

### ***3. predavanje***

## **Karakterizacija materijala**

**Prof. dr. sc. Danijela Ašperger**



**Elektroanalitičke metode**  
**Kromatografske metode**



# ELEKTROANALITIČKE METODE

- Sve elektroanalitičke metode tokom provedbe elektroanalitičkog postupka u elektrokemijskoj ćeliji sadrže **radnu ili indikatorsku** elektrodu na kojoj se odvija reakcija.
- Signal odziva je posljedica prisutnosti određene molekulske vrste u otopini (indikatorska elektroda) ili posljedica signala pobude (prisila izvana) kojeg dovodimo na radnu elektrodu.



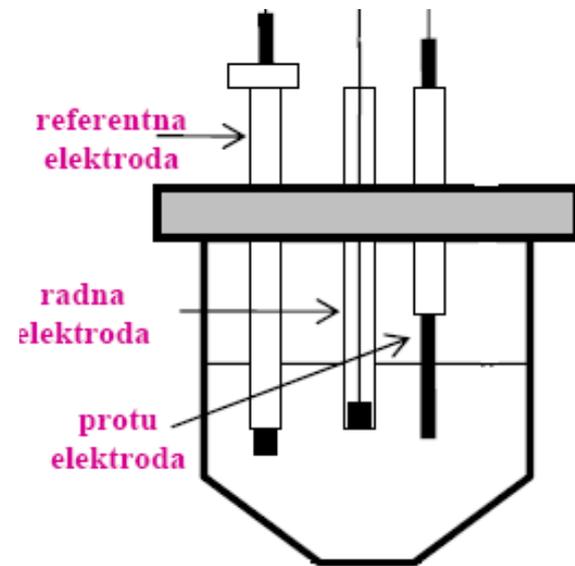
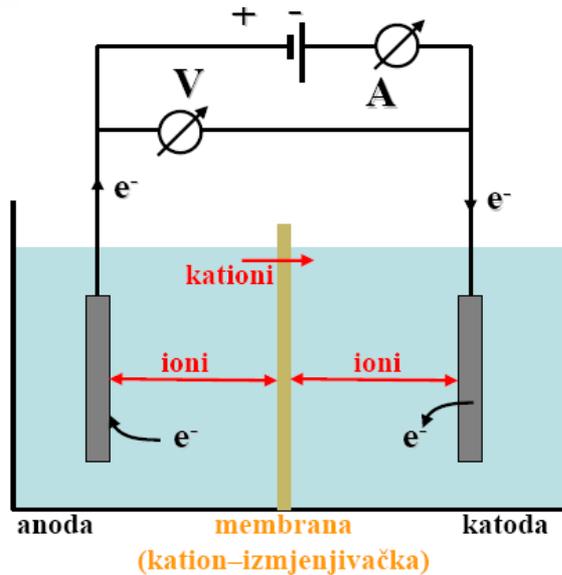
Shema provedbe elektroanalitičkog postupka



## Signal pobude

- Električne veličine:
  - El. napon
  - El. struja
  - El. naboj
  - Frekvencija el. signala
- Promjena temperature
- Elektromagnetsko zračenje
  - UV
  - Vidljivo svjetlo
- Kemijske veličine:
  - Promjena aktiviteta iona (koncentracije) ispitivane molekulske vrste
  - Promjena molekulske vrste

# Elektrokemijska ćelija



**Katoda** – elektroda na kojoj se odvija reakcija redukcije

**Anoda** – elektroda na kojoj se odvija reakcija oksidacije

**Osnovni elektrolit** – kiselina, sol ili baza, omogućava dobru električnu vodljivost otopine

**Otapalo** – mora dobro otapati reaktant, produkte ali i osnovni elektrolit, mora imati veliku dielektričnu konstantu

**Membrana** – separator koji odvaja anodni od katodnog prostora

**Posuda** – u kojoj se sve to nalazi

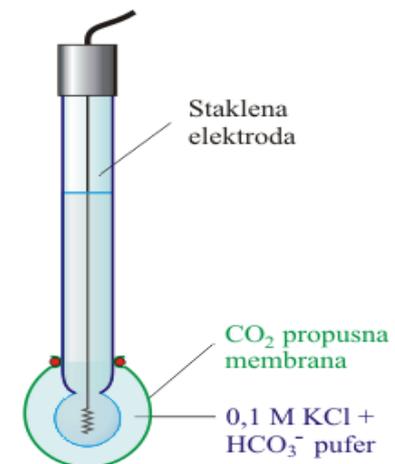


## Signal odziva

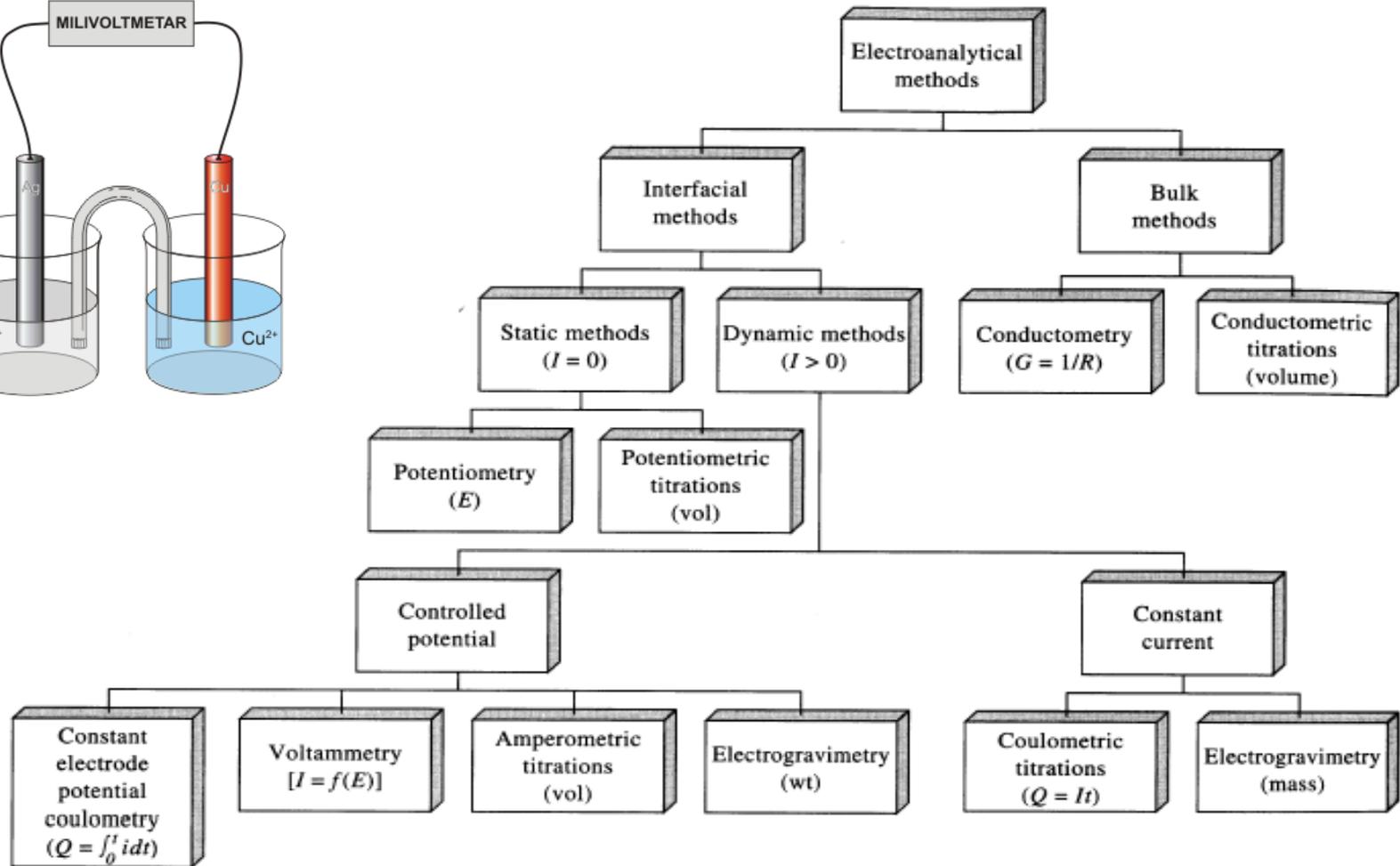
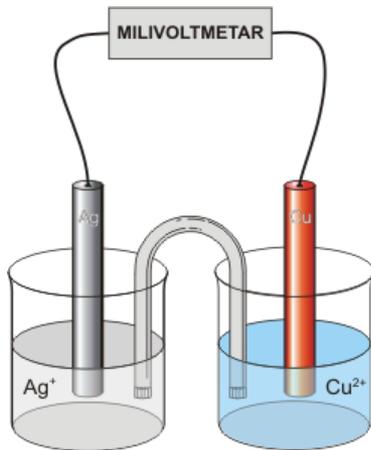
- Električne veličine:
  - El. napon
  - El. struja
  - El. naboj
  - Frekvencija el. signala
- Kemijske veličine
  - Masa izlučene tvari
  - Volumen izlučene tvari

