
Analiza chromatograficzna GC-FID substancji o działaniu biologicznym po ekstrakcji z preparatów farmaceutycznych

Chromatografia gazowa jest jedną z najpowszechniej stosowanych w praktyce laboratoryjnej metod analizy instrumentalnej. Umożliwia ona rozdział złożonych mieszanin oraz jakościową i ilościową analizę substancji, które w warunkach chromatografowania mają postać gazów lub par. Szacuje się, że ok. 20% związków chemicznych spełnia ten warunek. Są to substancje gazowe, ciekłe i stałe, których temperatura wrzenia i sublimacji (bez rozkładu) nie przekracza 350 – 4000C.

Celem ćwiczenia jest oznaczanie zawartości kwasów omega-3 w preparacie farmaceutycznym techniką kapilarną chromatografii gazowej z dozowaniem z podziałem próbki (split – injection) i detekcją płomieniowo jonizacyjną (FID) z zastosowaniem heptadekanianu metylu jako wzorca wewnętrznego.

Aparatura:

Chromatograf gazowy TRACE GC z dozownikiem split-splitless, detektor FID

Kolumna kapilarna HP-1 (crosslinked metyl siloxane 15m/0.25 mm/0.1µm film thickness)

Butle ciśnieniowe z gazami technicznymi o klasie czystości 5.0 (99.999%): hel (gaz nośny) oraz do detektora FID wodór, azot (make up gas) i powietrze.

Strzykawka chromatograficzna o pojemności 10µL i długości igły 50mm

Komputer PC z zainstalowanym oprogramowaniem: Chrom Card for TRACE ver 2.01.

Warunki analizy chromatograficznej:

- Stały przepływ gazu nośnego przez kolumnę – 3,6 mL/min (57 cm/s)
- Program temperaturowy pieca chromatografu: izoterma 700C (przez 1 min), przyrost temperatury z prędkością 10⁰C/min do 250⁰C (6 min)
- Detektor: maksymalna czułość, temperatura 260⁰C, wodór 35 mL/min, powietrze 350 mL/min, azot 33 mL/min
- Dozowanie strzykawką 1.0 µL analizowanych próbek do kolumny kapilarnej przez dozownik z dzieleniem strumienia gazu (split, przy zadanym podziale 1:20)
- Metoda z użyciem wzorca wewnętrznego w oparciu o pole powierzchni pików.