



Laboratoria Kielce

Politechnika Świętokrzyska
Uniwersytet Humanistyczno-
Przyrodniczy Jana Kochanowskiego
w Kielcach



Laboratorium Metod Chromatograficznych



**INNOWACYJNA
GOSPODARKA**
NARODOWA STRATEGIA SPÓJNOŚCI



UK
Uniwersytet
Humanistyczno-Przyrodniczy
Jana Kochanowskiego w Kielcach

UNIA EUROPEJSKA
EUROPEJSKI FUNDUSZ
ROZWOJU REGIONALNEGO



Plan

- Wprowadzenie
- Projekty badawcze
- Wyposażenie
 - ✓ Chromatografia gazowa
 - ✓ Chromatografia cieczowa
 - ✓ Elektroforeza kapilarna
 - ✓ Metody ekstrakcji analitów
- Dotychczasowe badania
 - ✓ Analiza chemiczna
 - ✓ Badania fizykochemiczne
- Perspektywy badawcze
- Wybrane osiągnięcia

Wprowadzenie

- Znanych jest około 54 mln związków chemicznych, w tym około 40 mln związków organicznych
- W bieżącym użyciu znajduje się ok. 100 tys. związków chemicznych
- Ciało człowieka składa się z ok. 750 tys. związków chemicznych
- Człowiek w ciągu życia może spotkać się z ok. 1 mln związków chemicznych, obecnych w środowisku od 10^{-12} %
- W dymie tytoniowym jest ok. 4800 związków chemicznych

**Zakres zainteresowań
badawczych**
**Zastosowanie metod
chromatograficznych w analizie
chemicznej, adsorpcji, katalizie
i ochronie środowiska**

**Projekt badawczy
Ministerstwa Nauki i Szkolnictwa
Wyższego**

**Porównanie statycznych i
chromatograficznych metod badania
oddziaływań na granicy faz: stały
adsorbent - organiczna substancja
gazowa
(2003-2006)**

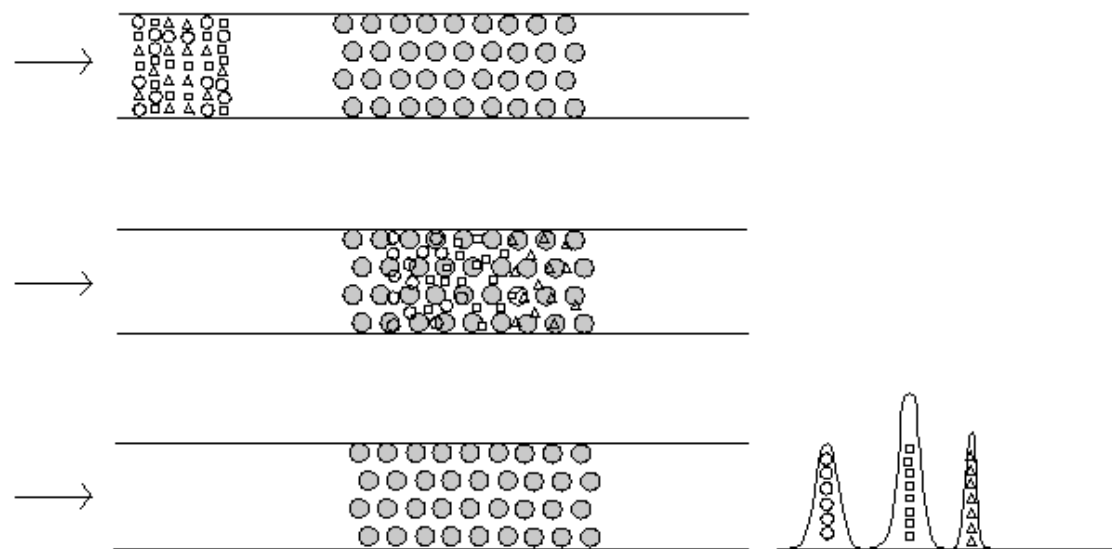
**Projekt badawczy
Ministerstwa Nauki i Szkolnictwa
Wyższego**

**Synteza oraz adsorpcyjne,
chromatograficzne i spektroskopowe
badania nowych nanoporowatych
materiałów węglowych,
(2009-2012)**

