

## 2.2.45. НАДКРИТИЧНА ХРОМАТОГРАФІЯ

### ▼ПРИНЦИП▲

Надкритична хроматографія (НХ) являє собою метод хроматографічного розділення, в якому рухомою фазою є флюїд – речовина у надкритичному або субкритичному стані. Нерухома фаза, яку поміщають у колонки, складається з тонко здрібнених твердих частинок, наприклад силікагель або пористий графіт. Хімічно модифікована нерухома фаза є такою самою, як і у рідинній хроматографії, а у випадку капілярних колонок являє собою плівку рідини, загущеної полімером із поперечнозшитими молекулами, рівномірно нанесену на стінки колонки.

НХ заснована на процесах адсорбції або масового розподілу.

### ▼ОБЛАДНАННЯ▲

Прилад звичайно складається із системи подачі рухомої фази, що охолоджується, пристрою вводу проби, хроматографічної колонки, яка знаходиться у термостатованій печі, детектора, регулятора тиску і системи реєстрації даних (або інтегруючого пристрою, або самописця).

#### Пристрої для подачі рухомої фази

Пристрій подачі рухомої фази необхідний для подання рухомої фази з постійною швидкістю потоку. Коливання тиску при цьому зводиться до мінімуму, наприклад, шляхом пропускання розчинника, що є під тиском, через пристрій зменшення імпульсів. Трубопроводи та з'єднання здатні витримувати тиск, що виникає в результаті роботи пристрою подачі рухомої фази.

Система, що контролюється мікропроцесором, здатна точно подавати рухому фазу при постійних умовах або умовах, що змінюються, у відповідності з певною програмою. При градієнтному елююванні є пристрій для подачі рухомої фази, що подає розчинник(и) із декількох ємностей, при цьому змішування розчинників відбувається на стороні високого або низького тиску відносно насоса(ів).

#### Пристрої введення проби

Введення проби може бути проведене безпосередньо у верхню частину колонки з використанням клапана.

#### Нерухома фаза

Нерухомі фази поміщають у колонки, описані в статтях ▼2.2.29.▲ *Рідинна хроматографія* (набивні колонки) і ▼2.2.28.▲ *Газова хроматографія* (капілярні колонки). Максимальний внутрішній діаметр ( $\varnothing$ ) капілярної колонки дорівнює 100 мкм.

#### Рухома фаза

Як рухому фазу звичайно застосовують діоксид вуглецю, у який може бути доданий полярний модифікатор, наприклад метанол, 2-пропанол або ацетонітрил. Склад, тиск (густина), температура та швидкість потоку зазначеної рухомої фази можуть бути постійними протягом усього часу проведення хроматографічної методики (ізократичне, ізотермічне елюювання, елюювання при постійній густині) або змінюватися у відповідності з певною програмою (градієнтне елюювання модифікатора, зміна тиску (густина), температури або швидкості потоку).

#### Детектори

Найчастіше використовуються ▼ультрафіолетові (УФ) і УФ-ВИД-спектрофотометри▲, а також полуменево-іонізаційні детектори. Також можуть використовуватися детектори, що розсіюють світло, інфрачервоні адсорбційні спектрофотометри, катарметри або інші спеціальні детектори.

### ▼ПРОЦЕДУРА▲

Випробовуваний розчин(и) і розчин(и) порівняння готують, як зазначено у монографії. Розчини не мають містити твердих частинок.

■