

ОБЩАЯ ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

Сверхкритическая флюидная
хроматография

ОФС.1.2.1.2.0006.15
Вводится впервые

Сверхкритическим флюидом (или просто флюидом) называется вещество, находящееся при значениях температуры и давления выше критических (T_C и P_C соответственно). В этом состоянии (сверхкритическом флюидном) свойства вещества являются промежуточными между свойствами газа и жидкости. Хроматографический процесс, в котором в качестве подвижной фазы используется флюид, называется сверхкритической флюидной хроматографией.

С точки зрения применения флюида в качестве подвижной фазы в хроматографии важны его плотность, коэффициенты диффузии и вязкость:

- коэффициенты диффузии в сверхкритических фазах примерно на порядок больше коэффициентов диффузии в жидкостях, но примерно на порядок меньше, чем в газах;
- вязкость сверхкритических флюидов примерно на порядок меньше, чем жидкостей, но примерно на порядок больше, чем газов;
- растворяющая способность веществ в состоянии сверхкритического флюида больше, чем у газов;
- плотность основных флюидов, используемых в хроматографии, примерно на 2 – 3 порядка больше плотности газов и в несколько раз меньше плотности соответствующих жидкостей.

Применительно к сверхкритической флюидной хроматографии это означает что:

- достигаются меньшие времена анализа по сравнению с высокоэффективной жидкостной хроматографией (ВЭЖХ);
- оптимальное значение линейной скорости потока выше, чем в ВЭЖХ;
- падение давления на колонке значительно меньше, чем в ВЭЖХ, что дает возможность использования колонок большей длины;
- хроматографическая эффективность в сверхкритической флюидной хроматографии выше, чем в ВЭЖХ (хотя и ниже, чем в газовой хроматографии).
- проведение разделения при более низких температурах, чем это принято в газовой хроматографии без существенной потери эффективности;
- проведение разделения соединений с большей молекулярной массой, чем это допускается в газовой хроматографии.

Оборудование

Хроматографическая система для сверхкритической флюидной хроматографии состоит из охлаждаемой насосной системы, инжектора, хроматографической колонки, помещенной в термостат, детектора, автоматического регулятора давления и системы сбора и обработки данных.

Насосная система необходима для поддержания постоянной скорости потока подвижной фазы. Колебания давления должны быть сведены к минимуму.

Инжекторы. Ввод пробы осуществляется непосредственно в колонку с помощью специального крана-дозатора.

Хроматографические колонки и неподвижные фазы, используемые в сверхкритической флюидной хроматографии, аналогичны применяемым в ВЭЖХ (набивные колонки) и в газовой хроматографии (капиллярные колонки). Максимальный внутренний диаметр капиллярной колонки 100 мкм. Хроматографическая колонка должна быть термостатирована и в ней должно поддерживаться определенное давление. Для этого используются специальные устройства – автоматические регуляторы давления.

Подвижные фазы

В качестве подвижной фазы в сверхкритической флюидной хроматографии могут использоваться различные флюиды, однако чаще всего используется углерода диоксид с различными полярными модификаторами. Это обусловлено его прозрачностью в ультрафиолетовой и видимой областях спектра, нетоксичностью, отсутствием запаха и дешевизной. Могут использоваться добавки модификаторов для улучшения растворимости в углерода диоксиде высокомолекулярных, ионных или полярных анализируемых веществ. Обычно в качестве добавок применяют органические растворители, смешивающиеся с углерода диоксидом (спирты, циклические эфиры).

В качестве других подвижных фаз применяют азота(I) оксид, аммиак, метанол, *n*-бутан, диэтиловый эфир, дифтордихлорметан.

Детекторы

Наиболее часто в сочетании со сверхкритической флюидной хроматографией используются спектрофотометрический, масс-спектрометрический детекторы и детектор светового рассеяния. Кроме того, возможно применение и других детекторов, используемых в ВЭЖХ и газовой хроматографии, таких как пламенно-ионизационный, пламенно-фотометрический, электрозахватный, флуориметрический, ИК-детектор, катарометр и др. Флюидная форма анализируемой пробы обуславливает благоприятные условия для применения масс-спектрометрического детектора.

Критерии пригодности сверхкритической флюидной хроматографической системы и диапазоны допустимых изменений хроматографических параметров описаны в ОФС «Хроматография».