# Elektrode

- Membranske elektrode
  - elektrode koje informaciju o koncentraciji analita dobivaju mjerenjem membranskog potencijala.
- Metalne elektrode :
  - Prve vrste - metalne elektrode u direktnoj ravnoteži sa svojim kationom u otopini
  - Druge vrste - metalne elektrode u ravnoteži sa slabo topljivom soli vlastitog kationa, njihov odziv je ovisan ne samo o koncentraciji vlastitog kationa nego i o anionu slabo topljive soli ili stabilnog kompleksa
  - Inertne
  - Referentne ( $\text{Ag}/\text{AgCl}$ ,  $\text{HgCl}/\text{HgCl}_2$ )



# Podjela elektroanalitičkih metoda



# Konduktometrija

- Elektroanalitička metoda koja se temelji na električnoj provodnosti elektrolita u ćeliji, znači mjerimo električnu vodljivost (koncentracija i pokretljivost).
- Podjela konduktometrijskih metoda:
  - Izravna konduktometrija
  - Konduktometrijska titracija

$$\kappa = \frac{1}{\rho} = \frac{C}{R}$$

$$\lambda = \frac{\kappa}{c}$$

$$u_i = \frac{\lambda_{0,i}}{F}$$

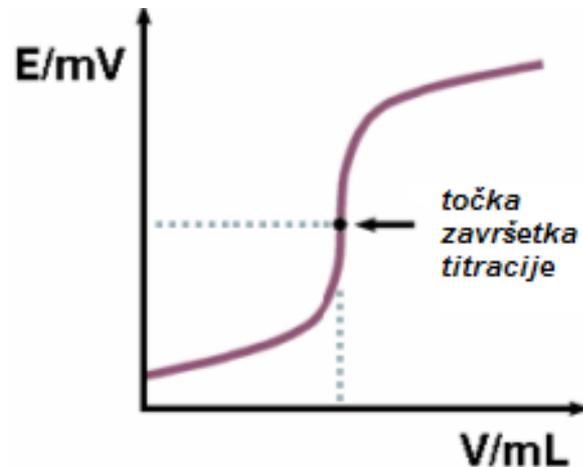
- 
- U obje metode signal pobude je izmjenični napon konstantne vrijednosti, a posljedica je izmjenična struja tj. izmjenična struja kao funkcija volumena titranta.
  - Konduktometrija nije selektivna metoda jer svi prisutni ioni sudjeluju u električnoj vodljivosti.
  - Zbog ne selektivnosti izravna konduktometrija ima relativno ograničenu primjenu.
  - Širu primjenu ima konduktometrijska titracija jer mjerenje električne vodljivosti služi samo za određivanje točke ekvivalencije.



# Potenciometrija

- Potenciometrija je elektroanalitička tehnika koja se osniva na praćenju potencijala elektrokemijskog članka.
- Sastoji se u pravilu od dvije elektrode: referentne i indikatorske.
- Podjela potenciometrijskih metoda:
  - Redoks potenciometrija (kovinska elektroda)
  - Redoks potenciometrijska titracija (kovinska elektroda)
  - pH, pA, pM potenciometrija (membranska elektroda)
  - pH, pA, pM potenciometrijska titracija (membranska elektroda)

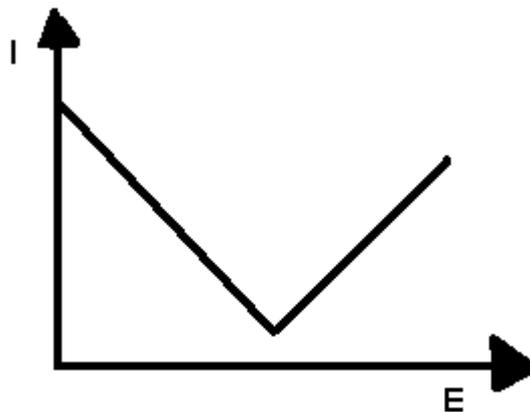
- Prve dvije za signal pobude imaju omjer koncentracije oksidiranog i reduciranog oblika redoks sustava, dok treća aktivitet (koncentraciju), odnosno četvrta promjenu aktiviteta aktivnog iona zbog dodatka titranta.
- Signal odziva u svim potenciometrijama je električni napon, tj. promjena električnog napona kao funkcija volumena titranta.



Grafički prikaz ovisnosti  $E$  o  $V$  pri potenciometrijskoj titraciji

# Amperometrijska titracija

- Amperometrijska titracija je vrsta titracije pri kojoj određujemo točku ekvivalencije preko mjerenja struje koja nastaje titracijskom reakcijom.
- Signal pobude je konstantan napon elektrolize, a pratimo promjenu struje (redukcije ili oksidacije) kao funkciju volumena titranta čiji je uzrok elektrokemijska reakcija redukcije ili oksidacije na radnoj elektrodi.



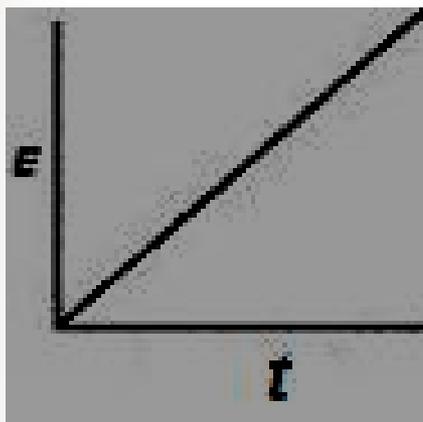
Grafički prikaz ovisnosti  $I$  o  $E$  pri amperometrijskoj titraciji



# Voltometrija

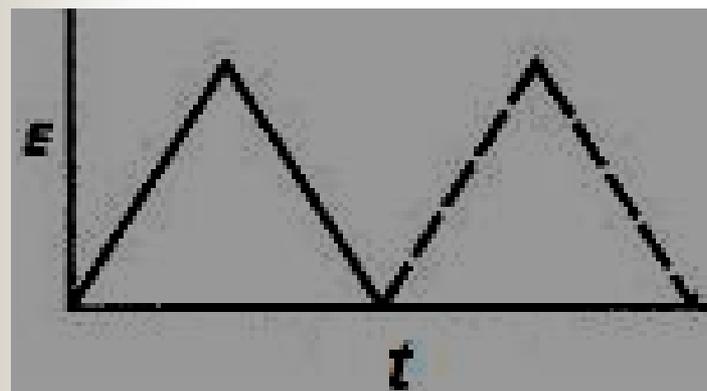
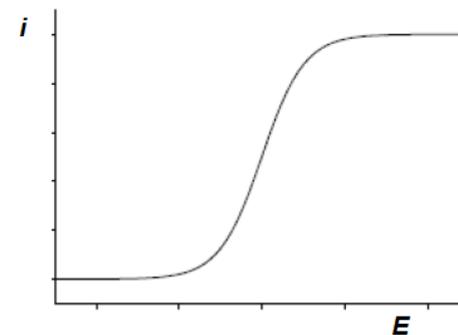
- Voltometrija uključuje grupu elektrokemijskih metoda u kojoj informaciju o količini i vrsti analita saznajemo mjerenjem struje kao funkcije potencijala narinutog na elektrodu.
- Podjela voltometrijskih metoda:
  - Klasična polarografija, istosmjernu polarografiju
  - Voltometrija s linearnom promjenom potencijala i ciklička voltometrija
  - Pulsna polarografija
  - Diferencijalna pulsna polarografija
- Kod klasične i linearne (cikličke) voltometrije signal pobude je linearna promjena potencijala (s promjenom smjera) po vremenu, a kao odaziv dobivamo promjenu struje ćelije kao funkciju narinutog napona.

