

# Gázkromatográfia laborgyakorlat

## Tartalom

<b>1. Gázkromatográfia analitikai alkalmazása .....</b>	<b>2</b>
Bevezető .....	2
Elméleti háttér .....	2
Mérés menete .....	4
<b>2. Mennyiségi meghatározás kalibrációs módszerrel .....</b>	<b>5</b>
Kalibrációs módszer .....	5
Számolás menete .....	5
<b>3. Ellenőrző kérdések .....</b>	<b>6</b>

# 1. Gázkromatográfia analitikai alkalmazása

## Bevezető

Széles körben alkalmazható analitikai módszer a gázkromatográfia, mely termikusan stabil, illékony, szerves és szervetlen vegyületek elválasztására szolgáló eljárás. Kiválóan alkalmas többek között szénhidrogének és származékainak, kozmetikumok adalékanyagainak, élelmiszerek aromaanyagainak, gyógyszerek összetételének, növényvédőszeres és maradáknak, környezetszennyező anyagoknak a meghatározására. Előnyei közé tartozik a hatékonysága, szelektivitása, kicsiny mintaigénye, egyszerűsége, továbbá, hogy az elválasztás során a mintakomponensek nem roncsolódnak, így akár kapcsolt technikával (pl. gázkromatográf-tömegspektrométer) az analízis tovább folytatható.

