

Εργαστήριο Φαρμακογνωσίας Ι

Δρ. Νικόλας Φωκιαλάκης

Επίκουρος Καθηγητής

Τομέα Φαρμακογνωσίας και Χημείας Φυσικών Προϊόντων

Αέριος χρωματογραφία (GC)

1. Αέρια- Στερεή χρωματογραφία (GSC)
2. Αέρια – Υγρή χρωματογραφία (GLC)

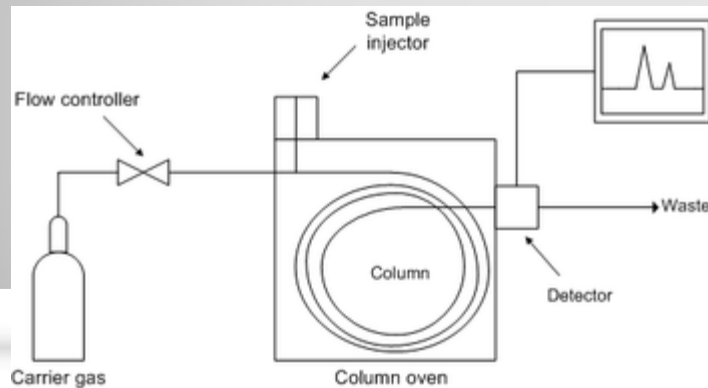
Μηχανισμός : Κατανομή μεταξύ ενός μη πτητικού υγρού (στατική φάση) (καθηλωμένο σε στερεό φορέα) και ενός αερίου (κινητή φάση)



Αέριος χρωματογραφία (GC)

Οργανολογία

1. Φέρον αέριο: He, N₂, Ar
2. Ροόμετρο
3. Σύστημα εισαγωγής δείγματος
4. Θερμοστατούμενος κλίβανος
5. Στήλες
6. Ανιχνευτές



Ανάπτυξη μεθόδου

Inlet temperature, detector temperature, column temperature and temperature program, carrier gas and carrier gas flow rates, the column's stationary phase, diameter and length, inlet type and flow rates, sample size and injection technique

Επιλογές

- Εισαγωγή δείγματος (split- splitless)
- Επιλογή στήλης (packed or capillary column)
- Επιλογή προγράμματος θερμοκρασίας
- Επιλογή ανιχνευτή

There are two injection modes with a split/splitless injector:

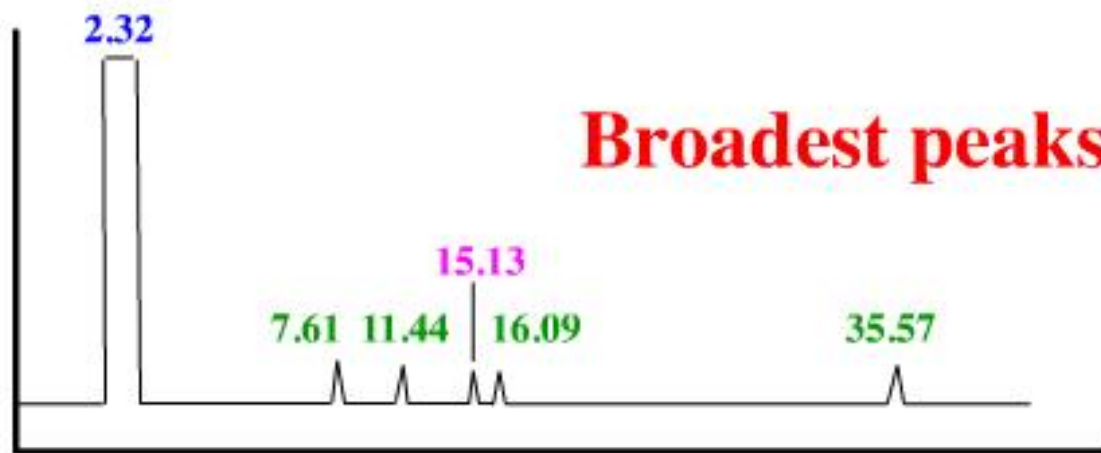
Split mode

A significant fraction of injected sample (say 45/46) flows through the injector to waste. Only a small fraction of sample is chromatographed (separated) by the column