## Signal pobude

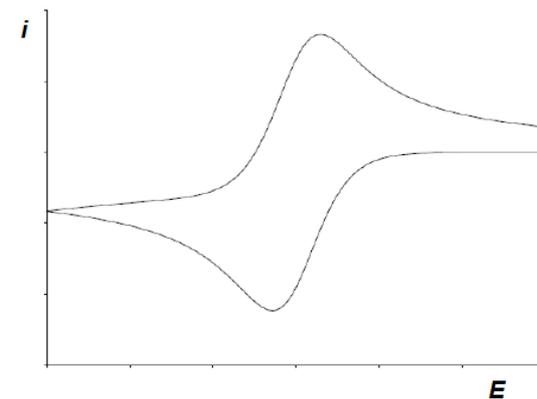


Grafički prikaz ovisnosti  $E$  o  $t$  pri klasičnoj voltametriji

## Signal odziva

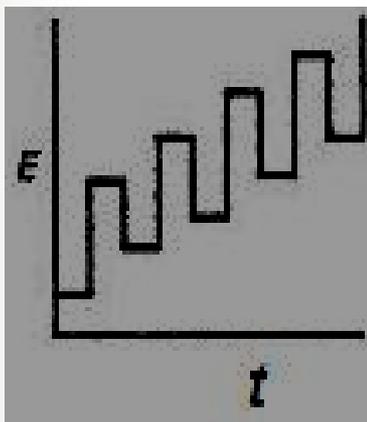


Grafički prikaz ovisnosti  $E$  o  $t$  pri cikličkoj voltametriji

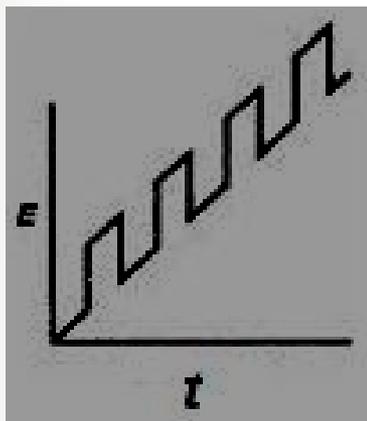


- 
- Kod pulsne polarografije skokovita promjena potencijala s linearnim porastom amplitude kao funkcije vremena uzrokuje promjenu struje ćelije.
  - Linearna promjena potencijala sa superponiranim kvadratičnim naponskim impulsima uzrokovat će promjenu u struji ćelije kao funkciju linearnog rastućeg napona u diferencijalnoj pulsnoj polarografiji.

## Signal pobude

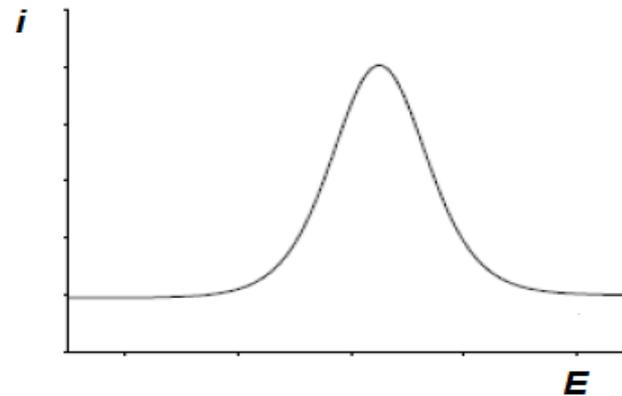
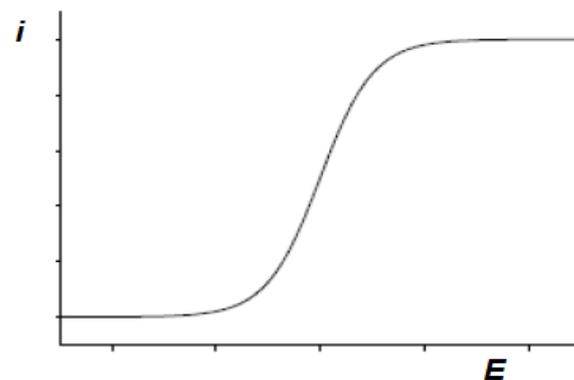


Grafički prikaz ovisnosti  $E$  o  $t$  pri pulsnoj polarografiji



Grafički prikaz ovisnosti  $E$  o  $t$  pri diferencijalnoj pulsnoj polarografiji

## Signal odziva





# Elektrogravimetrija

- **Elektrogravimetrija je elektroanalitička metoda kvantitativne analize koja se temelji na porastu mase katode redukcijom metalnog iona iz otopine.**
- Vaganjem katode prije i poslije elektrolize dobije se cjelokupna količina prisutnog metalnog iona u otopini
- Signal pobude je konstantan potencijal (potenciostat) ili struja (galvanostat, amperostat) elektrolize radi koje se izlučuje određena masa tvari na radnoj kovinskoj elektrodi (veća površina).

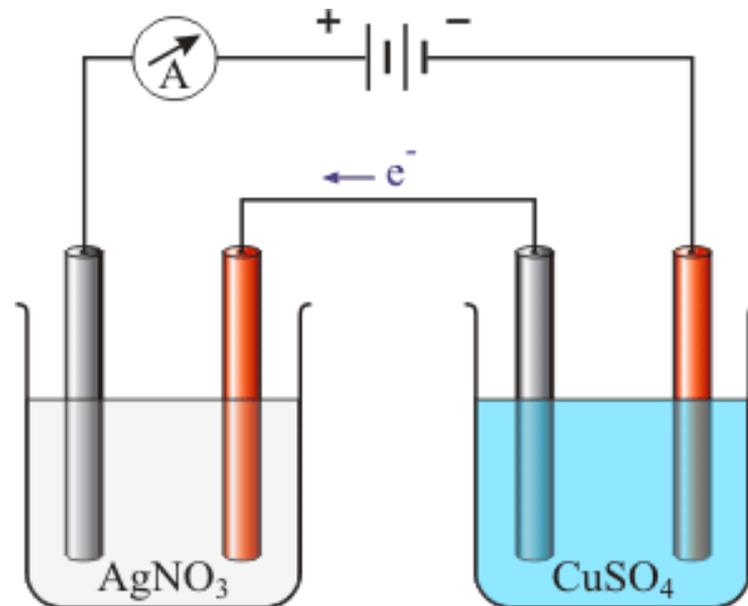
# Kulometrija

- Kulometrija je elektroanalitička metoda koja se osniva na mjerenju količine električnog naboja potrebnog za elektrolizu pri konstantnom potencijalu (potenciostat) ili struji (amperostat).
- Podjela kulometrijskih metoda:
  - Izravna kulometrija – ako je određivana tvar istovremeno elektroaktivna tvar.
  - Neizravana kulometrija – ako je neka druga tvar elektroaktivna, a nastali produkt reakcije reagira kvantitativno s određenom tvari u ćeliji.

$$Q = zFn = zFm / M$$

$$Q = \int_{t_0}^{t_1} i dt$$

## LITERATURA:



I. Piljac,  
*Elektroanalitičke metode*  
RMC, Zagreb 1995.



# **KROMATOLOGRAFIJA**

*Metoda odjeljivanja i analiziranja tvari koja se temelji na različitoj sorpciji sastojaka na prikladnom sorbensu.*

## **KROMATOLOGRAFSKI SUSTAV ČINE:**

- pokretna faza
- nepokretna faza
- ispitivani spoj



# **KROMATOGRAFSKE TEHNIKE**

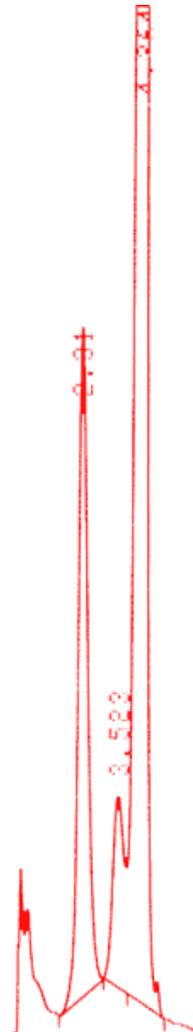
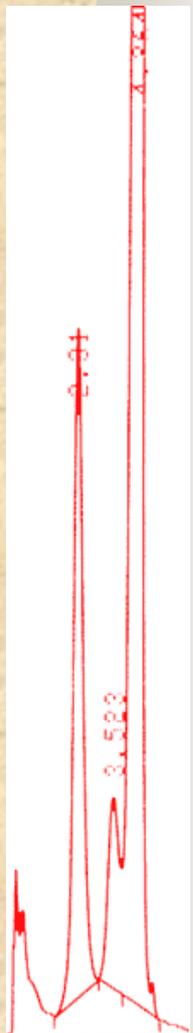
- ❑ Obzirom na ravnotežu između pokretne i nepokretne faze:
  - razdjelna kromatografija
  - adsorpcijska kromatografija
  - afinitetna kromatografija
  - kromatografija isključenjem
  - ionska kromatografija
  