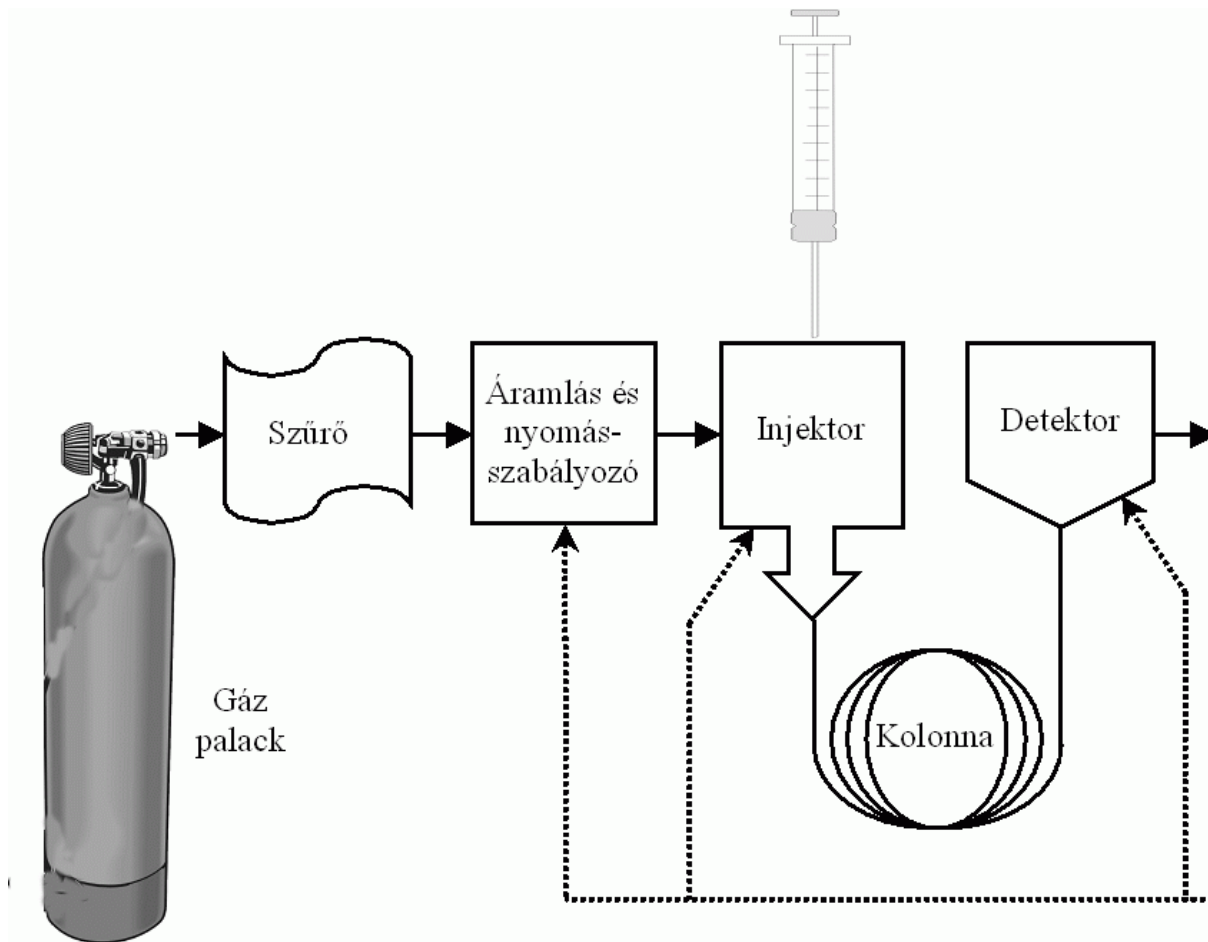
## Elméleti háttér

A kromatográfias eljárások célja valamely összetett elegy komponenseinek a szétválasztása.

Azokat az elválasztási folyamatokat nevezzük *kromatográfiának*, amelyeknek során a komponensek elválasztása egy nagy felületű álló fázis és egy azon keresztül haladó áramló fázis közötti megoszlás alapján jön létre, a komponensek különböző megoszlási hányadosa következtében.

A *gázkromatográfia* termikusan stabil, illékony, szerves és szervetlen vegyületek elválasztására szolgáló eljárás. A **mozgófázis (vivőgáz)** gáz, az **állófázis** lehet szilárd (gáz-szilárd kromatográfia), vagy folyadék (gáz-folyadék kromatográfia) halmazállapotú.

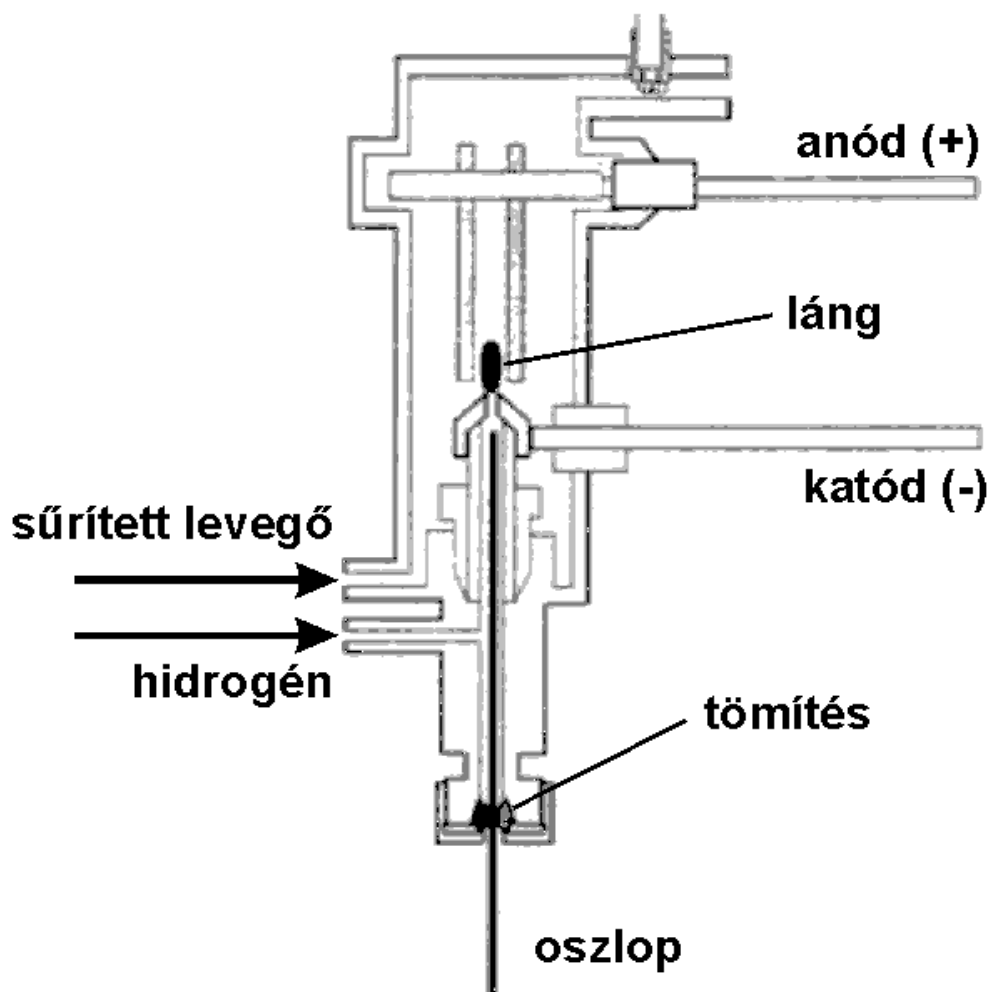
A többi kromatográfias eljárással szemben az inert vivőgáz nem lép kölcsönhatásba a mintával. A gázkromatográfban (GC) (*1. ábra*) működés közben állandóan áramlik a vivőgáz, amely képes a gőz állapotú komponenseket - amelyeket egy adott pillanatban a **mintaadagolóba** juttatunk és elpárologtattunk- áthajtani az **oszlopon/kolonnán** (mely az elválasztást végzi), és eljuttatni az oszlop végéhez csatlakozó **detektorba**. Az elválasztás folyamata hasonló, mint a többi kromatográfias eljárásoknál. Ha megfelelően választjuk meg a kromatográfias körülményeket a minta komponensei külön sávokban fokozatosan elkülönülnek a mozgófázisban, és a szétválasztott komponensek az állófázissal történő kölcsönhatásuk erősségének fordított sorrendjében fogják elhagyni a rendszert. A kromatográfias elválasztást befolyásoló tényezők: a vivőgáz minősége és sebessége, a hőmérséklet, az oszlop hossza és belső átmérője, az állófázis típusa és vastagsága.



