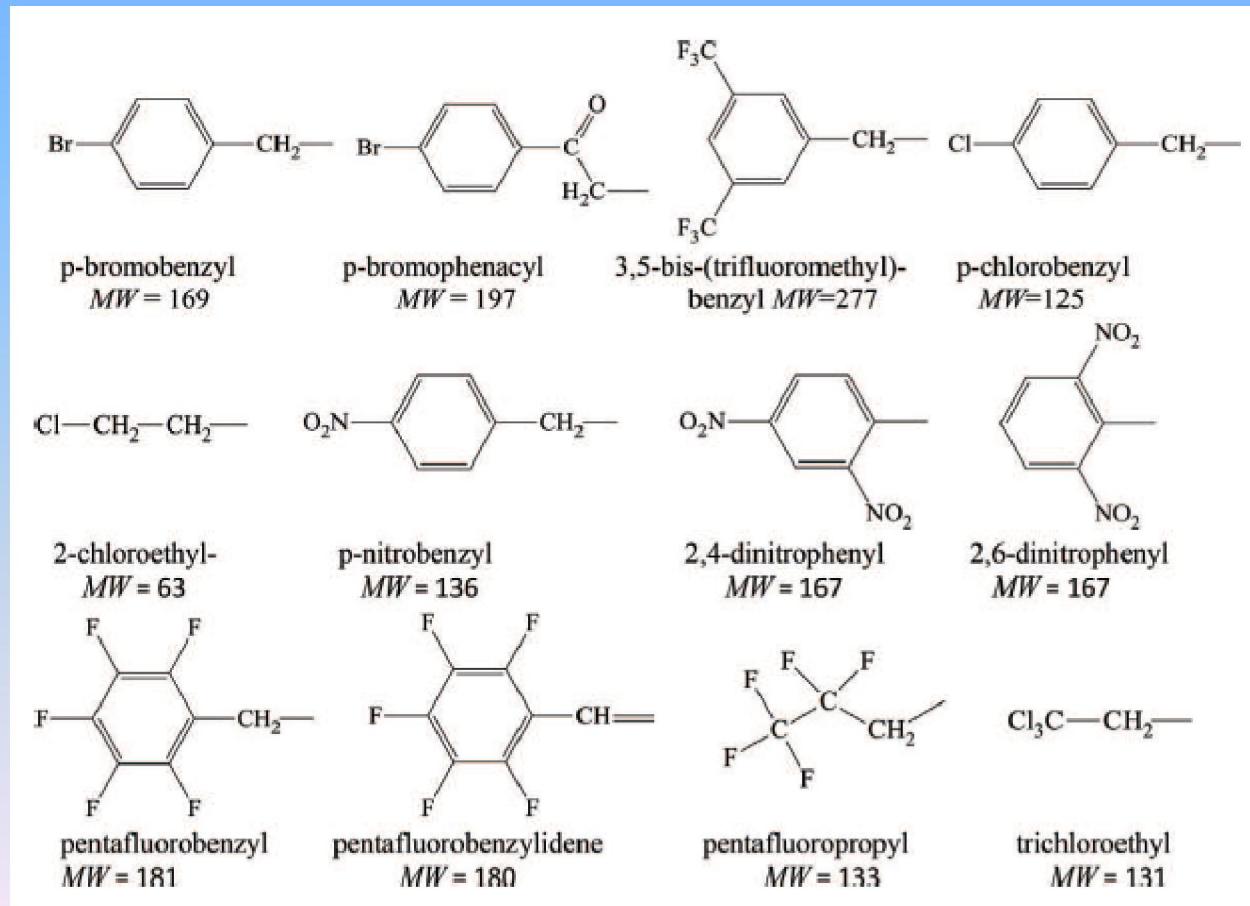
(S) Етил 2-амино
пропаноат

Смеша
дијастереоизомера

Дериватизација у ГХ

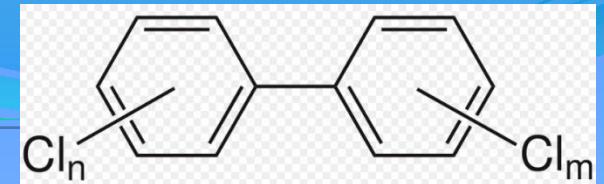
3. Већа осетљивост детекције:

Супституција групама које носе халогене елементе или нитро групе повећава осетљивост детекције детектором захвата електрона.



