Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего образования
«Курский государственный медицинский университет»
Министерства здравоохранения Российской Федерации
(ФГБОУ ВО КГМУ МИНЗДРАВА РФ)

Кафедра фармацевтической, токсикологической и аналитической химии

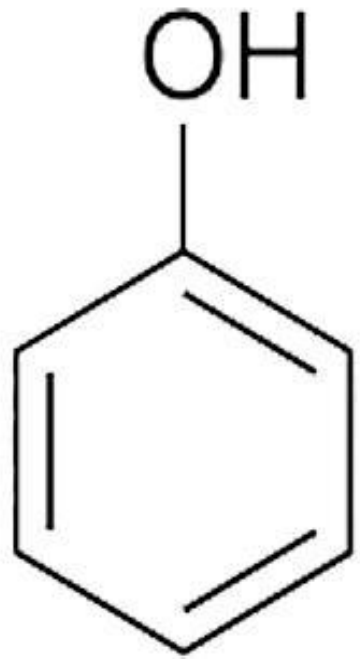
«Изучение хроматографической подвижности гидриксибензола на колонках с обращенно-фазовым сорбентом»

Выполнил: студент 3 курса 3 группы
фармацевтического факультета
Афонина Марта Евгеньевна.
Научный руководитель: профессор,
доктор фармацевтических наук
Шорманов Владимир Камбулатович.

Цель и задачи

- **Цель**: изучить хроматографическую подвижность фенола в колонке обращенно-фазового сорбента.
- **Задачи**:

1. Рассчитать основные параметры: объём удерживания, коэффициент емкости, число теоретических тарелок, высоту, эквивалентную одной теоретической тарелке.
2. Изучить влияние разбавителя в элюэнтах, включающих ацетонитрил и воду, на подвижность фенола.
3. Установить связь между полярностью подвижной фазы и удерживанием вещества в колонке.
4. Исследовать влияние полярности элюэнта на основные параметры хроматографирования.
5. Показать возможность УФ-спектрофотометрии для определения фенола в элюате.



- **Фенол** — простейший представитель класса фенолов. 8,3 млн тонн/год. По объёму производства фенол занимает 33-е место среди всех выпускаемых химической промышленностью веществ и 17-е место среди органических веществ. Представляет собой бесцветные игольчатые кристаллы, розовеющие на воздухе из-за окисления, приводящего к образованию окрашенных веществ. Обладает специфическим запахом. Умеренно растворим в воде, в растворах щелочей, в спирте, в бензоле, в ацетоне. 5 % раствор в воде — антисептик, широко применяемый в медицине.

Использование фенола

- По данным на 2006 год мировое потребление фенола имеет следующую структуру:
- 44 % фенола расходуется на производство бисфенола А, который, в свою очередь, используется для производства поликарбонатов и эпоксидных смол;
- 30 % фенола расходуется на производство фенолформальдегидных смол
- 12 % фенола гидрированием превращается в циклогексанол, используемый для получения искусственных волокон — нейлона и капрона;
- в России большое количество фенола используется в нефтепереработке, в частности для селективной очистки масел на технологических установках.
- Фенол проявляет высокую селективность и эффективность при удалении из масел смолистых веществ, различных полициклических ароматических углеводородов с короткими боковыми цепями, а также соединений, содержащих серу;

Использование фенола

- остальной фенол расходуется на другие нужды, в том числе на производство антиоксидантов(ионол), неионогенных поверхностно активных веществ — алкилфенолов (неонолы), других фенолов (крезолов), лекарственных препаратов (аспирин), антисептиков (ксероформа) и пестицидов.
- Раствор 1,4 % фенола применяется в медицине как обезболивающее и антисептическое средство.
- Пример использования, в качестве антисептика — препарат «Орасепт» и «Фукорцин». В косметологии как химический пилинг (токсично).
- Также фенол используют в качестве консерванта в вакцинах.