1. ábra - A gázkromatográf készülék vázlatos felépítése

A detektor jelzi a szétválasztott komponenseket, valamilyen fizikai vagy kémiai tulajdonságuk mérésével.

Gázkromatográfiánál az egyik leggyakrabban alkalmazott detektor típus a lángionizációs detektor (2. ábra), mely elektródpar mellé helyezett, hidrogén/sűrített levegő eleggyel táplált mikroégő. Az oszlopot elhagyó komponensek a detektor lángba jutva többlépéses reakcióban, oxigén közreműködésével ionizálódnak. Az elektródok között, az ionok hatására áram folyik, ami erősítés után mérhető.



2. ábra - Lángionizációs detektor vázlatos felépítése

A detektor által előállított és továbbított jel lehetővé teszi az elválasztott komponensek azonosítását (**kvalitatív analízis**) és mennyiségük meghatározását (**kvantitatív analízis**). Az elválasztott komponensek detektorjel-idő függvényét **kromatogram**nak nevezzük. A kromatogram fő jellemzői a **retenciós idő** ( $t_R$ ), amely a minta adagolásától az illető alkotó maximális koncentrációjának megjelenéséig eltelt idő, és a csúcs alatti terület. Az előbbi minőségi, az utóbbi mennyiségi információt szolgáltat.

A minőségi analízisnél alkalmazható egyik módszer az, amikor referencia anyagok (ismert minőségű és mennyiségű komponensek) használata során megállapítjuk a retenciós időket, majd az ismeretlen minta mérésénél kapott retenciós adatok összehasonlításával azonosítjuk a komponenseket.

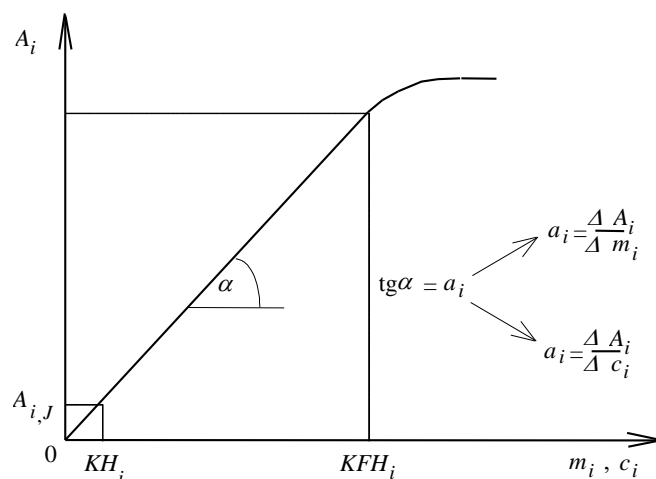
### Mérés menete

Aktív szénen megkötött oldószereket akarunk meghatározni. Első lépésként referencia anyagokat tartalmazó standard oldatokat injektálunk. Az aktív szénből kimérünk megfelelő mennyiséget egy főzőpohárba, ráöntünk 10 ml oldószert, majd ultrahangos fürdőben 10 percig rázatjuk. Ezután néhány 1-2 milliliter oldatot kivéve leszűrjük egy fecskendőelötét szűrőn egy mintatartó üvegcskébe, és injektáljuk a kromatográfias rendszerbe.