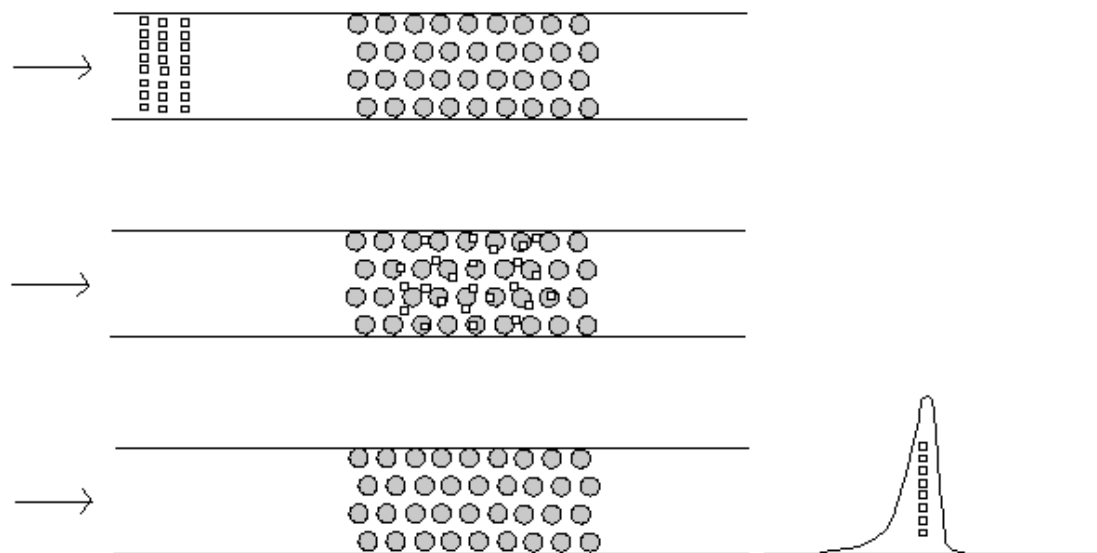
Chromatografia

- Chromatografia jest metodą rozdzielania składników jednorodnych mieszanin a także ich identyfikacji i oznaczania ilościowego
- Chromatograficznie można badać właściwości fizykochemiczne ciał stałych i cieczy

Chromatografia analityczna



Chromatografia inwersyjna



Rodzaje chromatografii w laboratorium

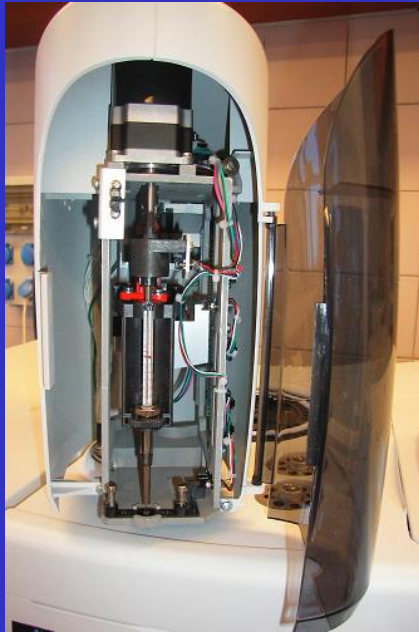
- Chromatografia gazowa
- Wysokosprawna chromatografia cieczowa
 - kolumnowa
 - cienkowarstwowa
- Techniki elektromigracyjne

Chromatografia gazowa

Detektory do chromatografii gazowej

- Detektor cieplno-przewodnościowy (TCD)
- Detektor płomieniowo-jonizacyjny (FID)
- Detektor wychwyty elektronów (ECD)
- Detektor spektrometrii mas (MSD)

GC-MS



Generator powietrza



Generator azotu



Generator wodoru



GC-ECD, GC-FID



Chromatografia gazowa

- Możliwa jest analiza 100 próbek na dzień
- Nad powierzchnią kawy wykryto ok. 350 związków chemicznych
- Wśród tych związków wykryto 10^{-11} g wielopierścieniowych węglowodorów aromatycznych

Chromatografia cieczowa

Detektory do chromatografii ciekowej i elektroforezy

- Detektor fotometryczny absorpcji promieniowania (UV-VIS)
- Detektor z matrycą fotodiodową (DAD)
- Detektor spektrometrii mas (MSD)