- ❑ Na temelju sastava pokretne faze:
  - plinska kromatografija
  - tekućinska kromatografija
  - fluidna kromatografija u superkritičnim uvjetima
  
- ❑ Na temelju sastava nepokretne faze:
  - plošna kromatografija
    - tankoslojna kromatografija
    - kromatografija na papiru
  - kromatografija na stupcu ili u koloni

# **KROMATOGRAM**

*Zapisak koncentracijskog ili masenog profila  
ispitivanog sastojka nakon separacije.*

## **PARAMETRI KROMATOGRAFSKOG RAZDVAJANJA**

1. zadržavanje
2. protok kroz porozni medij
3. širenje kromatografske zone



# 1. Zadržavanje

- ❖ *zadržano vrijeme*  $t_m$ , vrijeme koje prođe od trenutka injektiranja tvari koja se ne veže na nepokretnu fazu do trenutka njezine detekcije
- ❖ *vrijeme zadržavanja otopljene tvari*  $t_R$ , vrijeme od trenutka unošenja uzorka do vremena maksimalnog odziva za pojedinu tvar
- ❖ *prilagođeno vrijeme zadržavanja*  $t_{R''}$ , vrijeme koje otopljena tvar provede vezana uz nepokretnu fazu

$$t_R = t_m + t_{R''}$$

- ❑ *faktor zadržavanja*  $k$  , omjer vremena koje otopljena tvar provede u nepokretnoj fazi i vremena koje provede u pokretnoj fazi

$$k = \frac{t_{R''}}{t_m} \qquad t_R = \frac{L}{v} (k + 1)$$

$L$ -duljina stupca  
 $v$ -prosječna brzina pokretne faze

- ❑ *separacijski faktor*  $\alpha$  , mjera selektivnosti kromatografskog sustava

$$\alpha = \frac{t_{R''}(A)}{t_{R''}(B)} \qquad \alpha = \frac{k(A)}{k(B)}$$



## 2. Protok kroz porozni medij

- Pokretna faza kroz sloj nepokretne faze u stupcu protječe njezinim međuprostorima
- Darcyjev zakon

$$v(x) = \frac{-K}{\eta} \cdot \frac{dP}{dX}$$

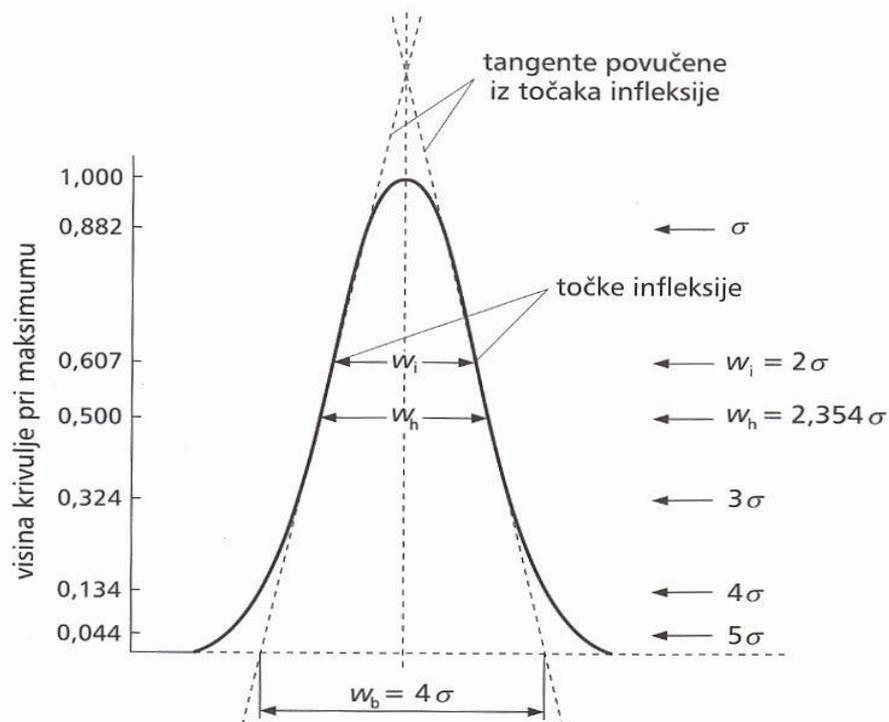
$v(x)$  - brzina pokretne faze u točki  $x$

$K$  - propusnost stupca

$\eta$  - viskoznost pokretne faze

### 3. Širenje kromatografske zone

*Prolaskom kroz kromatografski stupac, kromatografska zona se širi proporcionalno duljini putovanja ili vremena*



$$n = \left( \frac{t_R}{\sigma_t} \right)^2$$

$$N = n \left( \frac{k}{k+1} \right)^2$$

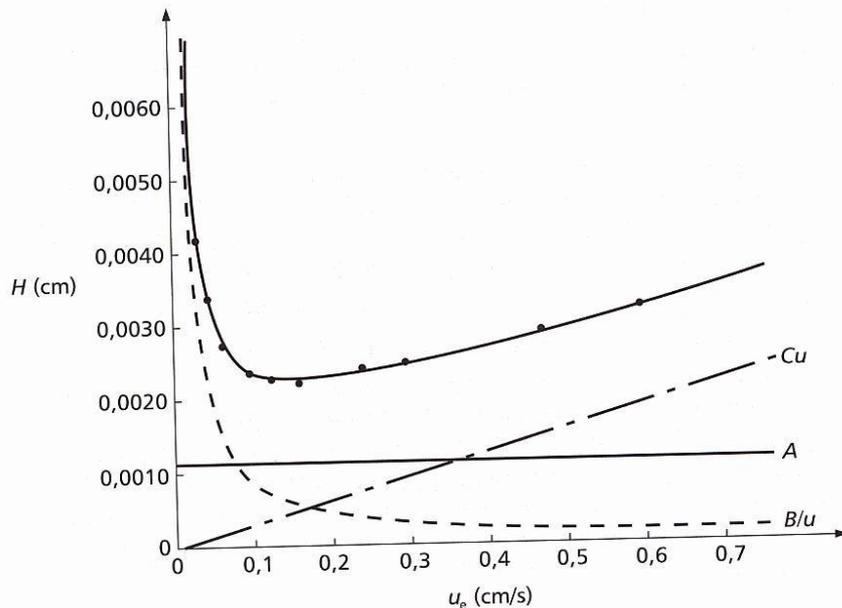
$n$  – broj teoretskih tavana

$N$  – broj efektivnih odsječaka

Karakteristična svojstva kromatografske krivulje

## Uzroci širenja kromatografske vrpce:

- ❑ otpor prijenosu mase u obje faze
- ❑ brzina protoka kroz nepokretnu fazu
- ❑ uzdužna difuzija
- ❑ nepredvidljiva sorpcija i desorpcija molekula



Ovisnost širenja kromatografske vrpce o brzini pokretne faze

Ukupna visina odsječka, *HETP*:

$$HETP = H_E + H_L + H_S + H_M$$

$$HETP = A + B/v + (C_S + C_M)v$$

$A$  - prijenos vrtložne difuzije

$B$  - prijenos uzdužne difuzije

$C_S$  i  $C_M$  - prinosi zbog prijenosa mase u nepokretnoj i pokretnoj fazi



# **PLINSKA KROMATOGRFIJA**

## **Tehnike pri plinskoj kromatografiji:**

- plinsko-adsorpcijska kromatografija,  
nepokretna faza čvrsti adsorbens
- plinsko-tekućinska kromatografija,  
nepokretna faza selektivna kapljevina  
nanesena u tankom sloju na veliku, inertnu  
čvrstu površinu