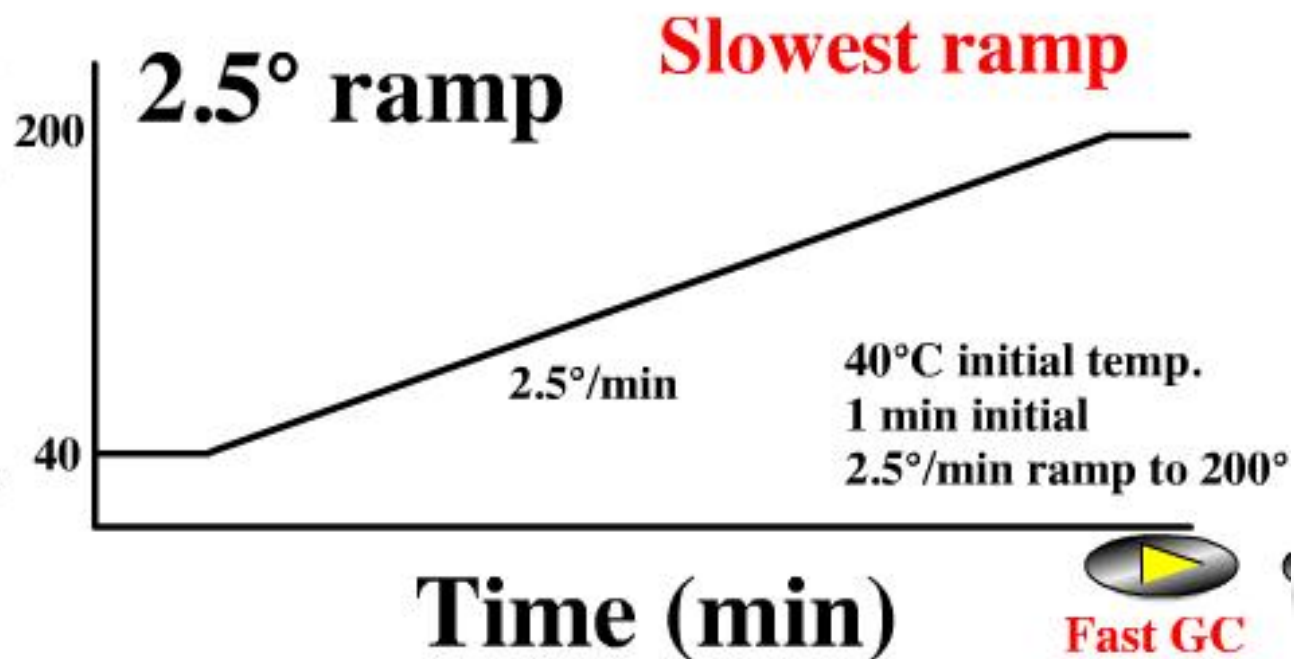
Splitless mode

All (or almost all) of the injected sample flows onto the capillary column and has its components chromatographed.

