

The background features abstract, flowing lines in shades of green, purple, and blue, interspersed with small yellow triangles, creating a dynamic and artistic feel.

Kémiai analitika

GÁZKROMATOGRÁF

Bodáné Kendrovics Rita
főiskolai adjunktus
BMF-RKK Környezetmérnöki
Intézet

Szerves mikroszennyező anyagok

szétválasztására leggyakrabban alkalmazott eljárás./1906. Tswett színes vegyületek/

Szétválasztás alapja: szorpció-deszorpció

Gázkromatográf – a mozgó fázis gáz

Folyadékkromatográf – mozgó fázis folyadék

- Adszorpció
- Abszorpció
- Ioncsere
- kemoszorpció

Álló fázis lehet szilárd v. folyékony

Adszorpciós kromatográfia esetén az álló
fázis szilárd, szemcsés adszorbens pl.
 Al_2O_3 , szilikagél.

Abszorpciós kr. folyadék film rétegpl
carbowax, v. polietilén-éter

Alkalmazási terület: molekulatömeg alapján
2-es hidrogéntől a 10^9 influenzavírusig

Alapváltozatok:

- Frontális
- Kiszorításos
- Elúciós

Fajlagos szorpció: a szorbens egységnyi mennyisége által megkötött anyag mennyisége
mol/gr, cm³/g mértékegységben

1. FRONTÁLIS

Legkisebb fajlagos szorpciójú komponens választható le.

(A minta folyamatosan áramlik)

2. KISZORÍTÁSOS

$$A_K < B_K < K_K$$

Minden alkotó elkülöníthető, de K anyag az állófázist telíti.

(A minta egy diszkrét részletét juttatjuk az állófázisra, egyensúly, majd kiszorító anyag))

3. ELÚCIÓS

$$E_K < A_K < B_K$$

Minta impulzusszerűen kerül az eluens áramba.

Zóna elején adszorbeálódás, végén deszorpció a potenciálkülönbség miatt.

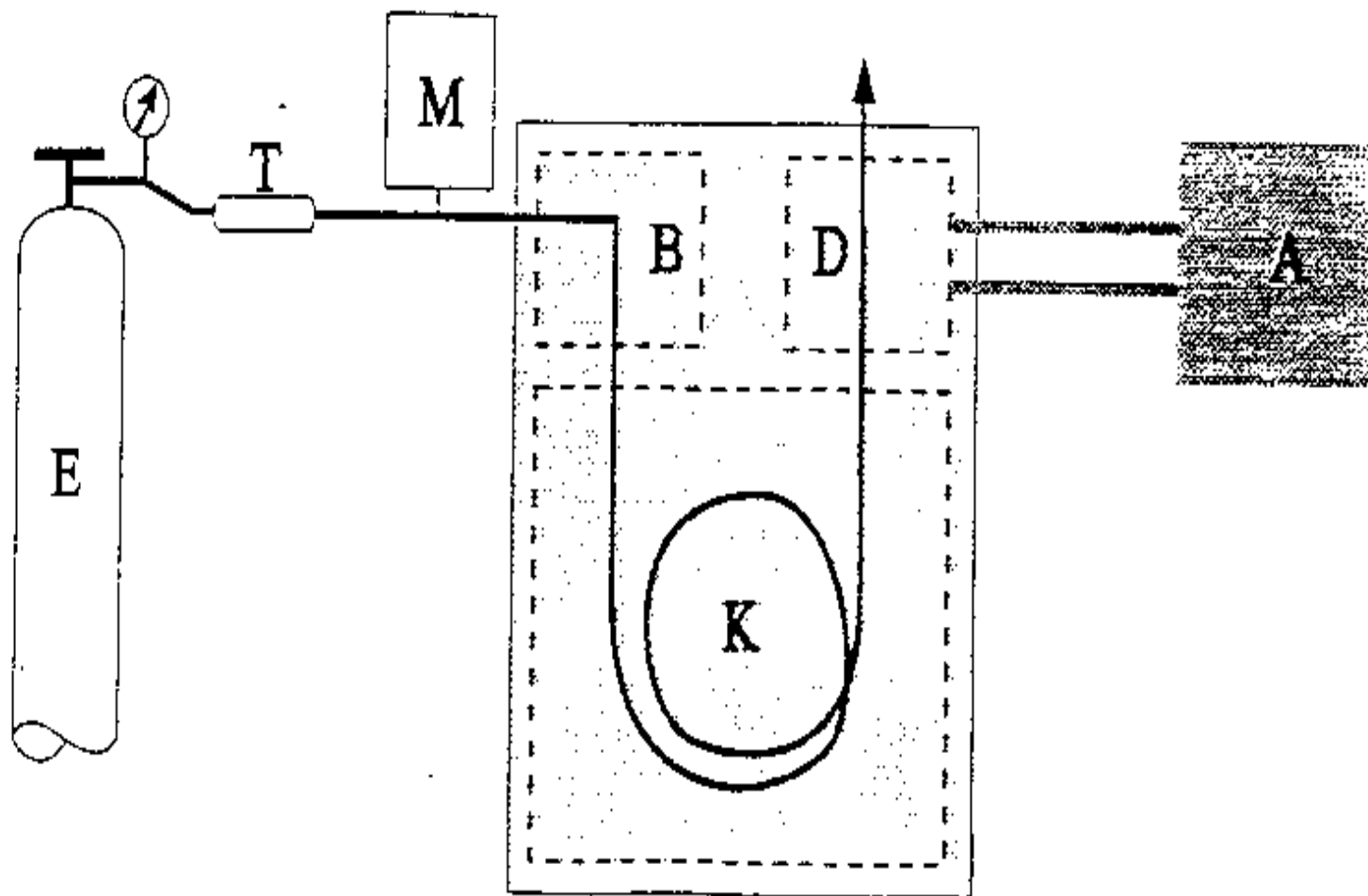
Előny: kis mennyiség vizsgálható, nem kell regenerálás, folyamatos vizsgálatot tesz lehetővé

