

PLYNOVÁ CHROMATOGRAFIE

Darina Ornová
Gymnázium Botičská, Praha, darinka.lorinka@centrum.cz
Silvie Novotná
Gymnázium Jeseník, pyramicek@centrum.cz
Jan Havlík
Gymnázium Dr. K. Polesného, Znojmo, jan@havlik.cz
Jan Procházka
Gymnázium, Jihlava, kecall@seznam.cz

Abstrakt:

Seznámení se základy plynové chromatografie a její využití při analýze produktů radiační degradace PCB.

1 Úvod

V našem miniprojektu jsme se zabývali metodami radiační degradace PCB a analýzou účinnosti tohoto postupu pomocí plynové chromatografie.

Chromatografie je analytická metoda založená na principu rozdílné rychlosti unášení látek prostředím v závislosti na jejich polaritě. Plynová chromatografie analyzuje organické látky, které jsou při teplotě do 300°C převáděny do plynného stavu.

2 Chromatograf

Vlastní plynový chromatograf se skládá ze tří hlavních částí:

I) Injektor: Do injektoru je vháněn nosný inertní plyn, nejčastěji čtyřdevítkový nebo šestidevítkový dusík (čtyřdevítkový znamená, že jeho hmotnostní zlomek je minimálně 0,9999, tj. 99,99 %). Při extrémních podmínkách se používá helium.

V injekční komoře se do tohoto přehřátého plynu vstříkne vzorek (cca 5 ml), který se vlivem vysoké teploty okamžitě odpaří a je unášen nosným plynem do kolony.

II) Kolona obsahuje speciální náplň, která zpomaluje pohyb molekul vzorku v závislosti na jejich polaritě. Ty složky, které mají podobnou polaritu jako náplň, postupují pomaleji než složky s polaritou odlišnou. Účinnost separace a retenční doba (čas po který složka prochází kolonou – kvalitativní parametr) závisí na průtokové rychlosti nosného plynu kolonou a její teplotě.

V případě analýzy vzorku obsahujícího složky s diametrálně odlišnou teplotou varu lze v průběhu analýzy teplotu měnit tak, abychom dosáhli optimálního času analýzy.

III) Detektor nepřímo stanovuje koncentraci látek vystupujících z kolony. Průchod látky detektorem se projeví jako elektrický signál, který je dále zpracováván.

3 Kolona

Kolona je trubice stočená do spirály a vyplněná adsorbentem (látka vázající na svůj povrch procházející molekuly). Podle průřezu se dělí na náplňové – zde se adsorbent sype přímo do kolony a kapilární – ty jsou mnohem tenčí a adsorbent je nanesen na stěnu kapiláry, jsou účinnější. Podle materiálu se kolony dělí na kovové, které jsou odolnější, a skleněné, které jsou sice křehčí, ale průhledné, což umožňuje kontrolu správného naplnění.

4 Detektory

Existuje mnoho typů detektorů, na FJFI se používají dva způsoby detekce vzorku, FID (Flame Ionisation Detector) a ECD (Electron Capture Detector).

Detekce FID je založena na ionizaci zkoumané látky vodíkovým plamenem. Vzniklé ionty prochází mezi elektrodami, což se projeví zvýšením vodivosti. Tato změna je dále předávána formou elektrického signálu.

Detekce ECD je založena na schopnosti elektronegativních látek (Cl, F, O) zachytit elektrony. Vzorek z kolony prochází mezi plíškem z ^{63}Ni a elektrodou. ^{63}Ni emituje stále β^- záření a v detektoru tak protéká konstantní proud. Při průchodu elektronegativního prvku detektorem dojde k zachycení elektronů atomy a to se projeví poklesem proudu. Vzniká tak opačný signál, než u metody FID.

Obě metody mají své výhody i nevýhody. Detekce ECD disponuje velkou přesností měření, omezuje se ale pouze na elektronegativní atomy ve vzorku. Metoda FID má menší přesnost, ale je, co se týče složení vzorku, univerzální.

5 Radiační dechlorace PCB

Tato metoda spočívá v postupném odštěpování atomů chlóru z benzenového cyklu pomocí vysokoenergetických elektronů (řádově MeV). Energie vzniklá zpomalením elektronů se spotřebuje na porušení vazeb uhlík-chlór. Uvolněný chlór je redukován přítomným isopropylalkoholem na neškodný chlorid. Stupeň radiační dechlorace je potom stanoven pomocí plynové chromatografie. V závislosti na dávce β^- záření se snižuje počet navázaných chlórů v molekule PCB.