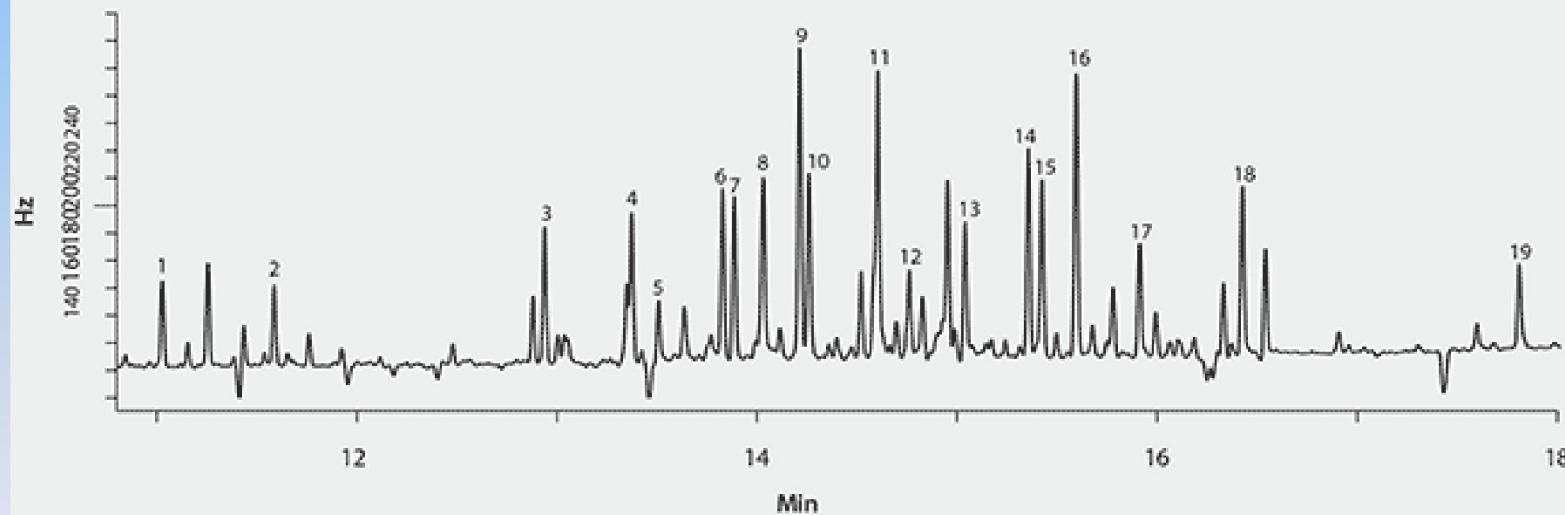
Примена ГХ

Анализа полихлорованих бифенила (PCB)



Хлоровани деривати бифенила коришћени су до '60-тих као изолатори и расхладне течности у трансформаторима. Липосолубилни су и биоакумулирају се (нпр. у рибама). Високо токсични су и данас забрањени.

1. 2,4,4'-Trichlorobiphenyl (No. 28)	7. 2,3,4,4',5-Pentachlorobiphenyl (No. 118)	13. 2,3,4,4',5,5'-Hexachlorobiphenyl (No. 167)
2. 2,2',5,5'-Tetrachlorobiphenyl (No. 52)	8. 2,3,4,4',5-Pentachlorobiphenyl (No. 114)	14. 2,3,3,4,4',5-Hexachlorobiphenyl (No. 156)
3. 2,2',4,5,5'-Pentachlorobiphenyl (No. 101)	9. 2,2',4,4',5,5'-Hexachlorobiphenyl (No. 153)	15. 2,3,3,4,4',5-Hexachlorobiphenyl (No. 157)
4. 3,4,4',5-Tetrachlorobiphenyl (No. 81)	10. 2,3,3,4,4'-Pentachlorobiphenyl (No. 105)	16. 2,2,3,4,4',5,5'-Heptachlorobiphenyl (No. 180)
5. 3,3',4,4'-Tetrachlorobiphenyl (No. 77)	11. 2,2,3,4,4',5-Hexachlorobiphenyl (No. 138)	17. 3,3',4,4',5,5'-Hexachlorobiphenyl (No. 169)
6. 2',3,4,4',5-Pentachlorobiphenyl (No. 123)	12. 3,3',4,4',5-Pentachlorobiphenyl (No. 126)	18. 2,3,3,4,4',5,5'-Heptachlorobiphenyl (No. 189)
		19. Decachlorobiphenyl (No. 209)



колона: SLB-5ms, 20 m × 0.18 mm I.D., 0.18 µm; пећ: 75 °C (1 min), 12 °C/min до 340 °C (20 min); инј. темп.: 250 °C; детектор: ECD, 340 °C; носећи

газ: водоник, 1.2 mL/min; инјекција: 1 µL, splitless (0.75 min); лајнер: 4 mm I.D

Преузето из: Kathy Stenerson, Caitlin Brown, Reporter US Volume 33.4 (Food & Bev. Suppl.)