# TEKUĆINSKA KROMATOGRFIJA

- ❑ pokretna faza: kapljevina
- ❑ nepokretna faza: različiti sorbensi

## Podjela:

1. adsorpcijska kromatografija, nepokretna faza je sorbens
2. razdjelna kromatografija, kapljevinska nepokretna faza nanescna je na čvrsti inertni nosač

- ❑ pokretna faza konst. sastava i brzine, učinkovitost ovisi o:
  1. duljini stupca
  2. promjeru čestica punjenja
  3. radnom tlaku
- ❑ povišena temperatura
- ❑ podešavanjem protoka



## **KROMATOLOGRAFIJA NORMALNIH FAZA**

- ❑ nepokretna faza-polarna (silikagel, neutralni aluminijev oksid)
- ❑ pokretna faza-nepolarna (organska otapala)
- ❑ odjeljivanje ovisi o interakciji polarnog analita s polarnom nepokretnom fazom
- ❑ nepolarni spojevi slabo reagiraju s nepokretnom fazom

## **KROMATOLOGRAFIJA OBRATNIH FAZA**

- ❑ nepokretna faza nepolarna (modificirani silikagel)
- ❑ pokretna faza polarna (smjesa vode i polarnog organskog otapala)
- ❑ mehanizam razdvajanja temelji se na hidrofobnosti analita



## **ODJELJIVANJE IONIZIRANIH SPOJEVA**

- ❑ nemogućnost odvajanja zbog čvrste veze s polarnim silanolnim skupinama na površini silikagela
- ❑ za odvajanje jače ioniziranih spojeva

## **IONSKA KROMATOGRAFIJA**

Tekućinska kromatografija na stupcu kojoj se separacijski mehanizam temelji na fenomenu ionske izmjene:

1. podešavanje uvjeta u otopini
2. eluiranje vezane molekule promjenom medija
3. regeneracija ionskog izmjenjivača dovođenjem u početno stanje



❑ ionski izmjenjivač sastoji se od netopljivog anorganskog, polimernog ili polisaharidnoga kostura na koji su kovalentnom vezom vezane nabijene skupine; na njih se veže protuion

❑ faktor zadržavanja

$$k = \frac{V_{R1} - V_t}{V_t}$$

❑ separacijski faktor  $\alpha$  - sposobnost sustava da razluči dva susjedna spoja

$$\alpha = \frac{k_2}{k_1} = \frac{V_{R2}}{V_{R1}}$$

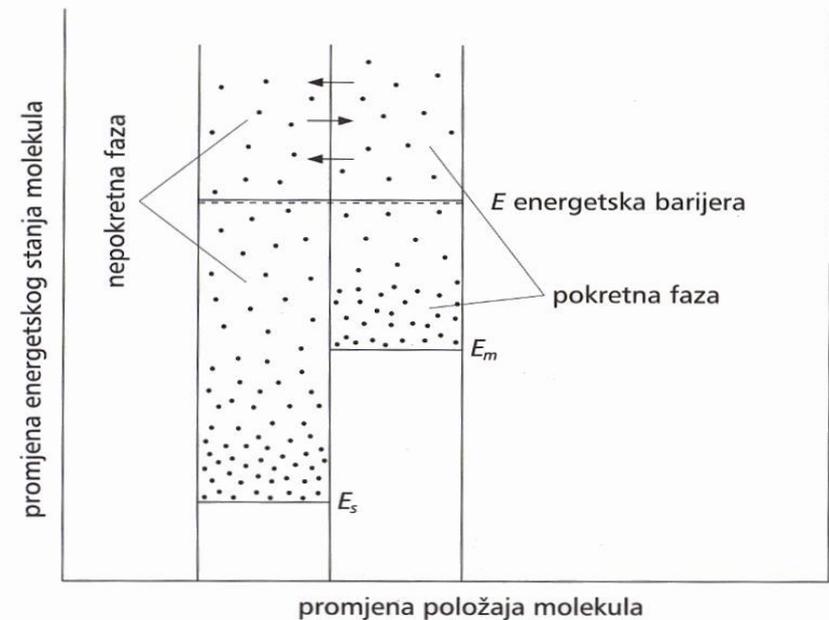
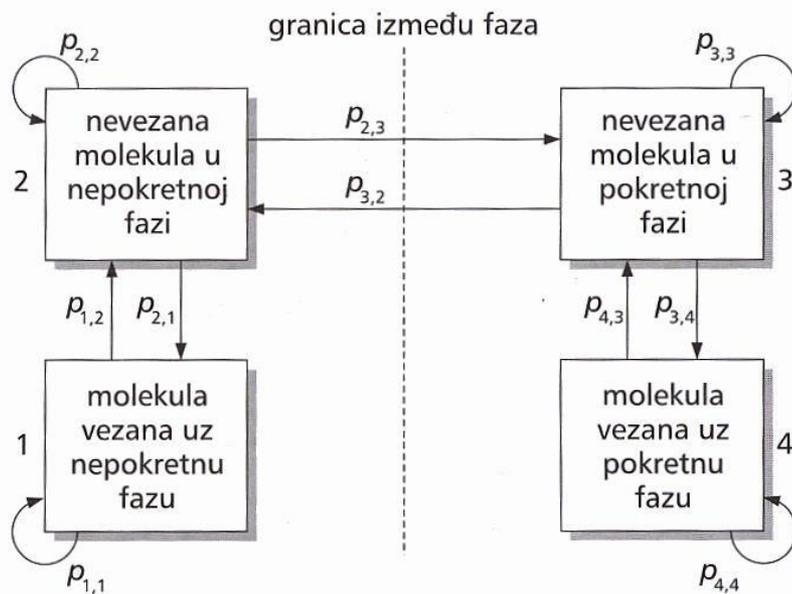
anionski izmjenjivač	funkcionalna skupina
dietilaminoetil (DEAE)	- O - CH <sub>2</sub> - CH <sub>2</sub> - N <sup>+</sup> H(CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>
kvaterni aminoetil (QAE)	- O - CH <sub>2</sub> - CH <sub>2</sub> - N <sup>+</sup> (C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> - CH <sub>2</sub> - CHOH - CH <sub>3</sub>
kvaterni amonij (Q)	- O - CH <sub>2</sub> - CHOH - CH <sub>2</sub> - O - CH <sub>2</sub> - CHOH - CH <sub>3</sub> - N <sup>+</sup> (CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>
kationski izmjenjivač	funkcionalna skupina
karboksimetil (CM)	- O - CH <sub>2</sub> - COO <sup>-</sup>
sulfopropil (SP)	- O - CH <sub>2</sub> - CHOH - CH <sub>2</sub> - O - CH <sub>2</sub> - CH <sub>2</sub> - CH <sub>2</sub> SO <sub>3</sub> <sup>-</sup>
metilsulfonat (S)	- O - CH <sub>2</sub> - CHOH - CH <sub>2</sub> - O - CH <sub>2</sub> - CHOH - CH <sub>3</sub> SO <sub>3</sub> <sup>-</sup>

Funkcionalne skupine u ionskoj izmjeni

# ČIMBENICI KOJI UTJEČU NA KROMATOGRAFSKI PROCES I ŠIRENJE KROMATOGRAFSKE ZONE

## 1. Energetska barijera

□ promatranje molekule u idealiziranim uvjetima  $A_1 \xrightleftharpoons[k_{21}]{k_{12}} A_2$



Vjerojatnost prijelaza molekula iz faze u fazu tijekom kromatografskog procesa

Shematski prikaz energetskeg stanja molekula u nepokretnoj i pokretnoj fazi



## **2. Veličina i geometrijski oblik zrna sorbensa koji tvori nepokretnu fazu**

- ❑ zrna sorbensa manja → prolaz pokretne faze teži, te je brzina pokretne faze mala
- ❑ manja zrnca → velika aktivna površina
- ❑ velika zrnca → manja aktivna površina → brži protok pokretne faze

