

KROMATOGRÁFIÁS ALAPÖSSZEFÜGGÉSEK

Krusper László
TEVA Gyógyszergyár Zrt.

Kromatográfiás elválasztás alkalmazásának feltétele

2

- A minta a mozgó fázisban
 - oldható legyen
 - szerkezeti (kémiai) átalakulás nélkül
 - a detektor érzékenység megszabta koncentrációban

Krusper László - Kromatográfiás alapösszefüggések

Kromatográfiás alapfogalmak

3

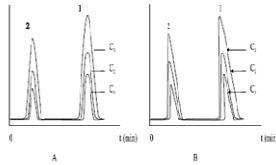
- A kromatográfia olyan elválasztástechnikai eljárás, amelynél a vizsgálandó minta komponensei egy állófázis (helyhez kötött) és azzal érintkező mozgófázis közötti anyagátmeneten, valamint az egyes komponensek a két fázissal (állófázis-mozgófázis) való eltérő kölcsönhatásán alapszik

Krusper László - Kromatográfiás alapösszefüggések

Lineáris kromatográfias módszer

10

- Nem lineáris szakasz
 - A kromatográfias csúcs kiszélesedik, torzul
 - A retenciós idő változik



Krusper László - Kromatográfias alapszfűggések

A kromatográfia alapegyenlete

11

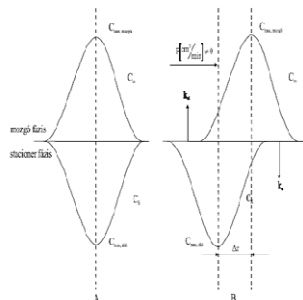
$$R_s = \frac{1}{4} \sqrt{N} \frac{\alpha - 1}{\alpha} \frac{k}{k + 1}$$

Kinetika (zónaszélesedés) Termodinamikai tag Visszatartásra jellemző tag

Krusper László - Kromatográfias alapszfűggések

Egyensúlyi viszonyok

12



Krusper László - Kromatográfias alapszfűggések

Visszatartási tényező (retenciós faktor, k')

13

$$k' = \frac{n_s}{n_m} = \frac{t_R - t_M}{t_M} = \frac{D_2}{D_1}$$

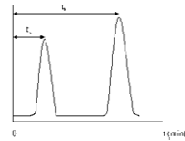
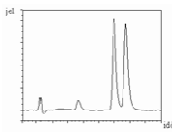
- Megadja, hogy egy vizsgált komponens az elválasztás során mennyi időt tartózkodott az állófázison a mozgófázisban töltött időhöz képest
- A kvázi-egyensúly megoszlási hányadosa, ha a koncentrációkat mólban adjuk meg

Krusper László - Kromatográfias alapösszefüggések

Visszatartási tényező (retenciós faktor, k')

14

Megadása kromatográfias adatokból
k' értéke lehetőleg 1 és 10 közé essen



$$V_R = t_R F$$

$$k' = \frac{V_R - V_M}{V_M}$$

Krusper László - Kromatográfias alapösszefüggések

Szelektivitás

15

$$\alpha = \frac{k_2}{k_1} \quad \alpha = \frac{n_{12}}{n_{21}} = \frac{K_2}{K_1}$$

ahol

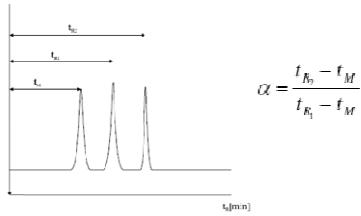
K_1 és K_2 a termodinamikai megoszlási hányadosok

Krusper László - Kromatográfias alapösszefüggések

Szelektivitás

16

A szelektivitás számolása kromatográfiai adatokból

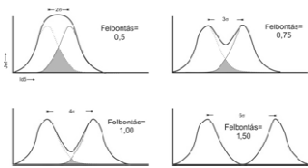


Krusper László - Kromatográfiai alapszfűggégek

Szelektivitás/Elválasztás

17

- R=1,0 a csűcsfedések átfedése kb.:2%
- R>1,5 akkor a csűcsfedések átfedése 0,1%-nál nagyobb

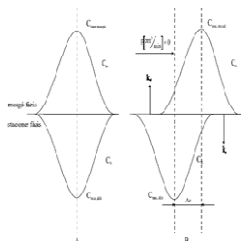


Krusper László - Kromatográfiai alapszfűggégek

Kinetikai hatékonyság

18

$$R_s = \frac{1}{4} \sqrt{N} \frac{\alpha - 1}{\alpha} \frac{k}{k + 1}$$

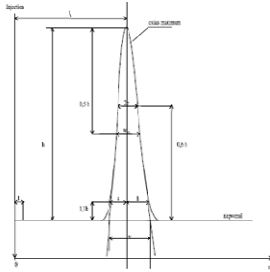


Krusper László - Kromatográfiai alapszfűggégek

Kinetikai hatékonyság

19

A Gauss görbe adatai



Krusper László - Kromatográfiás alapösszefüggések

Kinetikai hatékonyság

20

Elméleti tányérszám

$$N = \left(\frac{t_R}{\sigma} \right)^2$$

$$N = 5,54 \left(\frac{t_R}{W_{1/2}} \right)^2 \quad N = 16 \left(\frac{t_R}{W} \right)^2$$

Krusper László - Kromatográfiás alapösszefüggések

Kinetikai hatékonyság

21

Effektív elméleti tányérszám
Figyelembe veszi a visszatartást is

$$N_{eff} = 16 \left(\frac{t_R - t_M}{W} \right)^2$$

$$N_{eff} = N \left(\frac{k}{1+k} \right)$$

Krusper László - Kromatográfiás alapösszefüggések

Kinetikai hatékonyság

22

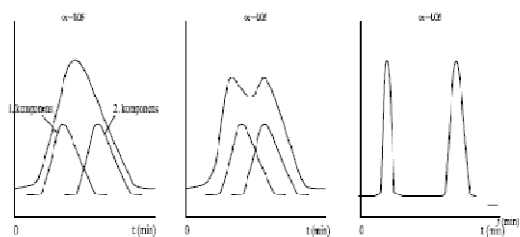
Elméleti tányérmagasság
HETP=height equivalent to a theoretical plate

$$H = \frac{L}{N}, \quad H_{eff} = \frac{L}{N_{eff}}$$

Krusper László - Kromatográfiás alapösszefüggések

Kinetikai hatékonyság/Elválasztás

23



Krusper László - Kromatográfiás alapösszefüggések