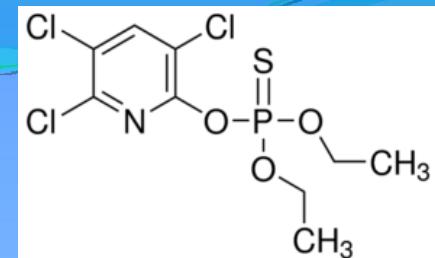
Примена ГХ

Анализа пестицида

Пестициди: све супстанце које служе уништавању штеточина у узгоју биљака и животиња (хербициди, инсектициди, фунгициди...).

Квалитативна и квантитативна анализа обавља се техником ГХ са детектором захвата електрона или у комбинацији са масеним спектрометром.

Границе детекције су најчешће реда ~ppb, што је и ред величине МДК вредности које су прописане регулативама. Развијене су бројне методе анализе за различите класе пестицида (органохлорне, органофосфорне...) којима се може пратити више стотина пестицида у једној анализи (помоћу GC/MSMS технике).



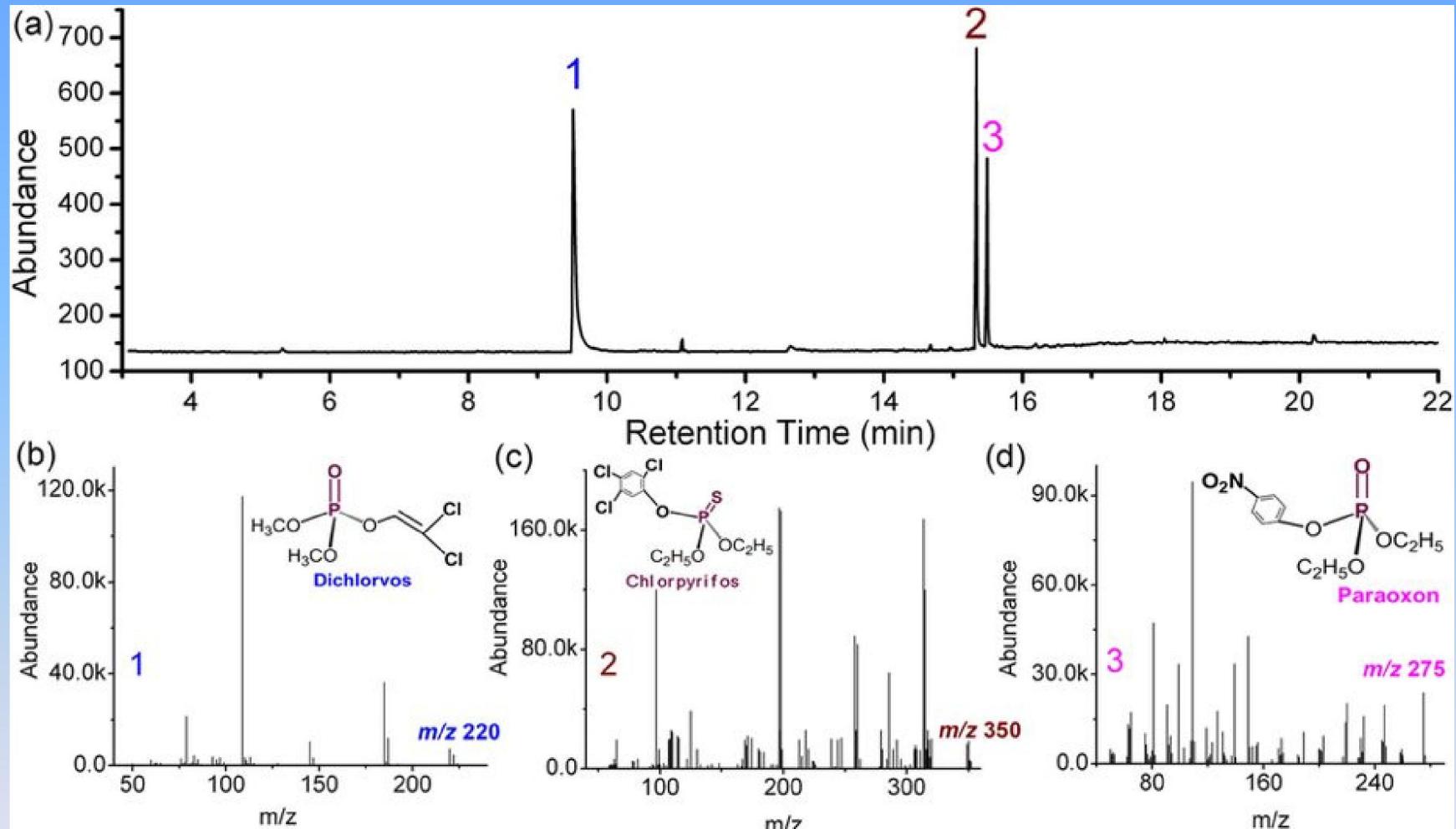
Chlorpyrifos		
Code number	Commodity	Existing EU MRL (mg/kg)
110010	Grapefruit	0.3
110020	Oranges	0.3
110030	Lemons	0.2
110040	Limes	0.3
110050	Mandarins	1.5
120010	Almonds	0.05*
120040	Chestnuts	0.05*
120060	Hazelnuts	0.05*
120080	Pecans	0.05*
120110	Walnuts	0.05*
130010	Apples	0.01*
130020	Pears	0.01*