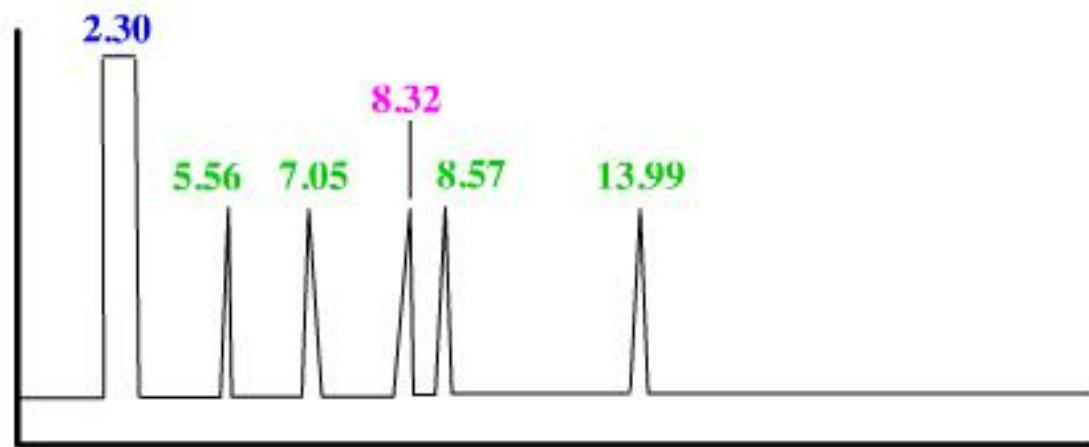
FID Signal



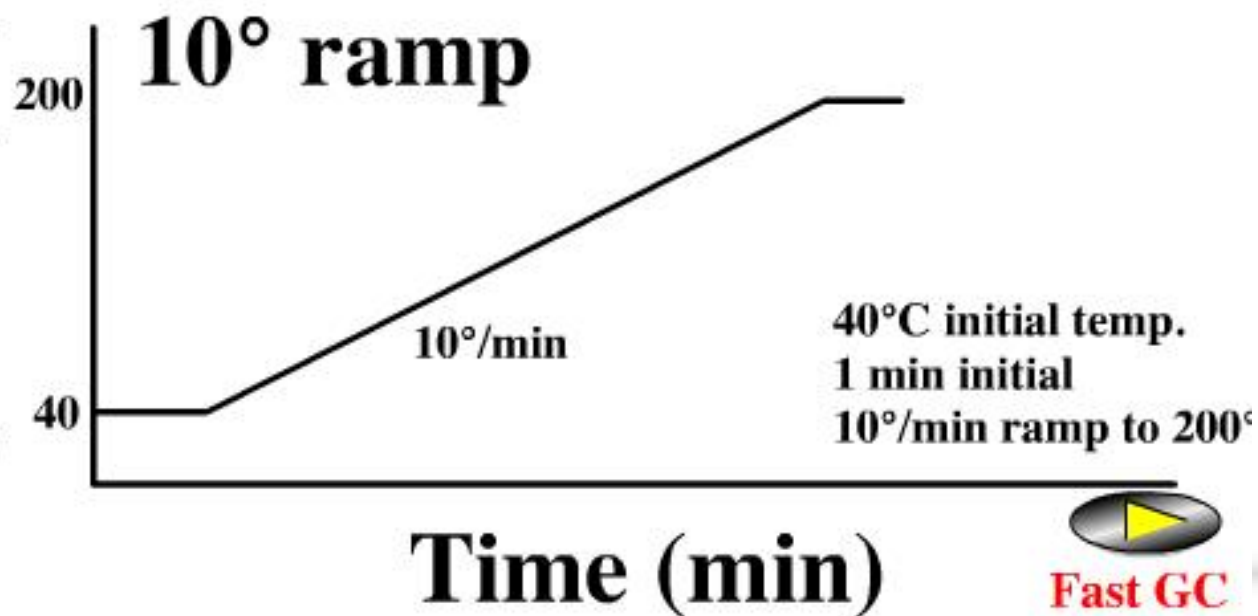
Temperature ($^{\circ}\text{C}$)

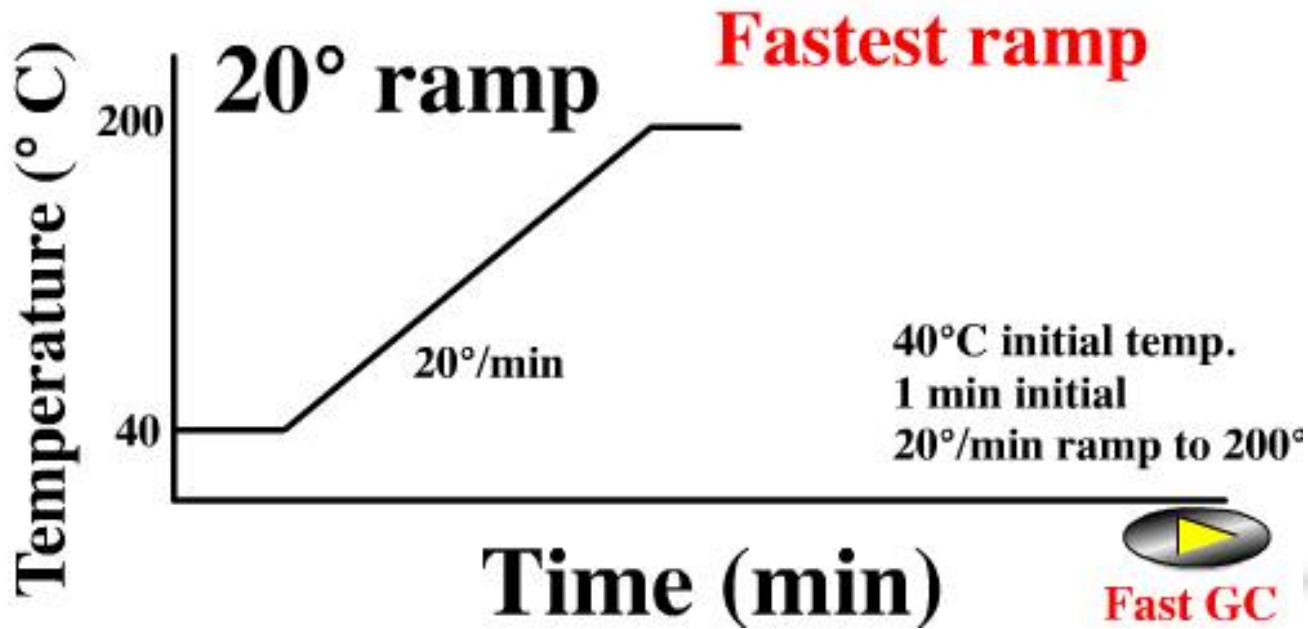
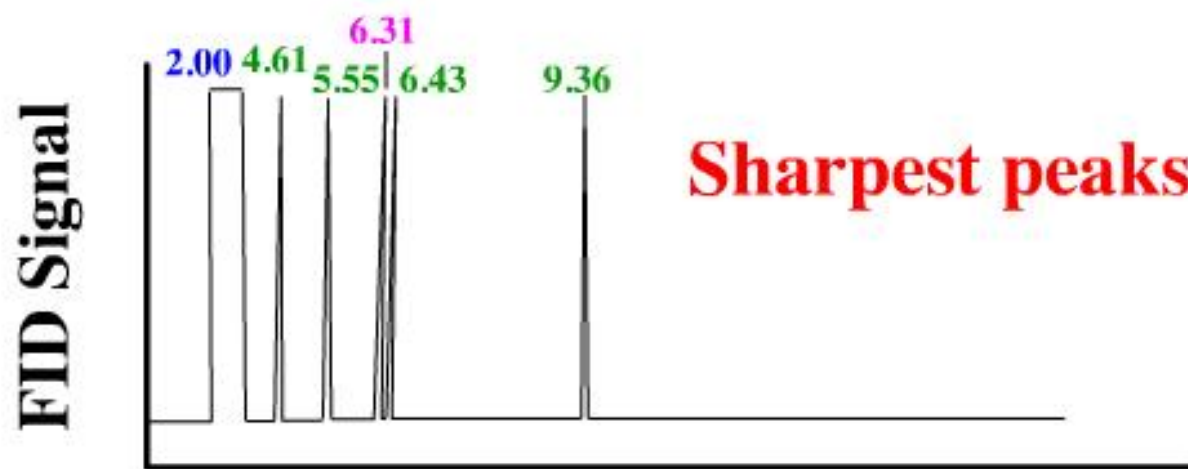


