

KROMATOGRAFI GAS

10/06/2010

KIMIA INSTRUMEN

1

Pendahuluan

Kromatografi ???

$$K = \frac{C_s}{C_M}$$



C_s = [komponen] dlm fasa diam

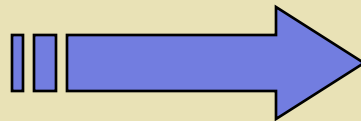
C_M = [komponen] dlm fasa gerak

Contoh kromatografi klasik:

- k. kertas



- k. lempeng tipis



- k. kolom



Kekurangan

-cuplikan banyak

-Berwarna

-lama



Kromatografi Gas dan Cair (GC dan HPLC)

Prinsip:

Kromatografi elusi (komponen didorong oleh penambahan pelarut segar)

Animasi!!!!

Kromatografi Gas

A. Pengertian

Dasar pemisahan pada kromatografi gas

Sistem pemisahan yg menggunakan

- fasa gerak gas - fasa diam zat padat

GSC/KGP

atau

- fasa gerak gas - fasa diam zat cair.

GLC/KGC



B. Tinjauan Teori

1. Faktor kapasitas, k'

ukuran interaksi senyawa dengan fasa diam

$$k' = \frac{t_r - t_o}{t_o} = \frac{n_s}{n_m} = k \left[\frac{v_s}{v_m} \right]$$

$k' > 1 \rightarrow$ interaksi kuat, $k' < 1 \rightarrow$ interaksi lemah

$$\alpha = \frac{k'_2}{k'_1}$$

2. Selektivitas, α

ukuran keterpilihan

$\alpha = 1$, senyawa 1&2 keluar kolom bersama-sama
(tidak ada pemisahan)

$\alpha > 1$, senyawa 1 keluar lebih cepat

Untuk kromatografi Gas-Cair \rightarrow

$$\alpha = \frac{K'_2}{K'_1}$$

γ = koef. Aktivitas

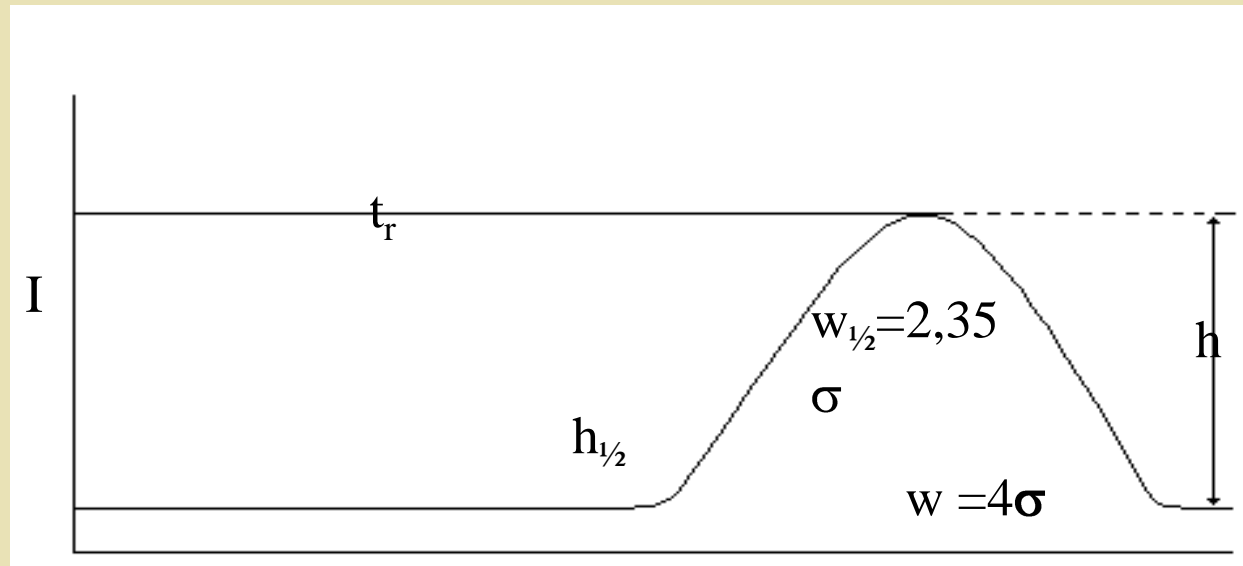
P = tekanan uap (\sim suhu)

$$\alpha = \frac{\gamma_1 P_1^o}{\gamma_2 P_2^o}$$



Untuk mendapatkan **selektivitas tinggi**, suhu eksperimen divariasikan (isothermal/pemrograman suhu)