Пример: регулатива за хлорпирифос у неким плодовима воћа.

Примена ГХ

Анализа пестицида

Прифатено од: P. Xu, C. Chen and X. Li, Scientific Reports vol.5, Article number: 17171 (2015)

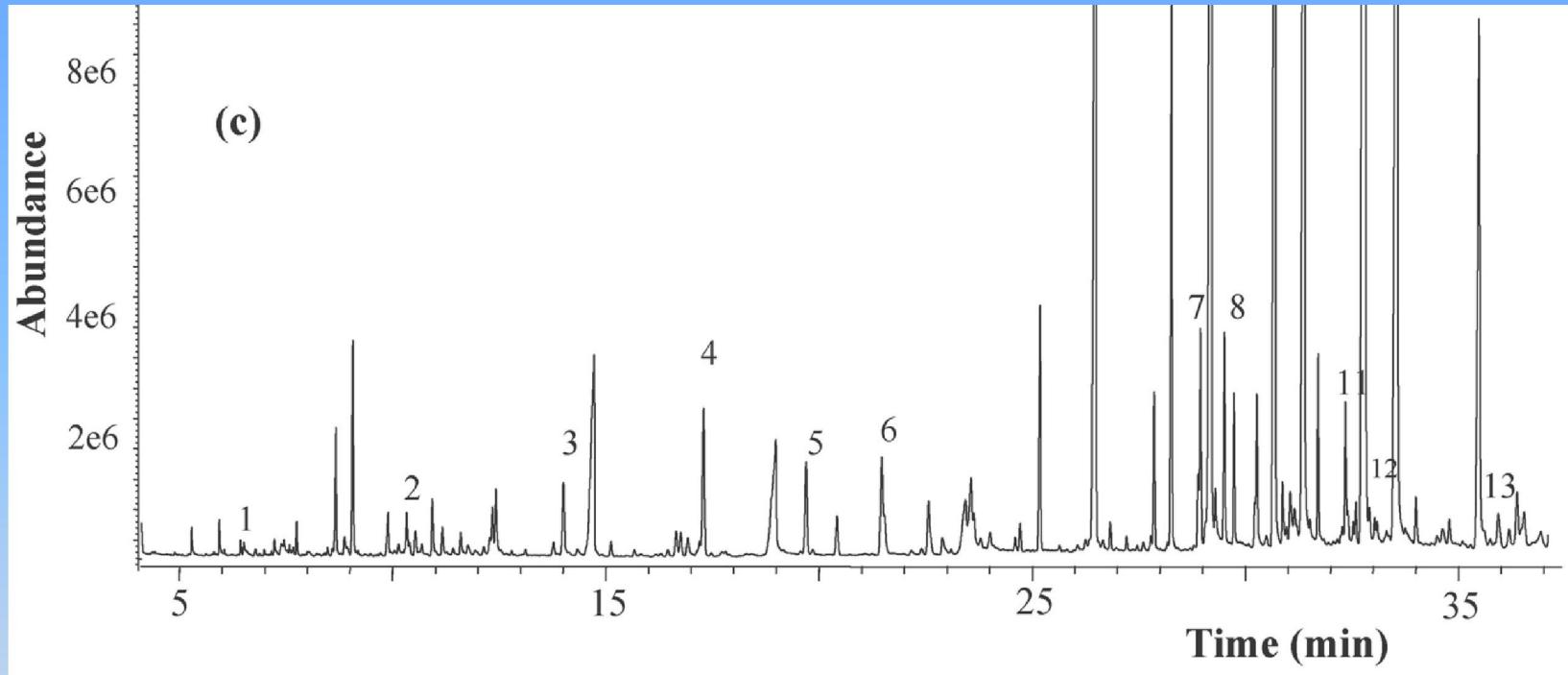


Апарат: GC/MS Agilent 7890 A-5975C, **колона:** DB-17MS ($30\text{ m} \times 0.25\text{ mm} \times 0.25\text{ }\mu\text{m}$), **пеќ:** 3 min на $40\text{ }^{\circ}\text{C}$, дизање $15\text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$ до $280\text{ }^{\circ}\text{C}$, **инјекција:** $1\mu\text{l}$, сплит: $50:1$, **носећи гас:** He, проток: 1.1 mL min^{-1} . **јонизација:** електронским ударом 70 eV ($250\text{ }^{\circ}\text{C}$), **темп. квадрупола:** 150 ° , **скен:** m/z од 50 до 500, **база за идентификацију:** NIST08 mass spectral library. 35

Примена ГХ

Анализа пестицида

Анализа пестицида у екстракту плодова брескве који је добијен екстракцијом помоћу чврсте фазе (SPE-CN). M. ARAOUD et al, *Journal of Environmental Science and Health Part B* (2007) 42, 179–187



1: Methomyl, 2: Dichlorvos, 3: Heptenophos, 4: Gamma-HCH, 5: Heptachlor, 6: Chlorpyriphos, 7: Penconazole, 8: Bifenthrin, 9: Tetradifon, 10: Amitraze, 11: Coumaphos, 12: Cyfluthrin, 13: Cypermethrin

Апарат: Agilent Technologies 6890, **колона:** 30 m × 0.25 mm I.D. HP-5, 5% dimethyl polysiloxane capillary column, **пећ:** 2 min на 70 °C, дизање $25\text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$ до 150 °C, дизање $3\text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$ до 200 °C, дизање $8\text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$ до 280 °C **инјекција:** 1μl, сплитлес, **носећи гас:** Не, проток: 1 mL min^{-1} . **јонизација:** електронским ударом 70 eV (280 °C), **база за идентификацију:** Chemstation Agilent.