FID Signal



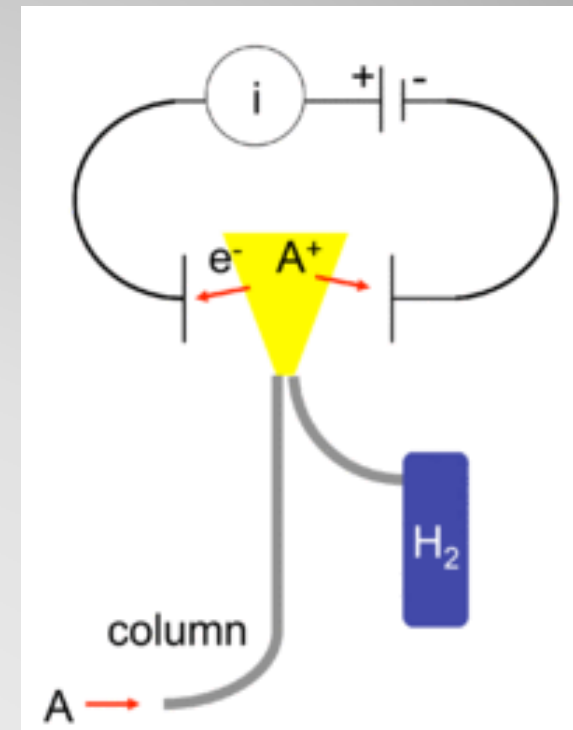
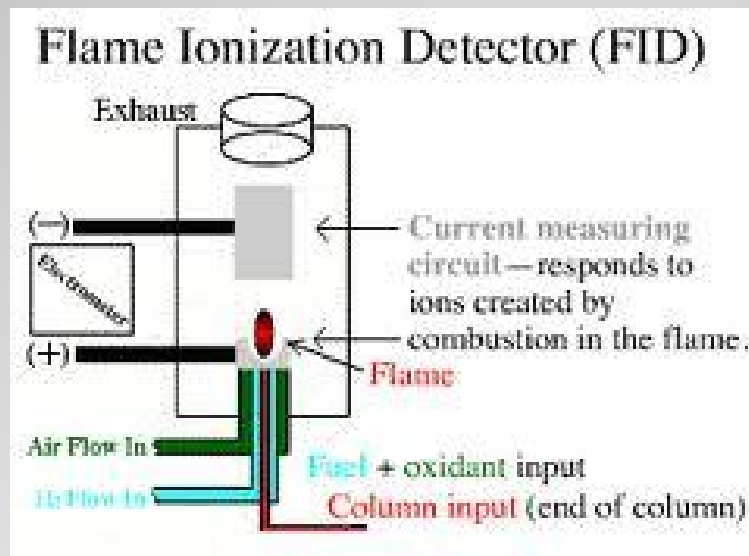
Temperature (°C)