### **3. Temperatura sustava**

### **4. Brzina pokretne faze**

### **5. Priroda veze**

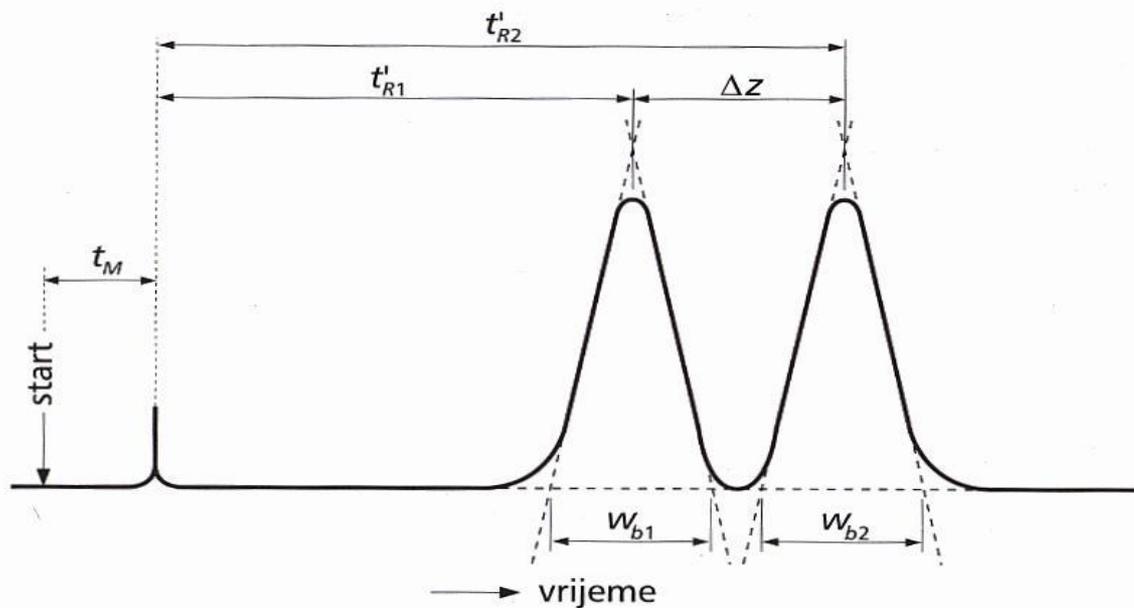
### **6. Količina ispitivanog spoja**

### **7. Kapilarnost**

## Razlučivanje kromatografskih zona

□  $R_S$ -vrijednost:

$$R_S = \frac{2(t_{R1} - t_{R2})}{w_{b1} + w_{b2}} \rightarrow R_S = \frac{\Delta z}{4\sigma}$$



Određivanje razlučivanja dviju susjednih zona

$$R_F = \frac{l}{L}$$

$$R_F = \frac{l}{L} \Rightarrow \frac{t_m}{t_u} = \frac{t_m}{t_m + t_{R''}}$$

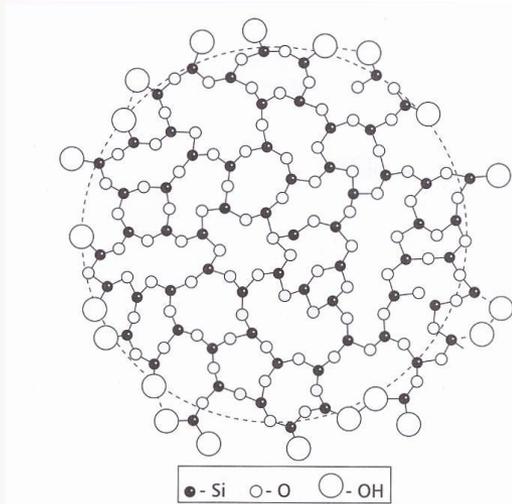
$$R_F = \frac{1}{k+1}$$

$$k = \frac{1 - R_F}{R_F}$$

$$R_m = \log \frac{1 - R_F}{R_F}$$

# Nepokretna faza

- ❑ čvrsta tvar ili kapljevina na inertnom nosaču
- ❑ sorbensi se obzirom na kemijsku strukturu i polarnost dijele na:
  - polarni anorganski (hidrofilni-silikagel,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  i Mg-silikat)
  - nepolarni anorganski (aktivni ugljen i grafit)
  - polarne vezane faze (aminopropil, cijanopropil, diol)
  - nepolarne vezane faze (alkani,  $\text{C}_8$  i  $\text{C}_{18}$  ugljikovodici)
  - polarni organski (celuloza, hitin, poliamid)
- ❑ izbor ovisi o prirodni ispitivanog spoja, prirodni ravnoteže i vrsti veze



Na površini silikagela nalaze se:

a) siloksan skupine

$$\begin{array}{c} | \qquad \qquad | \\ \text{--- Si --- O --- Si ---} \\ | \qquad \qquad | \end{array},$$

b) silanolne skupine

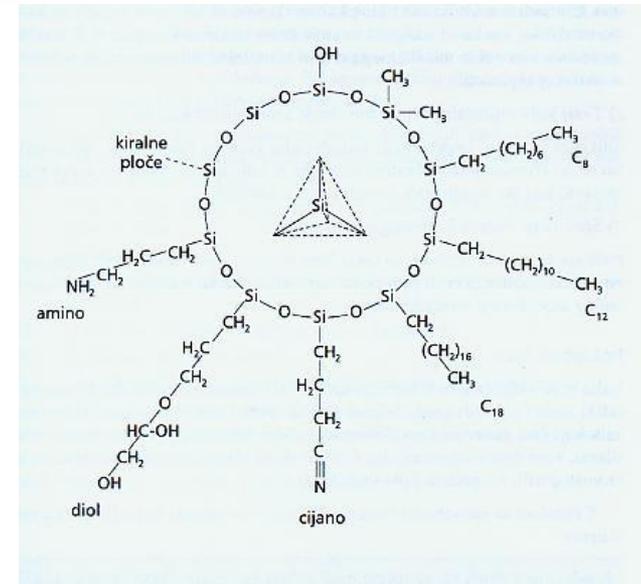
$$\begin{array}{c} | \qquad \qquad | \\ \text{--- Si(OH) --- O --- Si(OH) ---} \\ | \qquad \qquad | \end{array},$$

c) voda vezana vodikovom vezom na silanolne skupine,  
d) kapilarno vezana voda.

# Modificirane silikagelne podloge

## 1. Kemijski vezane faze

- ❑ hidroksilne skupine silikagela mogu se zamijeniti
  - a) polarnim funkcionalnim skupinama
  - b) nepolarnim lancima ugljikovodika
  
- ❑ svojstva kemijski vezanih faza ovise
  - o vrsti i duljini vezanih lanaca ugljikovodika
  - o pokrivenosti površine vezanom skupinom
  - o vrsti intermolekulskih interakcija organskog otapala i funkcionalne skupine na površini adsorbensa





## 2. Fizikalna impregnacija sloja

- ❑ silikagelni sloj se modificira impregnacijom
- ❑ dodaci koji utječu na kromatografski proces:
  - a) tvari koje mijenjaju pH-vrijednost kromatografskog sustava
  - b) tvari koje pojačavaju selektivnu adsorpciju
  - c) tvari koje mijenjaju ravnotežno stanje kromatografskog sustava
  - d) specifični dodaci kromatografskoj podlozi



# *Pokretna faza*

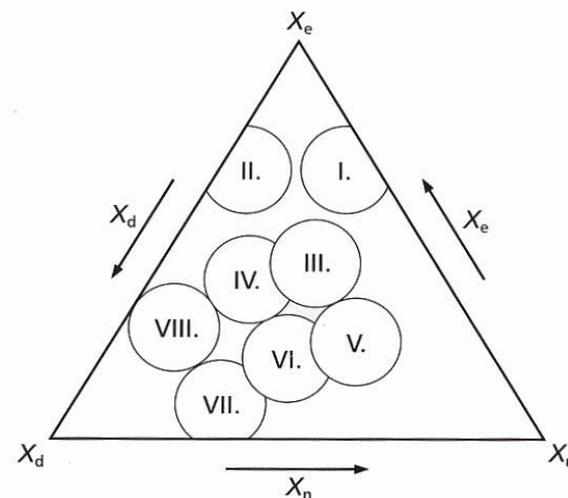
## □ **Podjela otapala:**

1. tekućine kojima su molekule međusobno povezane višestrukim vodikovim vezama
2. tekućine kojima su molekule povezane vodikovom vezom i koje mogu tvoriti vodikovu vezu s molekulama ispitivanog spoja
3. tekućine kojima molekule sadrže atome kisika, koji mogu imati udjela u vodikovoj vezi, ali ne sadrže atome vodika
4. tekućine kojima molekule sadrže atom vodika, koji može tvoriti vodikovu vezu, ali ne sadrže odgovarajuće atome koji bi mogli imati udjela u vezi
5. ostale tekućine kojima molekule mogu tvoriti vodikovu vezu