Токсичность фенола

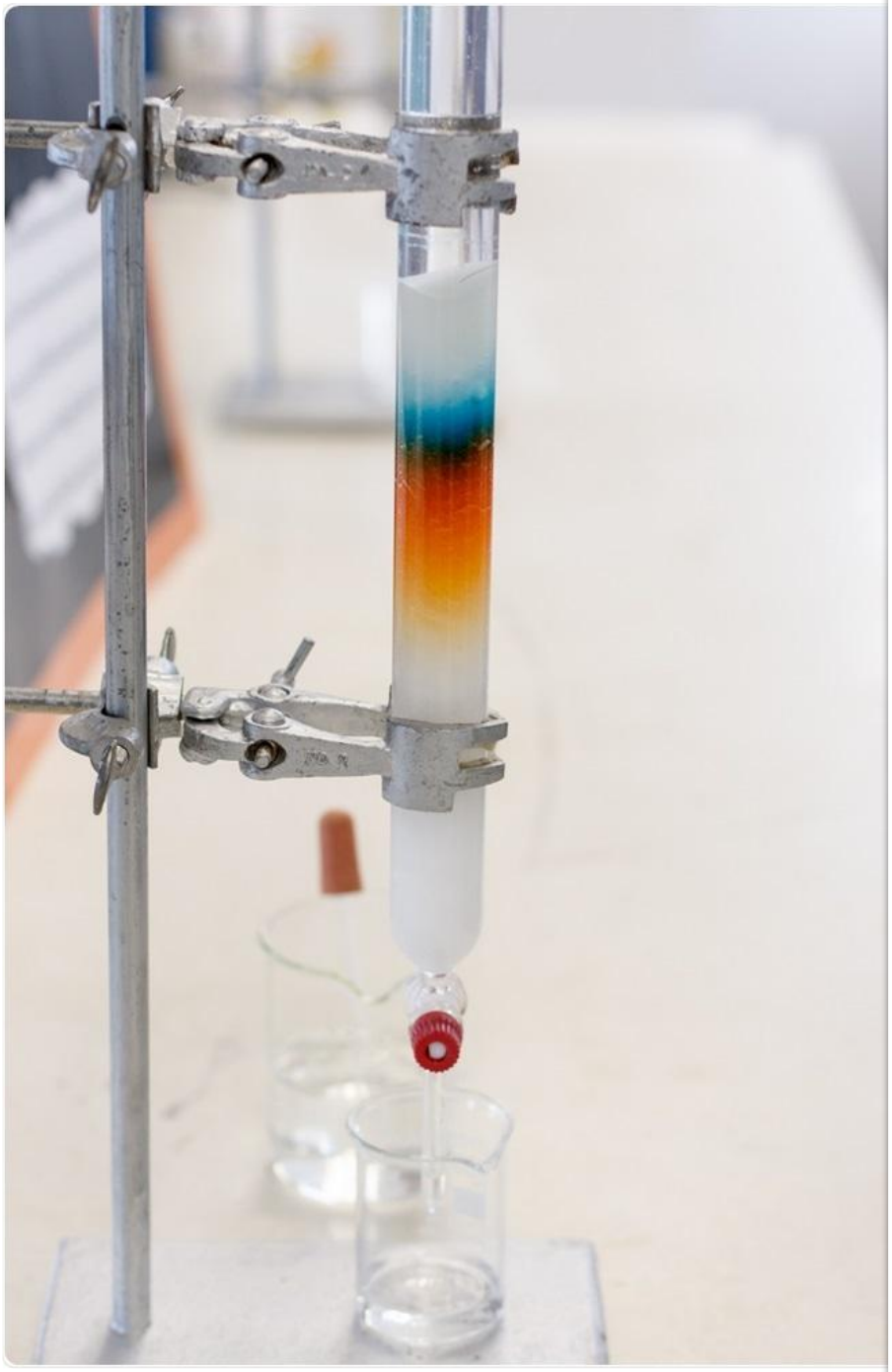
- Фенол ядовит. Относится к высокоопасным веществам.
- При вдыхании вызывает нарушение функций нервной системы. Пыль, пары и раствор фенола раздражают слизистые оболочки глаз, дыхательных путей, кожу, вызывая химические ожоги. Доказательства канцерогенности фенола для людей отсутствуют.
- Попадая на кожу, фенол очень быстро всасывается даже через неповреждённые участки и уже через несколько минут начинает воздействовать на ткани головного мозга. Сначала возникает кратковременное возбуждение, а потом и паралич дыхательного центра.
- Даже при воздействии минимальных доз фенола наблюдается чихание, кашель, головная боль, головокружение, бледность, тошнота, упадок сил.
- Тяжелые случаи отравления характеризуются бессознательным состоянием, синюшностью, затруднением дыхания, нечувствительностью роговицы, скорым, едва ощутимым пульсом, холодным потом, нередко судорогами. Смертельная доза для человека при попадании внутрь 1—10 г, для детей 0,05—0,5 г.