## 2. Mennyiségi meghatározás kalibrációs módszerrel

### Kalibrációs módszer

A gázkromatográfiai mennyiségi meghatározáshoz felhasznált alap kromatográfiai adat a kromatogramon megjelenő csúcsterület. A csúcsterület és a koncentráció között a következő kapcsolat áll fenn:



ábra

**A mérendő alkotó koncentrációja/tömege és a detektorjel közötti kapcsolat**

$$A_i = a_i c_i$$

$$A_i = a_i m_i$$

ahol  $A$  az adott komponens csúcsterülete,  $c$  a koncentrációja,  $m$  a tömege,  $a$  pedig az érzékenysége. Az  $i$  index a különböző minőségű alkotókra utal. Az érzékenység felhasználási módja alapján a mennyiségi meghatározási módszereket három csoportra oszthatjuk.

**Kalibráció** esetén az érzékenységet kísérleti úton határozzuk meg, **addíció** használatakor elkerüljük az érzékenység meghatározását, de feltételezzük annak állandóságát a mérésorozaton belül, a **belső standard** módszer pedig a relatív érzékenység használatán alapul.

### Számolás menete

A standard oldatok kromatogramjairól leolvassuk a csúcsterületeket, majd ábrázoljuk egy excel táblázatban a koncentráció függvényében. A kalibrációs egyenes egyenletét felírjuk, és ennek felhasználásával kiszámítjuk az ismeretlen minta megfelelő komponenseinek mennyiségét.

### 3. Ellenőrző kérdések

- Mi a feltétele annak, hogy egy anyagot gázkromatográfiásan mérni tudjunk?
- Rajzolja fel a gázkromatográf sematikus ábráját! Jelölje meg a termosztálható részeket!
- Milyen vivőgázokat alkalmazunk?
- Milyen állófázisokat használhatunk a gázkromatográfiában?
- Milyen követelményeket támasztunk a megosztófolyadékokkal szemben?
- Milyen kölcsönhatásokat alakíthat ki a minta az állófázissal?
- Rajzolja fel a dimetil-polisziloxánt!
- Rajzolja fel az 5% difenil- 95% dimetil-polisziloxánt!
- Rajzolja fel a polietilén-glikol képletét!
- Rajzolja fel a 3 kapilláris kolonnatípus keresztmetszeti rajzát!
- Miért kell termosztálni az injektort és a kolonnát?
- Miért kerüljük az erős kölcsönhatásokat az elválasztás során? Milyen problémát okozhatnak a mérés során?
- Milyen hatással van a lineáris áramlási sebesség módosítása az elválasztás hatékonyságára?
- Milyen anyagok NEM mérhetők lángionizációs detektorral?
- Mi a linearitási törvény?
- Egy minta kromatogramját és egy standard anyag kromatogramját összehasonlítva azt tapasztaljuk, hogy a minta egyik komponensének és a standardnak a retenciós ideje megegyezik. Mondhatjuk-e, hogy a két anyag azonos? Ha igen, miért? Ha nem, hogyan bizonyosodhatnánk meg erről?
- Milyen módszerek használható a mennyiségi analízisben?
- Milyen követelményeket támasztunk a belső standarddal szemben?
- Mi a belső standard módszer előnye?
- Milyen adatokból kapunk minőségi és mennyiségi információt?
- Milyen gyakorlati alkalmazásai vannak a gázkromatográfiának?
- Mi a holtidő?
- Mi a retenciós idő?
- Mi a megoszlási hányados?
- Mi az elválasztás szükséges és elégséges feltétele?
- Mi a felbontóképesség? (Rajzzal magyarázva az egyes tényezőket.)
- Hogyan definiáljuk szelektivitási tényezőt?
- Egy 30 m hosszú, 0,32 mm belső átmérőjű és 1,0  $\mu\text{m}$  filmvastagságú kolonnán az vivőgáz 25 cm/s sebességgel áramlik. Mennyi lesz a retenciós tényezője annak az anyagnak, melynek a retenciós ideje 4,8 perc?
- Megfelelő-e a felbontás arra a két csúcsra nézve, melyeknek retenciós ideje 5,30 perc és 5,80 perc, az első csúcs alapvonali szélessége 5,1 s a második csúcsé 5,7 s.
- Milyen hasonlóságok és különbségek vannak a GC és a HPLC között? (Vizsgálható vegyületek, kölcsönhatások, mérési körülmények.)
- Ismertesse a labor során elvégzendő feladatokat!