## Model Snydera i Soczewinskog

□ Snyderova podjela otapala na temelju polarnosti te parametara proton-donorskih, proton-akceptorskih i dipolnih svojstava molekula otapala

- I. alifatski eteri, trialkil amini, tetrametil gvanidin, heksame amidi fosforne kiseline
- II. alifatski alkoholi
- III. derivati piridina, tetrahidrofuran, amidi, glikol eteri, sulfo
- IV. glikoli, benzilalkohol, octena kiselina, formamid
- V. metilen klorid, etilen klorid
- VI. (A) trikrezil fosfat, alifatski ketoni i esteri, polieteri, dioks  
(B) sulfoni, nitrili, propilen karbonat
- VII. aromatski ugljikovodici, halogen supstituirani aromatski ugljikovodici, nitro-spojevi, aromatski eteri
- VIII. fluoralkani, *m*-krezol, voda, kloroform

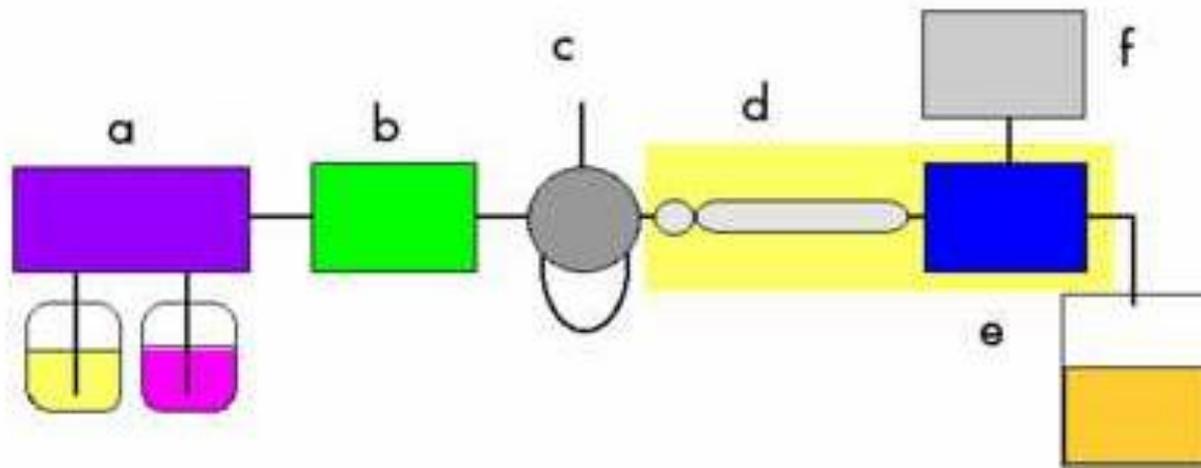


### Snyderov trokut selektivnosti

$X_e$  – proton-akceptori

$X_d$  – proton-donori

$X_n$  – jake dipolne reakcije



Shematski prikaz osnovnog uređaja za tekućinsku kromatografiju visoke djelotvornosti

a- kontrola udjela komponenti pokretne faze

b- pumpa

c- uređaj za unošenje uzorka

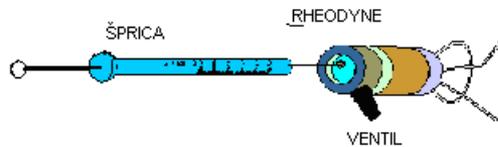
d-kolona/pretkolona; f-detektor



# Pumpe

- Pumpa je jedan od najvažnijih dijelova kromatografskog sustava tekućinske kromatografije visoke djelotvornosti.
- Pumpa održava kontinuirano konstantan protok pokretne faze kroz HPLC injektor, kolonu i detektor.
- **Pumpe se može podijeliti na pumpe s konstantnim tlakom i pumpe s konstantnim protokom.**
  - Pumpe s konstantnim tlakom se koriste kod punjenja kolona sorbensom, tj. punilima.
  - Pumpe s konstantnim protokom su kolone koje se uobičajeno koriste u HPLC sustavima.*
- Za primjenu u tekućinskoj kromatografiji pogodne su dvije vrste mehaničkih pumpi: *pumpe s vijčanim pogonom i recipročna pumpa.*
- Zahtjevi kojima moraju udovoljiti pumpe vrlo su strogi:
  - tlakovi do 30 MPa
  - izlaz bez pulsiranja tlaka
  - brzine protoka od 0,01 do 5 mL/min (za polupreparativnu kromatografiju 10 mL/min)
  - reproducibilnost protoka od 99,5% ili bolja
  - otpornost na koroziju izazvanu različitim otapalima.

# Sustav za injektiranje



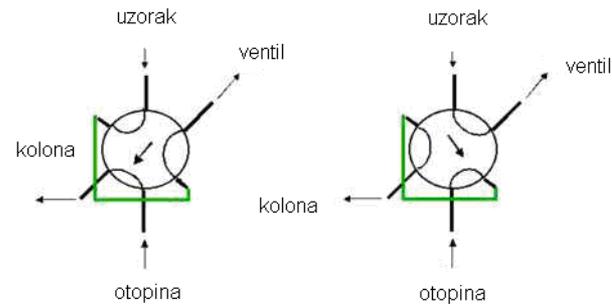
(a1)



(a2)



(b1)



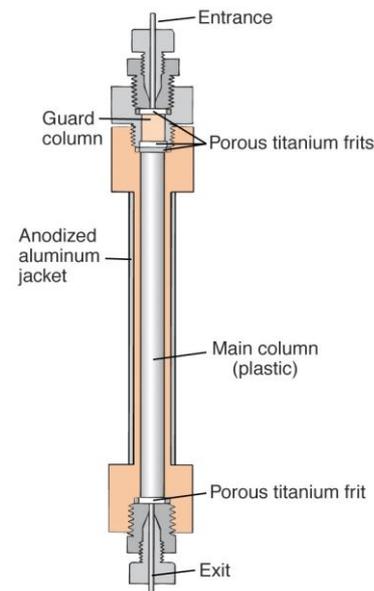
(b2)

Sustav za ručno (a1 i a2) i automatsko unošenje uzorka (b1 i b2), Varian ProStar 410 i shematski prikaz petlje kojima se unose uzorci u kolonu

# Kolone

## Povijesni razvoj povećanja separacijske učinkovitosti HPLC kolona

Godina prihvaćanja	Veličina čestica	Nominalna veličina	Broj tavana (N) / 5 cm
1969.		100µm	170
1973.		57µm (poput opne)	350
1975.		10µm	2 000
1985.		5µm	4 000
1992.		3,5µm	7 500
2003		1,8 µm	12 000



(a)

duljina: 5 – 25 cm  
promjer: 2; 4,6 mm  
veličina čestica: 2; 4; 5; 10 mikrometara

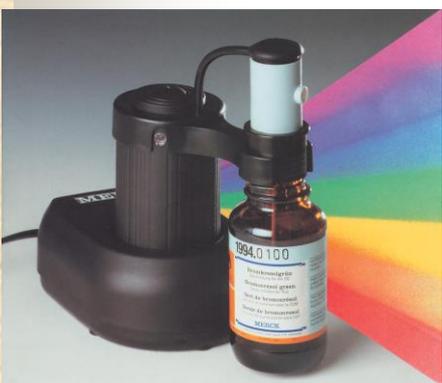
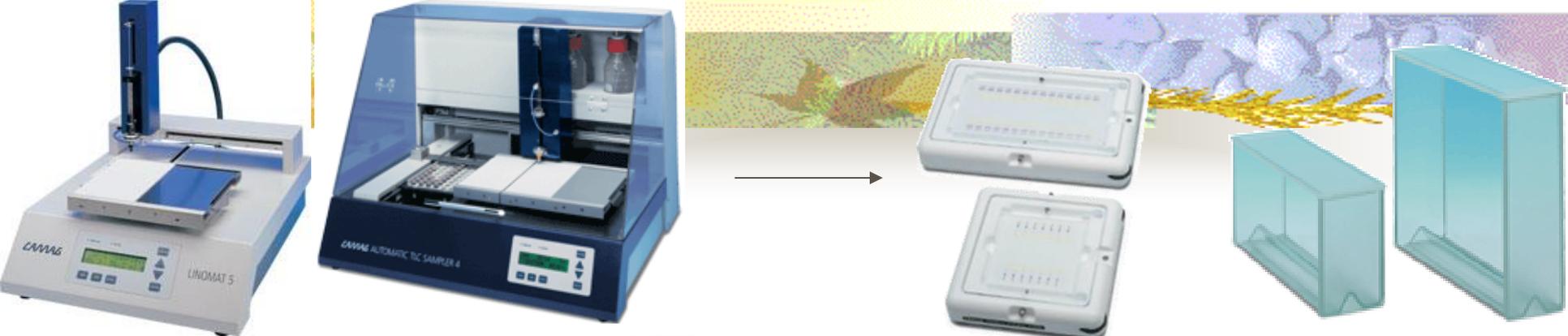