Flame Ionization detector

- Κατάλληλη για ανίχνευση υδρογονανθράκων
- Πυρόλυση των ενώσεων

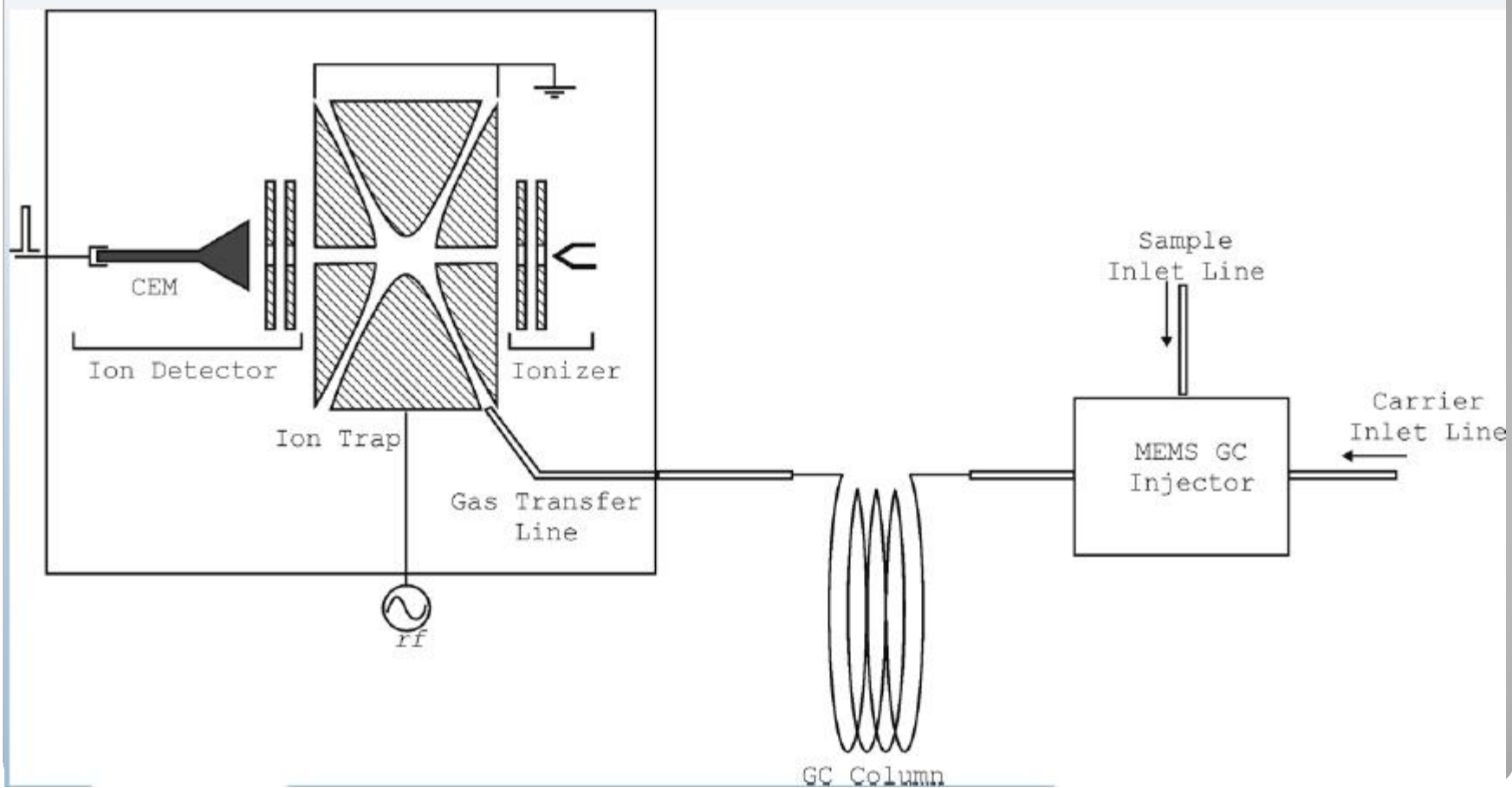


Flame Ionization detector

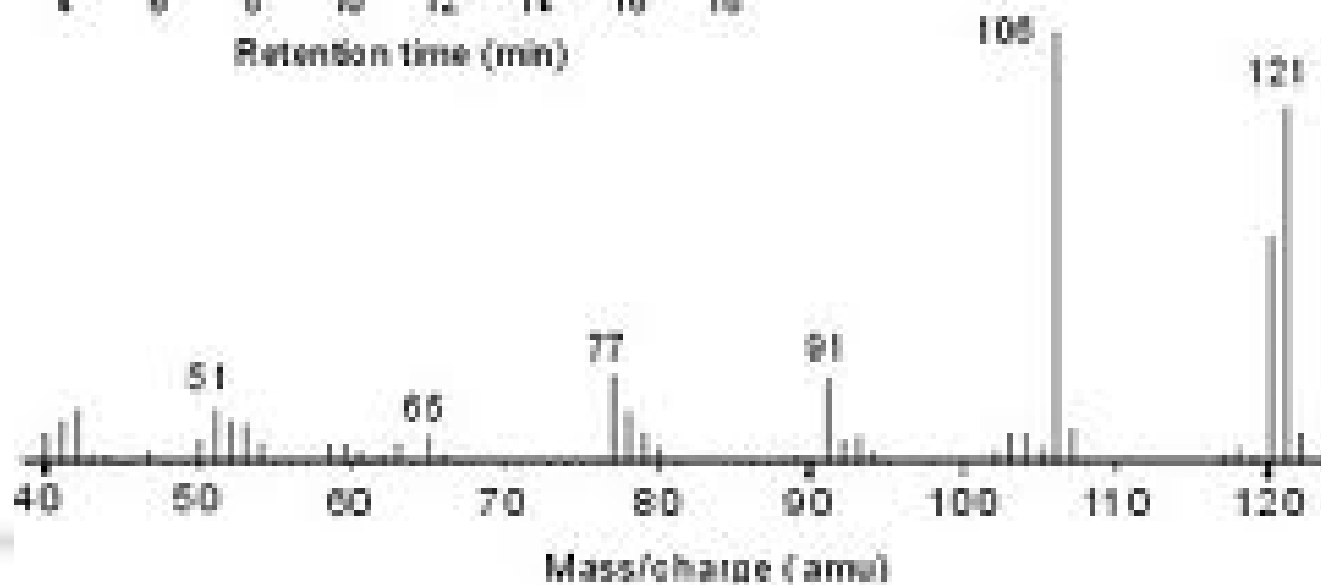