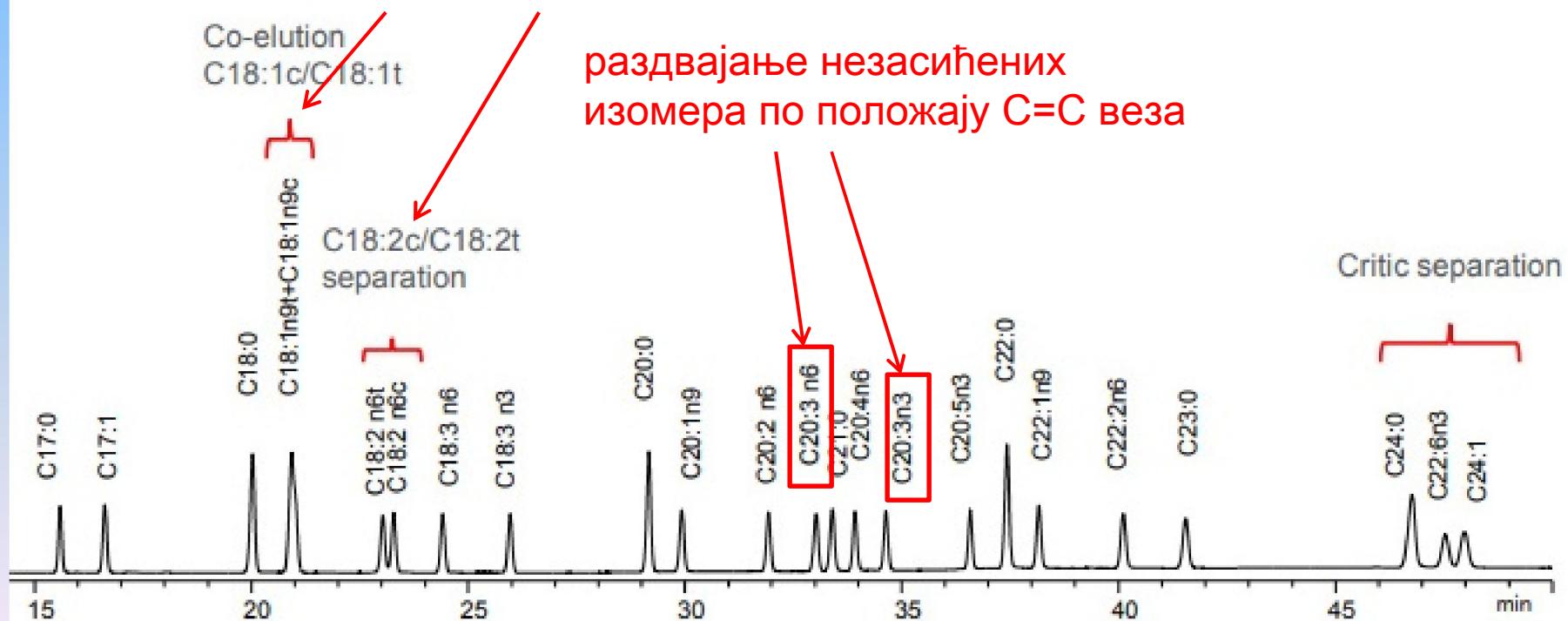
Примена ГХ

Анализа масних киселина (као метил естара: FAME)

GC System
Column
Inlet
Carrier
Oven
FID
gas:25mL/min
Injection 1uL

Agilent 7890B
DB-FATWAX UI, 30m, 0.25mm i.d., 0.25 μ m (G3903-63007)
250°C, split/splitless mode, split ratio 50:1
Helium, constant flow, 40cm/s@50°C
50°C(2min), 50°C/min to 174°C(14min), 2°C/min to 215°C(25min)
280°C, Hydrogen:40mL/min, Air:400mL/min, make-up

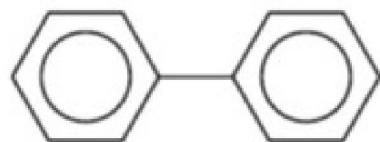
коелуција и раздавање *cis* и *trans* изомера



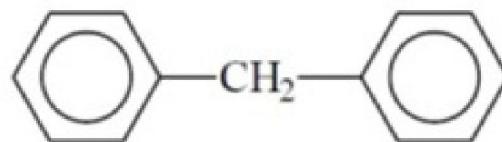
Примена ГХ

Анализа полицикличних ароматичних угљоводоника (PAH)

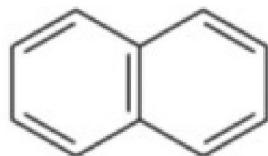
Врло токсична једињења (узрочници рака и срчаних болести). Има их у природи (угаљ, нафта) а настају при непотпуном сагоревању органских материја (гориво, дувански дим, пржена храна). До 5 прстенова могу бити слабо растворљива у води или се нађи у гасној фази, преко 5 су чврста и нерастворна у води.