(b)

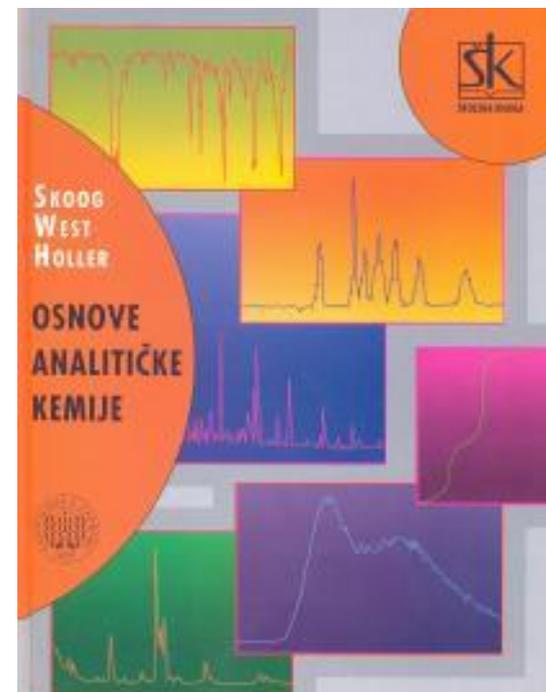
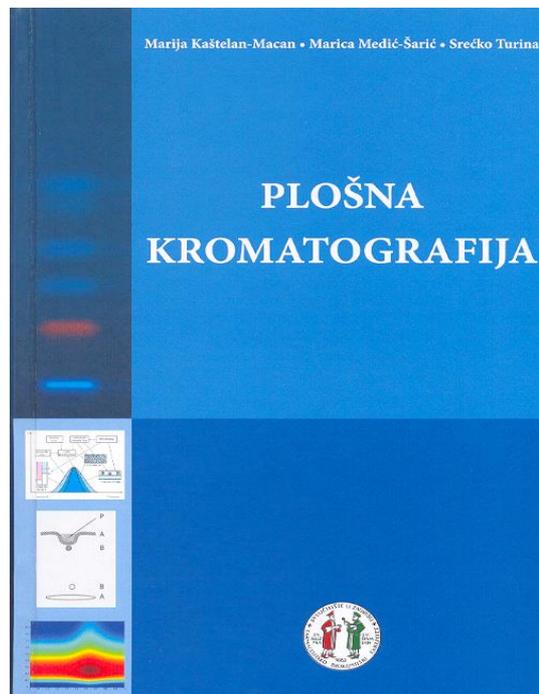
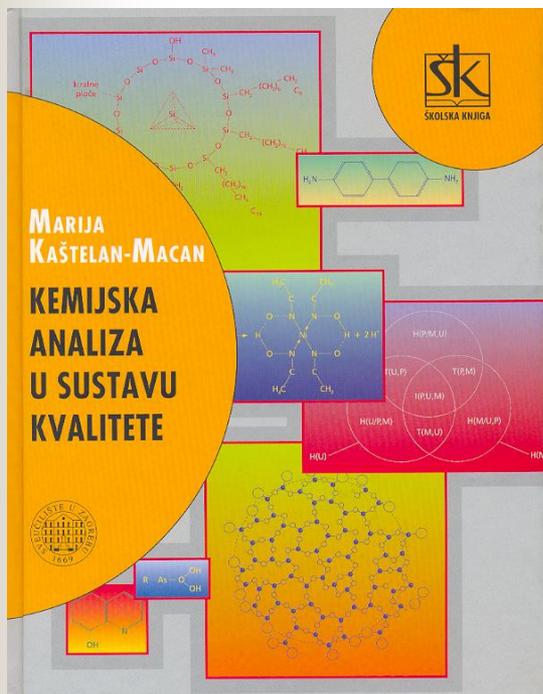
Termostatirani dio za kolonu (a) i kolone (b)

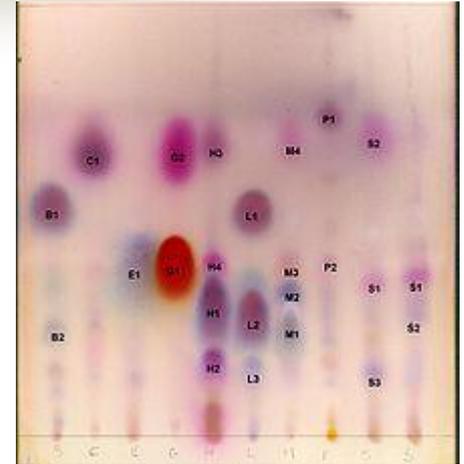
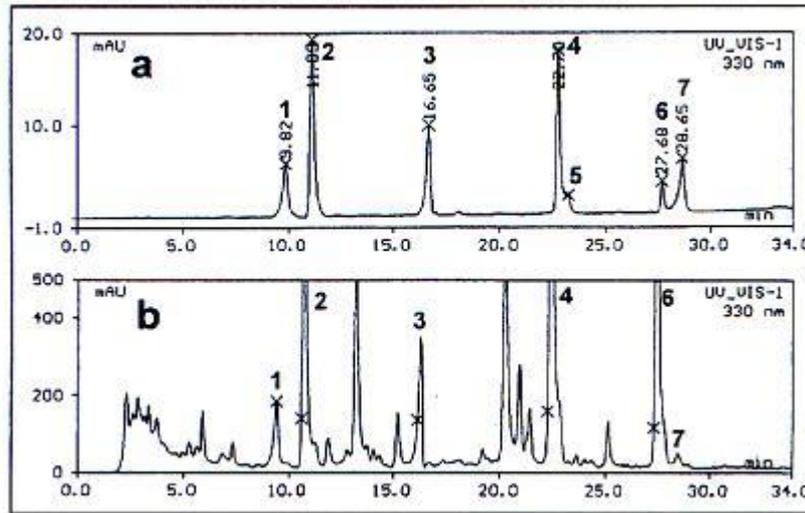
# Detektori

- HPLC detektori mogu se podijeliti u dvije kategorije:
  - **ne-specifični (ili univerzalni)** – mjeri se refrakcijski indeks (RI) ili dielektrična konstanta uzorka
  - **specifični** – fizikalna ili kemijska svojstva se mjere pod idealnim uvjetima, npr. UV apsorpcija, spektrometrija masa (MS).
- HPLC detektori:
  - =Refrakcijski detektor (RI) za mjerenje refrakcijskog indeksa
  - =UV/Vid detektori:
    - s fiksnom valnom duljinom
    - s promjenjivom valnom duljinom
    - s nizom dioda (DAD)
  - =Fluorescentni detektor (FLD)
  - =Konduktometrijski detektor
  - =Spektrometar masa (MS).
- **Treba naglasiti neke bitne parametre koje mora zadovoljavati jedan detektor:**
  - mali pomak i šum kod snimanja bazne linije (izuzetno bitno kod analize u tragovima)
  - visoka osjetljivost
  - brzi odziv
  - široko linearno dinamičko područje rada (jer to pojednostavljuje kvantifikaciju)
  - mali „mrtvi“ volumen (što znači minimalno širenje kromatografske krivulje)
  - dizajn protočnih ćelija detektora koje će sprječavati ponovno miješanje separiranih analita
  - neosjetljivost na promjenu vrste otapala, protoka i temperature
  - da se njima jednostavno i pouzdano rukuje
  - podesivi tako da se mogu optimirati za različite spojeve
  - nedestruktivni obzirom na uzorak.



# Literatura:





Zahvaljujem na suradnji!!!