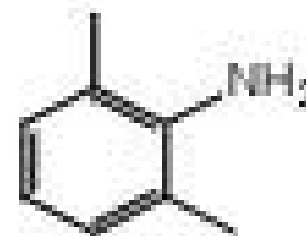
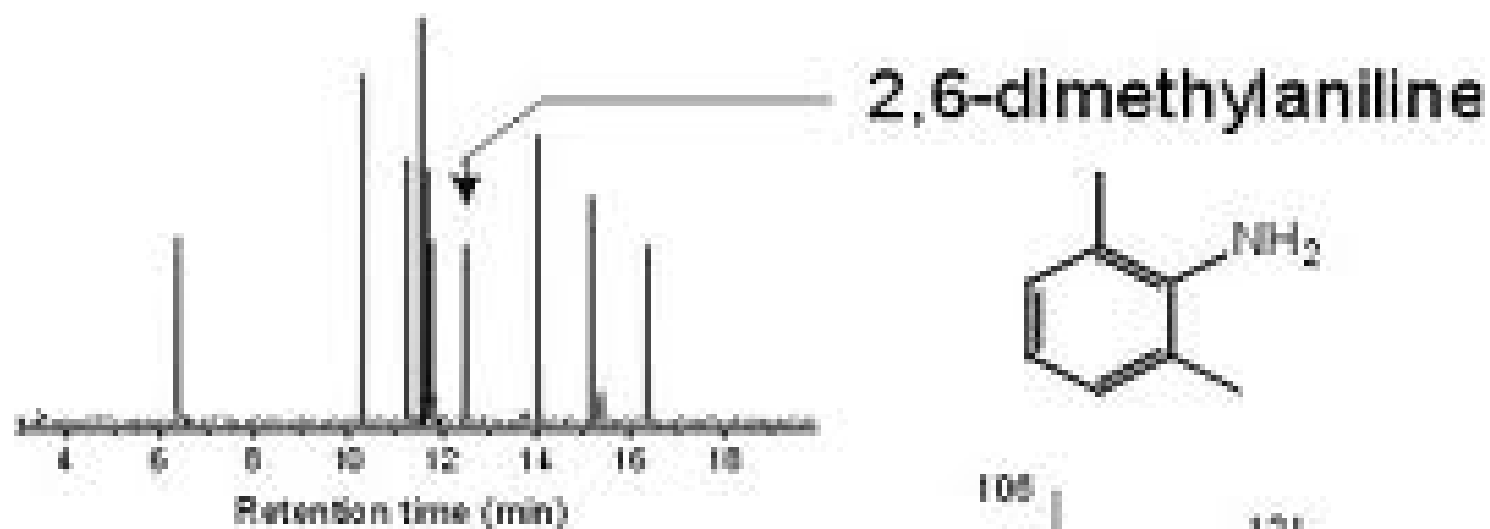
Summary:

- **FID responds best to hydrocarbons**
- **Responds linearly over 6 orders of magnitude**
- **Detection limits femtograms (10^{-15} g)**