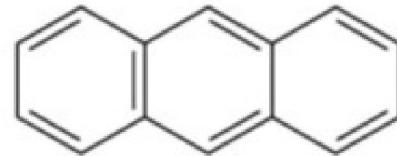
difenil



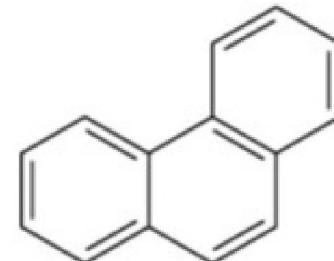
difenilmethan



naftalen



antracen

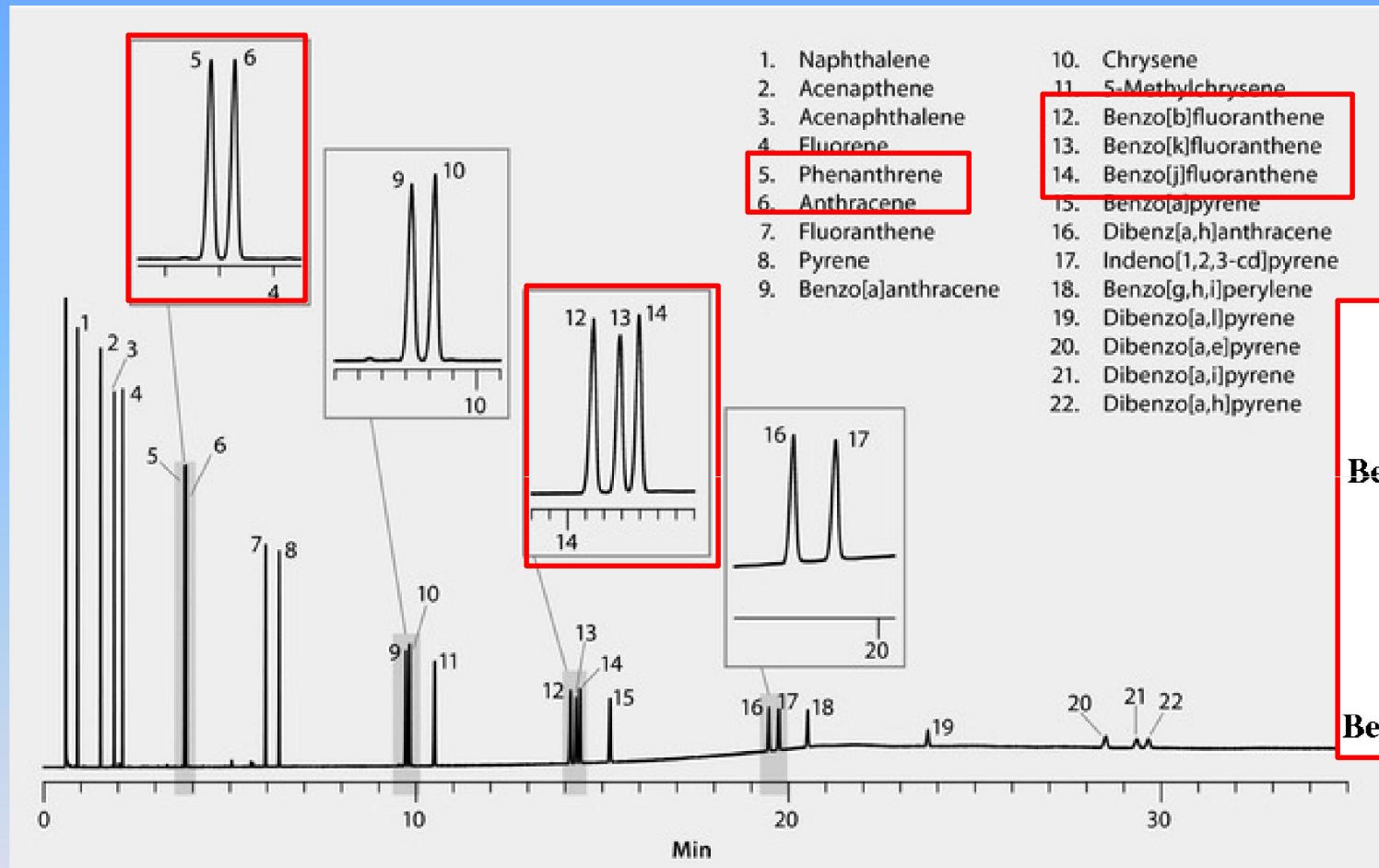


fenantren

Анализа се може радити са неполарним колонама, са пламено јонизујућим детектором или GC-MS техником.

Примена ГХ

Анализа полициклических ароматичних угљоводоника (PAH)



Раздавање
изомера

Колона: SLB-ILPAH, 20 m x 0.18 mm I.D., 0.05 µm, **пећ:** 150 °C, 15 °C/min to 225 °C, 5 °C/min to 300 °C (15 min), **носећи гас:** H₂, 1.3 mL/min, **узорак:** смеша 22 PAH-а, сваки 100 µg/mL у метил хлориду, **инјекција:** 1 µL, 300:1 split, 300 °C, **детектор:** FID, 310 °C. Извор: www.sigmaaldrich.com