LC-MS



Generator azotu do LC-MS



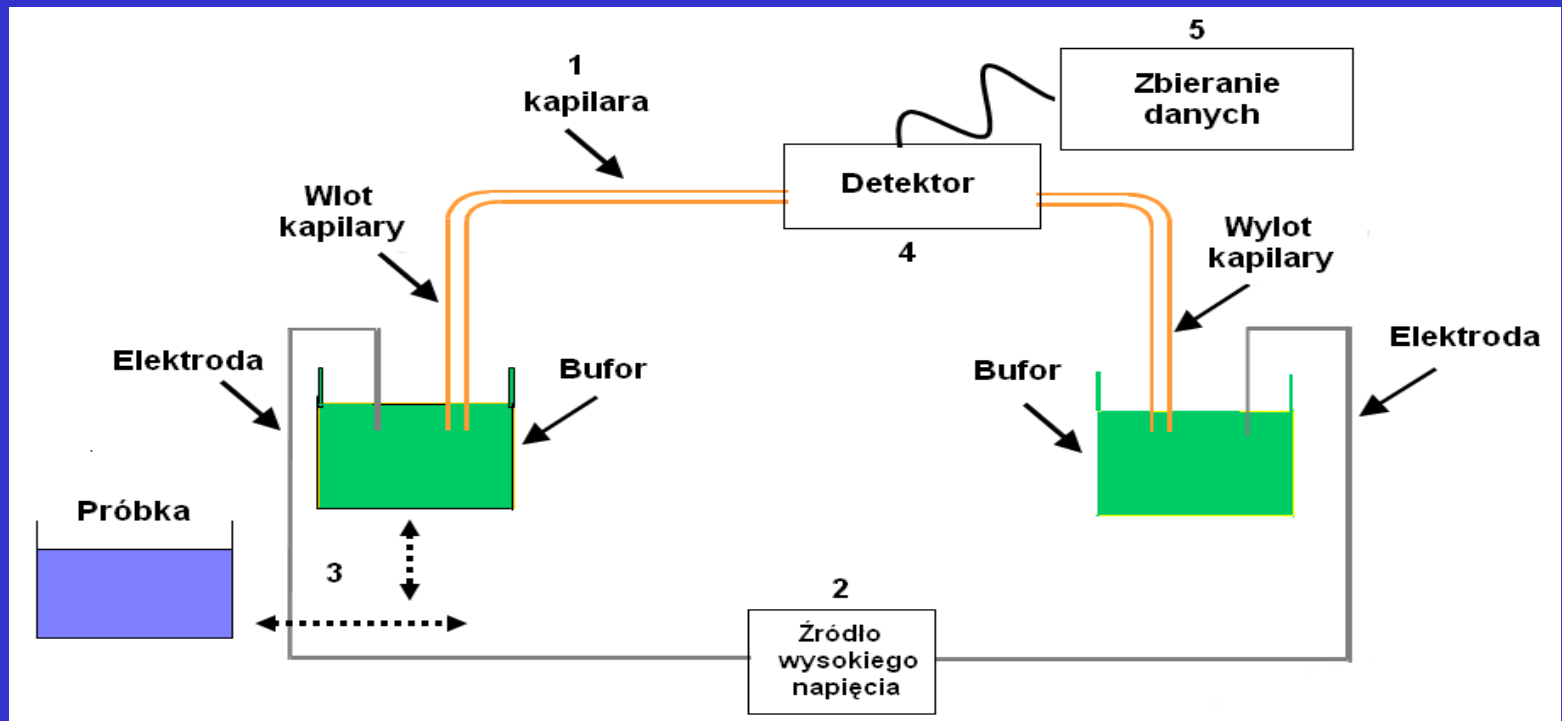
07/06/2010

Elektroforeza kapilarna CE

Elektroforeza kapilarna



Elektroforeza kapilarna



Ekstrakcja analitów z matrycy ciekłej

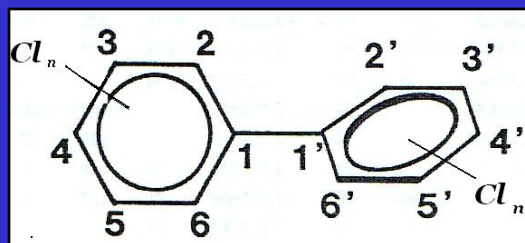
- Ekstrakcja ciecz-ciecz (LLE)
- Ekstrakcja do fazy stałej (SPE)
- Mikroekstrakcja do fazy stacjonarnej (SPME)
- Mikroekstrakcja na porowatym sorbencie (MEPS)
- Ekstrakcji do kropli rozpuszczalnika (SDE)