Хроматография

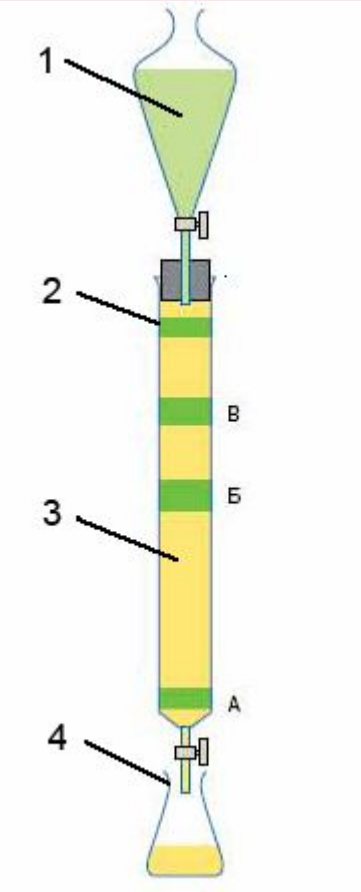
- **Хроматография** (от греч. chroma, chromatos - цвет, краска) - физико-химический метод разделения и анализа смесей, основанный на распределении их компонентов между двумя фазами - неподвижной и подвижной (элюент). Хроматографический анализ является критерием однородности вещества: если каким-либо хроматографическим способом анализируемое вещество не разделилось, то его считают однородным (без примесей).

Колоночная хроматография

- Колоночная хроматография – это единственный наиболее важный метод для разделения смесей жидких или твердых органических веществ в препаративном масштабе (от нескольких миллиграммов до десятков граммов). Обычно разделение проводят жидкостно-адсорбционной хроматографией, которая эффективна для большинства неионных соединений.



Колоночная хроматография



- 1. Элюент
- 2. Хроматографическая колонка и количество сорбента
- 3. Сорбент
- 4. Приемники фракций

Методика

- Исследование проводили в колонке размерами 150*10 мм обращенно-фазового сорбента силасорб С-18. Размер частиц сорбента 30 мкм. В качестве подвижных фаз рассматривали смеси ацетонитрила и воды с различным содержанием разбавителя (0-80%).
- Элюировали, создавая избыточное давление на входе в колонку с помощью резиновой груши. Элюат собирали фракциями по 2 мл каждая в отдельные пробирки. Присутствие вещества в той или иной фракции определяли методом УФ-спектрофотометрии после предварительного разбавления элюата этанолом.
- Вещество идентифицировали по форме спектральной кривой и положению максимумов поглощения в области 220 нм и 272,7 нм.

Спектрофотометрия

- **В качестве прибора использовали отечественный электронный спектрофотометр СФ-2000 оптико-механического объединения ЛОМО (г. Санкт-Петербург) и кюветы из кварцевого стекла с толщиной рабочего слоя 10 мм.**
- **Выставляемый диапазон длин волн – 200-360 нм.**

Спасибо за внимание!