Alkotók megoszlási hányadosa: $D = c_s / c_m$

Elválasztás feltétele: $\alpha = D_A / D_B \neq 1$

- α = szelektivitás, hőmérséklettel lehet befolyásolni

Gázkromatográf felépítése



1. Vivőgáz: eluens He, Ar, H₂, N₂ detektor fv.-e
/10-200 kPa túlnyomás, 10-100 cm³/perc térfogati
sebesség/

2. Injektor: mintabemérő 1-5 ml minta
mikrofecskendővel a szeptumon át.
Termosztálni kell a párologtatás miatt.

3. Kolonna: 450-500 °C-ra fűthető
légtermosztátban

töltetes v. kapilláris kolonna.

Töltetes: üveg, réz, acél, teflon cső benne
adszorbens

Kapilláris: hosszú cső folyadék filmréteggel
Carbowax/ polietilén-éter/, polipropilén

4. Detektor

Csak a komponensre ad jelet a vivőgázra
nem

Fontosabb tulajdonságai:

- Érzékenysége
- Kimutatási határa
- Stabilitása
- Linearitása

Lehet: szelektív v. univerzális

Detektor fajtái:

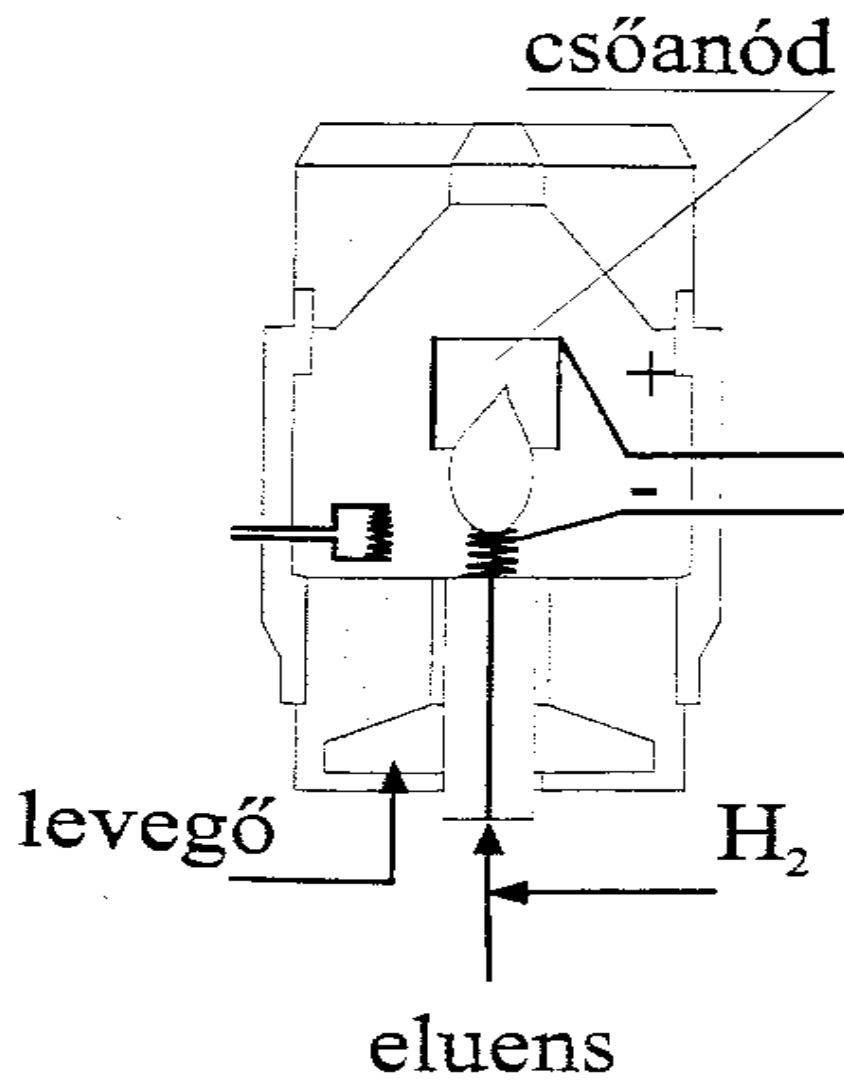
1. Lángionizációs detektor /FID/
szénhidrogén vegyületek mérésére (termikus energiát hasznosít)

C-H molekulák ionizálása gázégővel-
ionáram mérhető a csőanód segítségével

2. Elektronbefogásos detektor /ECD/ (kinetikus energiát hasznosít)

Klórozott szénhidrogének meghatározása

Sugárforrás – elektron kibocsátás – állandó
ionáram – ütközés – ionáram csökkenés



3. Nitrogén, foszfor detektor

Lángionizációs elv – rubidium, cézium
gyöngy izzítása, párolgása – stabil ionok

További eljárások: Lángfotometriás
detektor

fotoionizációs detektor
tömegspektrometriás
hőpvezetőképeségi

Alkotók minőségi és mennyiségi meghatározása

MINŐSÉGI MEGHATÁROZÁS

Alapfogalmak:

Visszatartási idő – eluens legkisebb tartózkodási ideje a kolonnában

Retenciós idő – minta beadagolásától a maximális koncentráció megjelenéséig eltelt idő