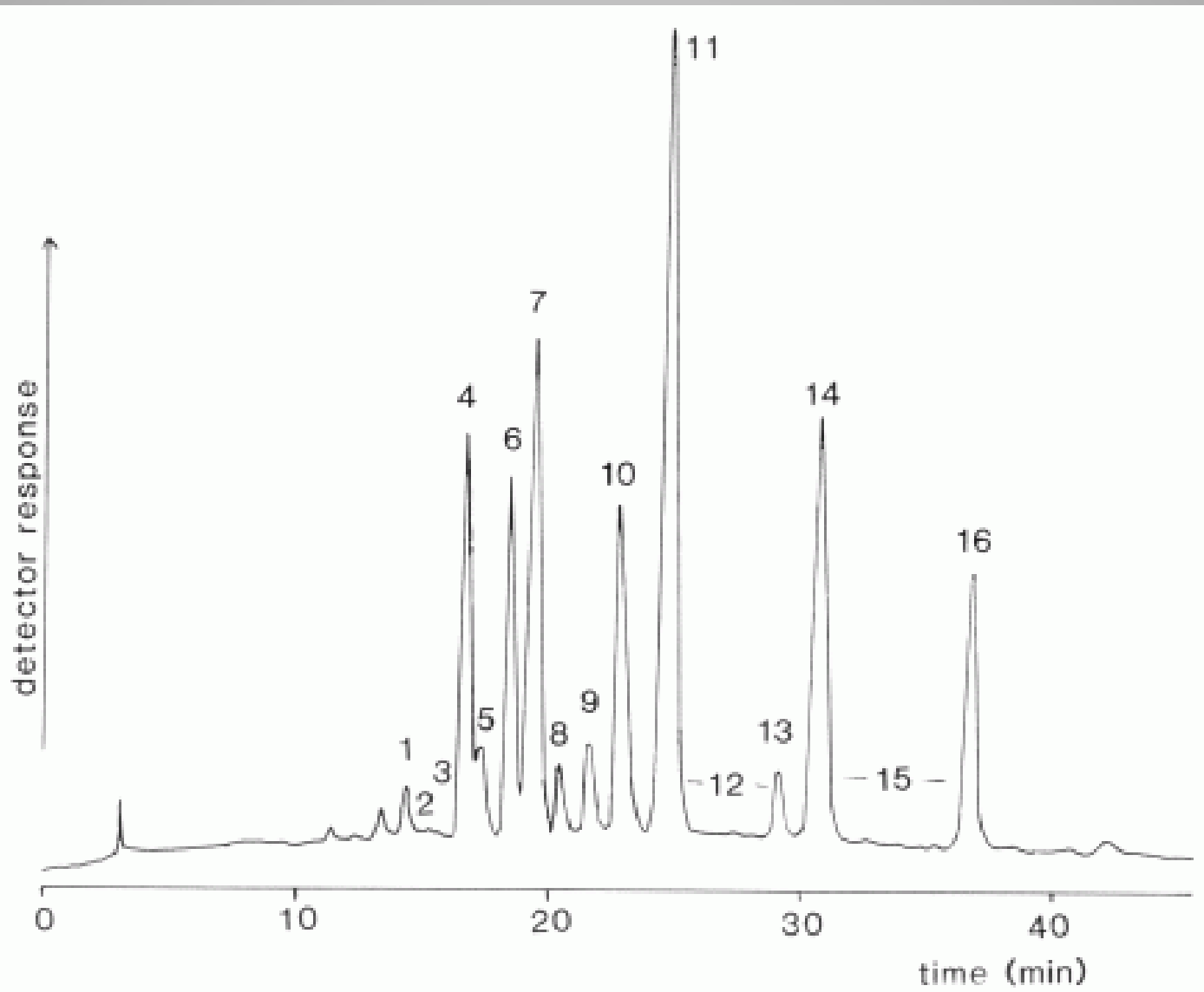
GC-MS



GC-MS



GC-MS



Kovats retention index or Kovats index

$$I = 100 \times \left[n + (N - n) \frac{\log(t'_{r(\text{unknown})}) - \log(t'_{r(n)})}{\log(t'_{r(N)}) - \log(t'_{r(n)})} \right]$$