3. Efisiensi → teori plat (N)



$$N = \frac{t_r^2}{\sigma^2} = \frac{16 t_r^2}{w^2} = \frac{5,55 t_r^2}{w_{1/2}^2}$$

Efisiensi → tercermin pada peak-peak

- semakin lebar peak → pemisahan kurang efisien
 - teori plat (N) diartikan Σ ekstraksi
- $N > \rightarrow$ semakin efisien

Parameter lain:

- HETP (Height equivalent to a Theoretical Plate)

$$\text{HETP} = \frac{L}{N}$$

Panjang kolom

HETP > kurang efisien
HETP < lebih efisien



Gambar2. Efisiensi mekanisme perjalanan solut melalui kolom

4. Resolusi, R_s

ukuran derajat pemisahan

$$R_s = \frac{\sqrt{N}}{4} \left(\frac{\alpha - 1}{\alpha} \right) \left(\frac{k_2'}{k_2' + 1} \right)$$

$R_s \gg \rightarrow$ pemisahan baik



C. Penerapan Kromatografi Gas

1. Kualitatif: - langsung, jika detektor IR, MS
- tidak langsung, jika detektor TCD, FID
(membandingkan t_r analit dengan standar atau dengan ko-kromatografi)

2. Kuantitatif: - kalibrasi
- adisi

Luas peak ~ konsentrasi komponen dalam cuplikan.



Gambar 1. Skema Alat GC

10/06/2010

KIMIA INSTRUMEN

13



1. Gas pembawa → eluen/pelarut yg bergerak cepat

- Syarat :
 - stabil
 - Inert
 - Murni
 - Cocok dengan detektor
- Kec. Alir : ± 150 mL/menit
- Contoh : He, Ar, H₂, N₂



2. Sistem pemasukkan cuplikan

- syarat cuplikan : mudah menguap dan stabil
- Suhu injector : $\pm 50^{\circ}\text{C}$ lebih tinggi dari titik didih cuplikan
- Volume cuplikan - gas : 0,5 – 50 mL
 - cairan : 0,2 – 20 μL



3. Kolom → tempat proses pemisahan

Dua jenis kolom:

a. Jenis pak ($\varnothing = 3 - 6 \text{ mm}$; $l = 1-5 \text{ m}$)

Isi : - zat padat halus

- zat padat yg dilapisi zat cair kental sukar menguap

Fungsi : untuk preparatif

b. Jenis kolom kapiler/terbuka ($\varnothing = 0,1 - 0,7 \text{ mm}$; $l = 15-100 \text{ m}$)

- bagian dalam tidak terhalang oleh fasa diam → waktu lebih pendek

- t_r makin berbeda



4. Termostat → tempat menyimpan kolom dgn suhu terprogram

Suhu sama atau lebih besar sedikit dari td cuplikan.

5. Detector → untuk mendeteksi komponen-komponen yg telah terpisah dalam kolom

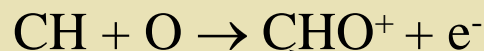
a. TCD, detector daya hantar panas

- terdiri dari filamen panas $W - R_e$
- suhu naik → R naik → sinyal
- berkurangnya $R \sim$ naiknya M_r
- gas pembawa paling sesuai H_2 dan He



b. **FID**, **detector ionisasi nyala (lebih peka)**

- solut + H₂ + udara dibakar



membawa arus ke katoda

c. **ECD**, **detector penangkap elektron**

- N₂ diionisasi oleh sinar β (dari ⁶³Ni atau ³H), elektron yg dihasilkan ditarik ke anoda sehingga timbul arus (sinyal).
- peka terhadap halogen, karbonil terkanjugasi, nitril, nitro dan organologam



d. Detector fotometri nyala/emisi optik

untuk mendeteksi P (536 nm) dan S (394 nm) dalam pestisida dan polutan udara.

e. Detector spektroskopi massa (GC-MS)

- berdasarkan M_r
- Solut ditembaki dengan elektron berenergi tinggi sehingga pecah menjadi molekul-molekul yg lebih kecil.

6). Recorder → mencatat hasil



D. Mode Operasional - isothermal

- program suhu