Retenciós térfogat – $V_R = t_R * F$

Ahol: F: vivőgáz térfogati áramlási sebessége

Minőségi kiértékelés

- összehasonlítás
- Finger-print eljárás

MENNYISÉGI KIÉRTÉKELÉS

Kromatogram jel alatti terület arányos a mennyiséggel

1. Mérőgörbe

$$A = a \cdot m$$

a.: érzékenység

2. Belső standard módszer
ismert mennyiségű jól elkülöníthető alkotó
kromatogramjához történő viszonyítás.

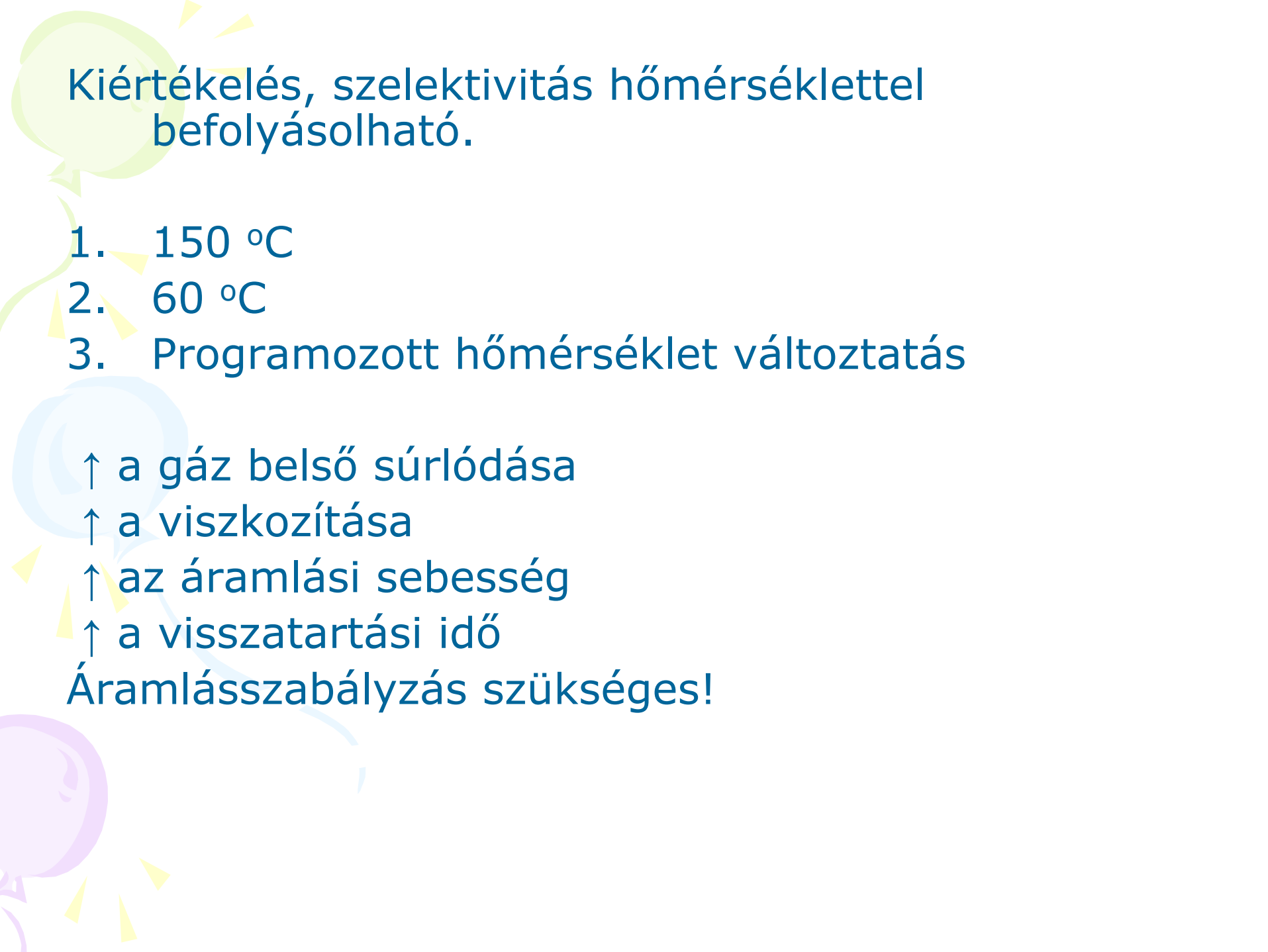
Relatív érzékenység: alkotó és belső
standard érzékenységeinek hányadosa

$$f_i = a_i / a_s = A_i * m_s / A_s * m_i$$

$$A_i' = a_i * m_{ix} / p$$

$$A_s' = a_s * m_s / p$$

$$A_i' / A_s' = f_i * m_{ix} / m_s$$



Kiértékelés, szelektivitás hőmérséklettel befolyásolható.

1. 150 °C
2. 60 °C
3. Programozott hőmérséklet változtatás

↑ a gáz belső súrlódása

↑ a viszkozitása

↑ az áramlási sebesség

↑ a visszatartási idő

Áramlásszabályzás szükséges!

Alkalmazhatóság

- Légszennyező anyagok szerves összetevői
- Porok elemzése
- Víz illó alkotói
- Növényvédőszer maradványok

**Kőolajipar
Gyógyszeripar
Élelmiszeripar
Mezőgazdaság
Környezetvédelem**



Kapcsolódó szabványok:

MI 12 743 Gázkromatográfia

MSZ 21 456/15-80 Levegő
gázzennyezőinek vizsgálata



Schay Géza: A gázkromatográfia alapjai
Akadémia Kiadó, Bp., 1987.