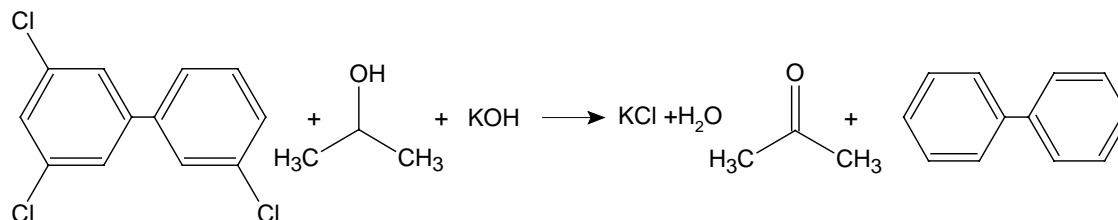
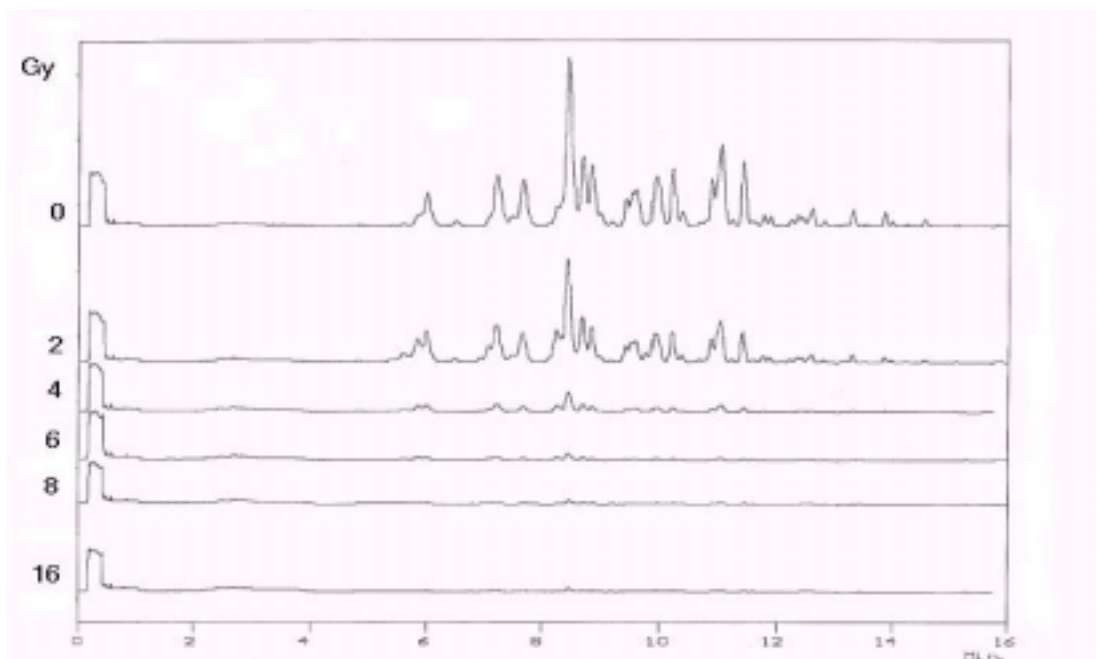


Schéma úplné radiační degradace jednoho z kongenerů PCB.



Chromatogram vyjadřující úbytek koncentrací jednotlivých druhů PCB ve vzorku po dávce 2, 4, 6, 8 a 16 Gray.

Shrnutí

Plynová chromatografie je jedna z nejcitlivějších analytických metod sloužících ke sledování stop organických látek ve vzorku. Radiční dechlorace je velice výhodná k odstraňování chlorovaných organických látek ze znečištěných vod. Není při ní potřeba velkého množství složitých chemických drah.

Poděkování

Rádi bychom poděkovali všem, kteří vynaložili energii a finance na tento Fyztyd; především našemu supervisorovi Ing. Rostislavu Silberovi, CSc.

Reference:

- [1] ZÍKA, J. a kolektiv: *Analytická příručka*; SNTL/ALFA 1980
- [2] HENLY, E.; JOHNSON, E.: *Chemistry and Physics of High Energy Reactions*; University Press 1969
- [3] ČERVINKA, O., Doc. Dr. Ing. DrSc. a kolektiv: *Chemie organických sloučenin 2*, SNTL/ALFA 1987