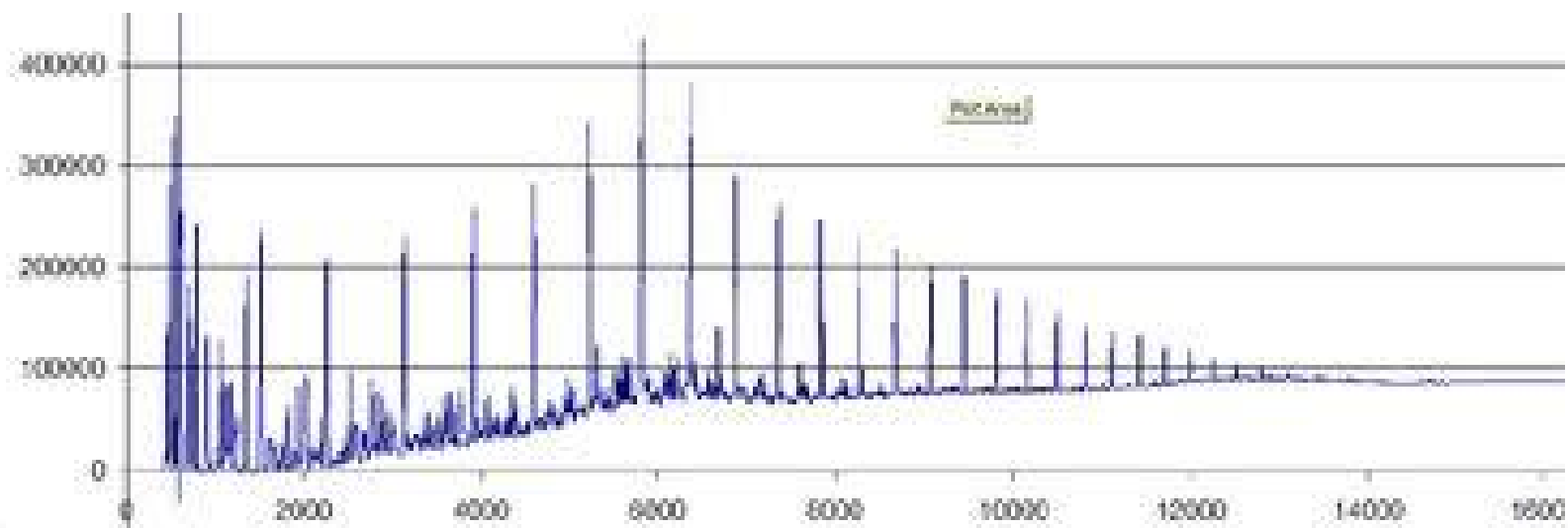
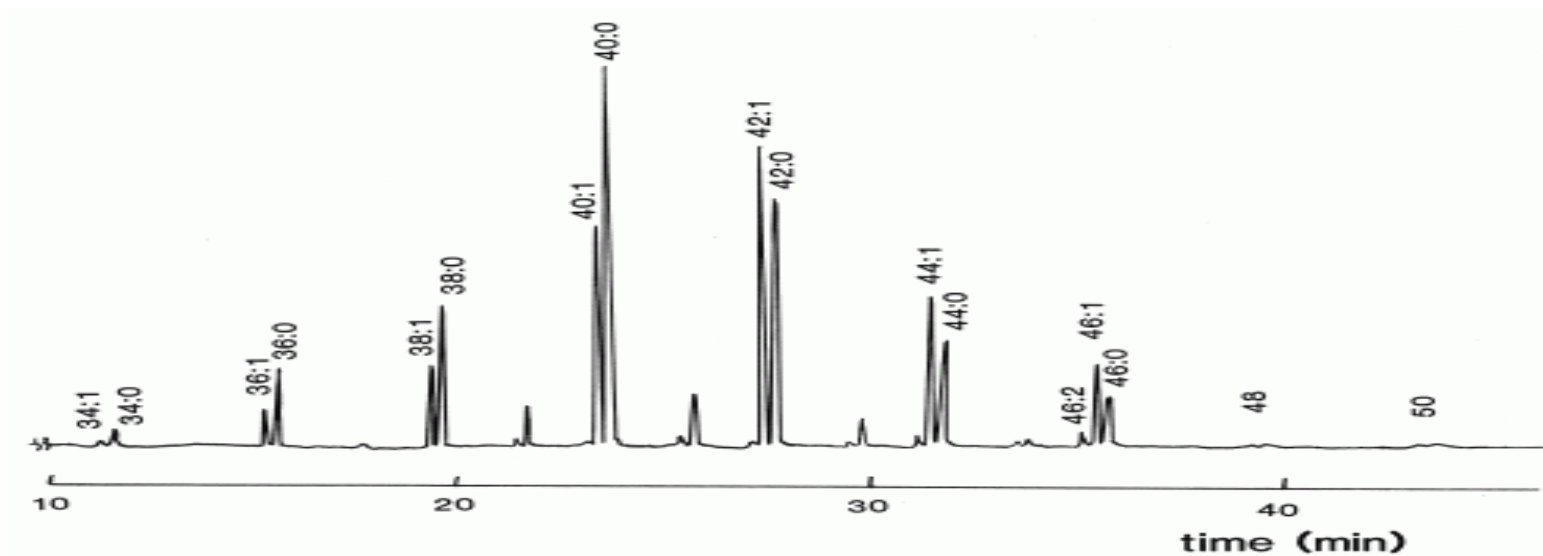
I = Kovats retention index,

n = the number of carbon atoms in the smaller alkane,

N = the number of carbon atoms in the larger alkane,

t'_r = the adjusted retention time.

GC-MS with Kovats



Supercritical fluid chromatography

Είναι χρωματογραφική τεχνική κανονικής φάσης κατάλληλη για διαχωρισμό ευαίσθητων και *χειρόμορφων* προϊόντων

Στατική φάση ότι και στην HPLC

Κινητή φάση: CO_2 , $\text{CO}_2 + \text{EtOH}$

