

# Apparatteknik - Gaschromatografi

**Kolonnen** indeholder stationær fase. Stoffer i prøven kan "hægte sig fast" på stationær fase og dermed blive forsinket. Jo mere tilbøjeligt et stof er til at hægte sig fast desto senere kommer det ud.

Eksempel på gaschromatografi: Analyse af fremmede alkoholer i Whiskey.

↘ Ethylacetat

↘ 2-butanol

↘ amylalkohol

↘ 1-propanol

↘ (ethanol)

GC giver toppe ved

2,99 4,11 5,64 7,05 8,79

Der laves en standardopløsning af 40% ethanol (ca. samme alkoholprocent som whiskey).

Køres denne gennem GS kommer der top ved 2,99.

Der tilføjes 1‰ ethylacetat, og dette køres gennem GS. Der dannes top ved 2,99 og 4,11.

Der tilføjes nu 1‰ 2-butanol, og dette køres gennem GS. Der dannes top ved 2,99, 4,11 og 7,05.

Tre af toppene er nu identificeret. Der kan fortsættes på samme måde.

$t_R$	Konc.	Topareal	Navn
4,11	1‰	208	Ethylacetat
5,69	1‰	315	1-Propanol
7,05	1‰	246	2-butanol
8,79	1‰	425	Amylalkohol

**Figur 0.1:** Gaschromatografi på standard ( $t_R$ =retentionstid)

På samme måde kan laves en tabel over den originale GS.

Ved GC laver man typisk *ikke* standardkurve (med flere kurve af standard). Typisk laver man 1-punkts kalibrering = kun en standardkoncentration og regner forholdsregning (f.eks. som i figur 0.1, hvor konc=1‰).

$t_R$	Topareal	Navn
4,11	231	ethylacetat
5,64	380	1-propanol
7,04	628	2-butanol
8,79	782	amylalkohol

**Figur 0.2:** GS for Whiskey

### Beregning:

$$C_x = \frac{A_x}{A_{St}} \cdot C_{St}$$

**Figur 0.3:**  $C_x$  = konc. af stof  $x$  i prøve,  $C_{St}$  = konc af stof i standardopløsning,  $A_x$  = areal af stof  $x$  fra prøvekørsel,  $A_{St}$  = areal af stof i standardkørsel

Feks. er

$$C_{1\text{-propanol}} = \frac{380}{315} \cdot 1\% = 1,21\%$$

Forudsætninger for Extern standard-metoden (s. 259):

↪ Der skal være lineær sammenhæng mellem areal og koncentration i måleområdet (som i spektrofotometri).

↪ Der skal injiceres præcis samme mængde prøve eller standard hver gang (meget svært i praksis).

### Intern standard-metoden

Det er ikke nødvendigt at injicere samme mængde hver gang.

Der tilføjes en mængde af et stof, der ikke er i prøven i forvejen, med en kendt koncentration. Man kan derved sammenligne toparealet af dette stof med prøvens andre toparealer - det er derfor ikke så vigtigt, om der bruges samme injektionsmængde hver gang, idet forholdet mellem toparealerne ikke ændres.

Eks: En prøve analyseres for MPB med EPB som intern standard (IS).

↪ lav en standard med kendt koncentration af MPB og EPB.

	Konc.	Topareal
↪ MPB	10mg/L	ca. 12mio
EPB	20mg/L	ca. 21mio

↪ Beregn relativ responsfaktor ( $f_{rel}$ ):

$$f_{rel} = \frac{C_x}{C_{IS}} \cdot \frac{A_{IS}}{A_x}$$

hvor  $C$  er koncentration og  $A$  er topareal. Altså

$$f_{\text{rel}} = \frac{10 \text{ mg/L}}{20 \text{ mg/L}} \cdot \frac{21 \text{ mio}}{12 \text{ mio}} = 0,888.$$

↪ prøven tilsættes EPB(IS) i kendt mængde, og koncentrationen af EPB beregnes, f.eks. 8,53mg/L.

	Topareal
↪ prøven køres på GC:	MPB    14mio
	EPB    18mio

↪ koncentrationen kan så beregnes:

$$C_x = f_{\text{rel}} \cdot \frac{A_x}{A_{\text{IS}}} \cdot C_{\text{IS}} = 0,888 \cdot \frac{14 \text{ mio}}{18 \text{ mio}} \cdot 8,53 \text{ mg/L} = 5,88 \text{ mg/L}$$

$$\text{mg/g MPB} = \frac{5,88 \text{ mg/L}}{103,52 \text{ g/L}} = 0,0568$$

de 103,52g/L er beregnet ud fra at der er tilsat 10,352g prøve til 100mL standard.