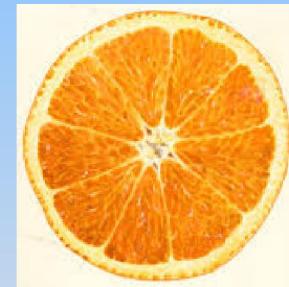
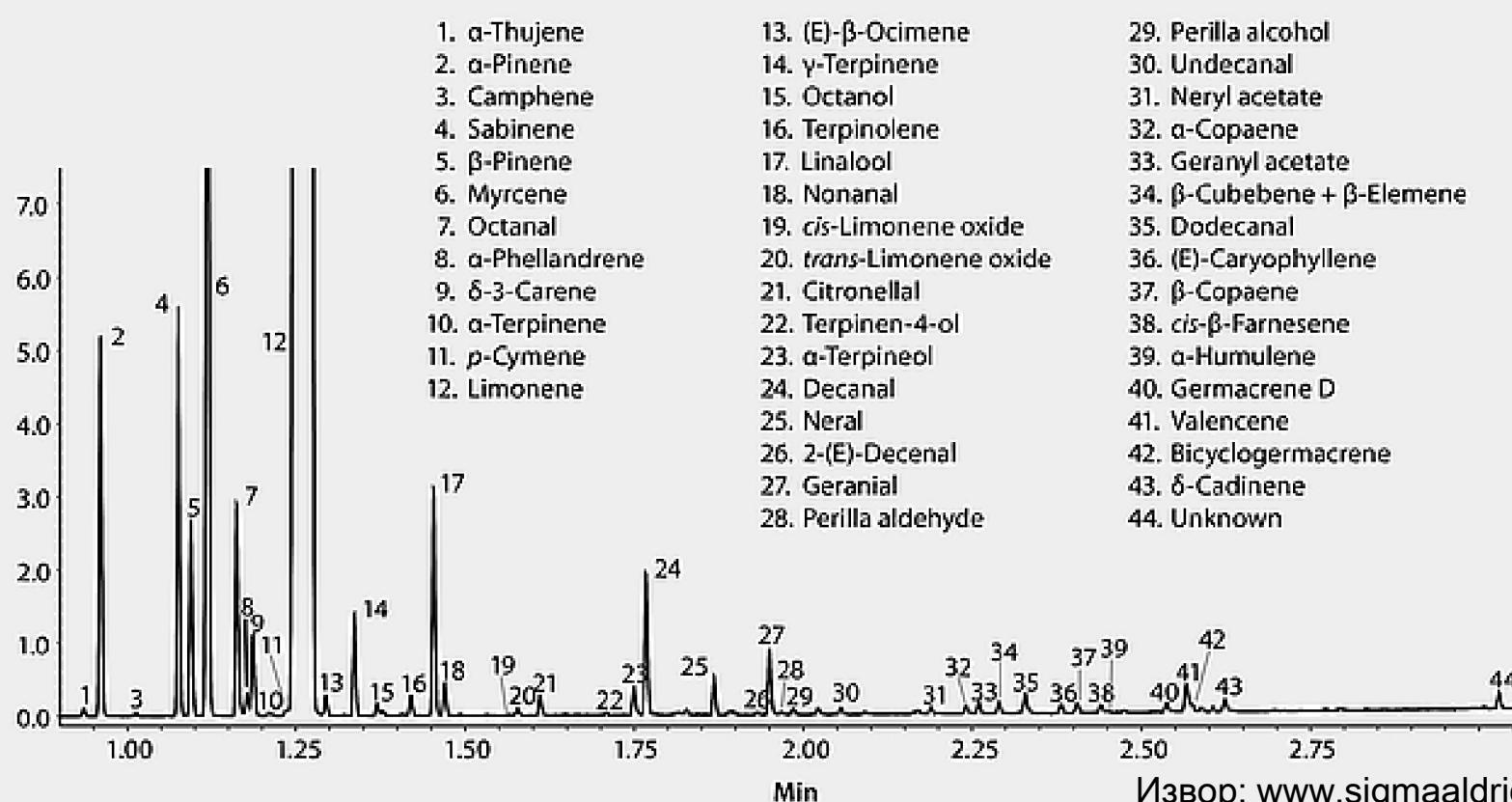
Примена ГХ

Анализа етарских уља

Етарска уља су лако испарљиве течности које се издвајају из биљака најчешће дестилацијом. Употребљавају се у медицини, фармацији, индустрији хране.

Пример: анализа етарског уља поморанџе у хексану

Колона	SLB-5ms, 10 m x 0.10 mm I.D., 0.10 µm (28465-U)
Пећ	40 °C, 50 °C/min to 320 °C
Носећи гас	hydrogen, 81.5 cm/sec constant
Инјекција	0.4 µL, 300:1 split
Инж. Темп.	320 °C
детектор	FID, 320 °C



Време
анализе око
3 минута

Извор: www.sigmaaldrich.com

Предности и мане ГХ

Предности:

- Мала количина узорка
- Брза техника (< 1 сат)
- Ефикасно раздвајање компоненти смеше
- Висока осетљивост (ppm, ppb)
- Прецизност (у квантификацији 1-5% RSD)
- Срезање са МС

Мане:

- Ограниченост на испарљиве узорке
- Температура не преко 400°C
- Није погодна за термички нестабилне компоненте