Ekstrakcja analitów z matrycy stałej

- Ekstrakcja ciało stałe-ciecz (aparatur Soxhleta)
- Ekstrakcja ultradźwiękowa

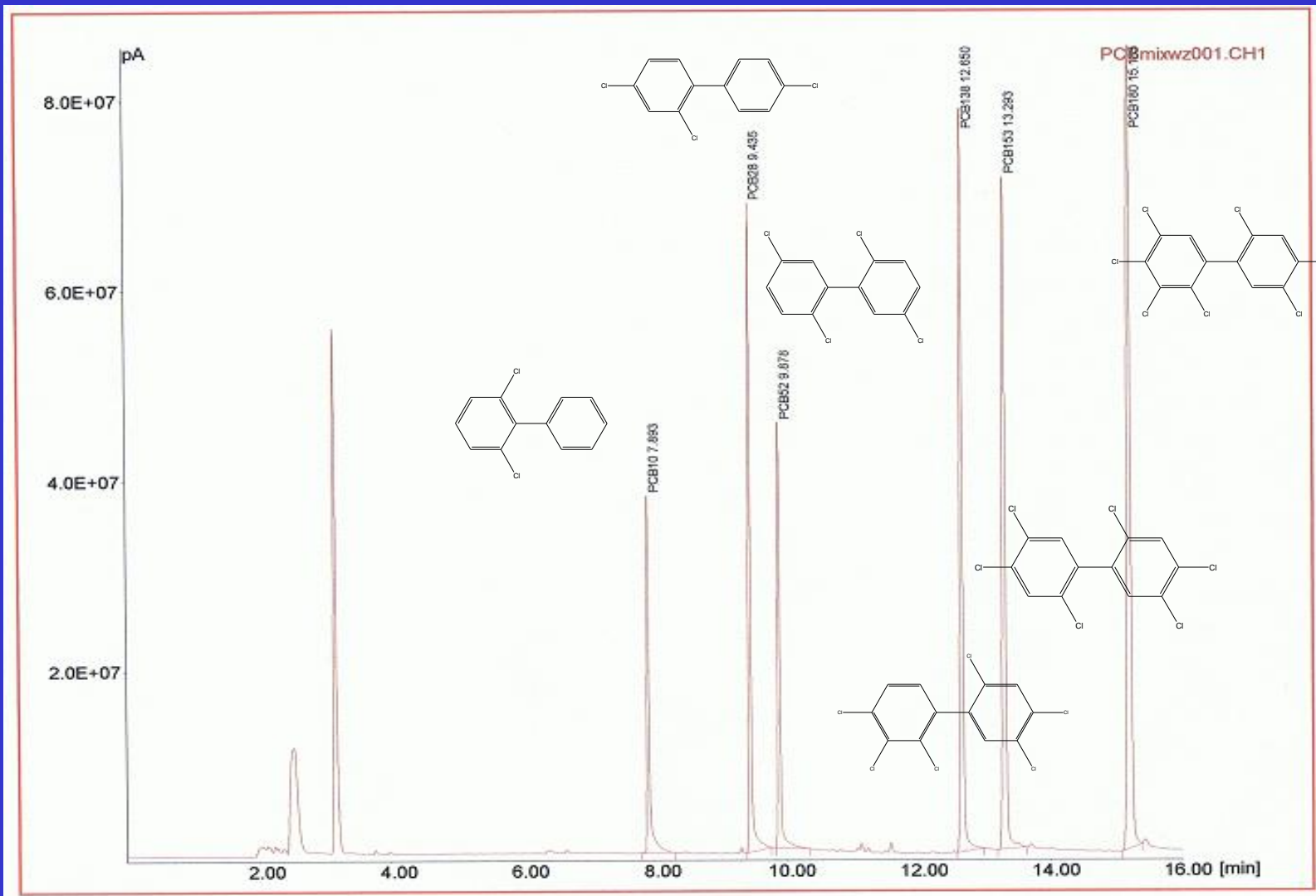
Przykłady analiz chromatograficznych

Polichlorowane bifenyłe PCB

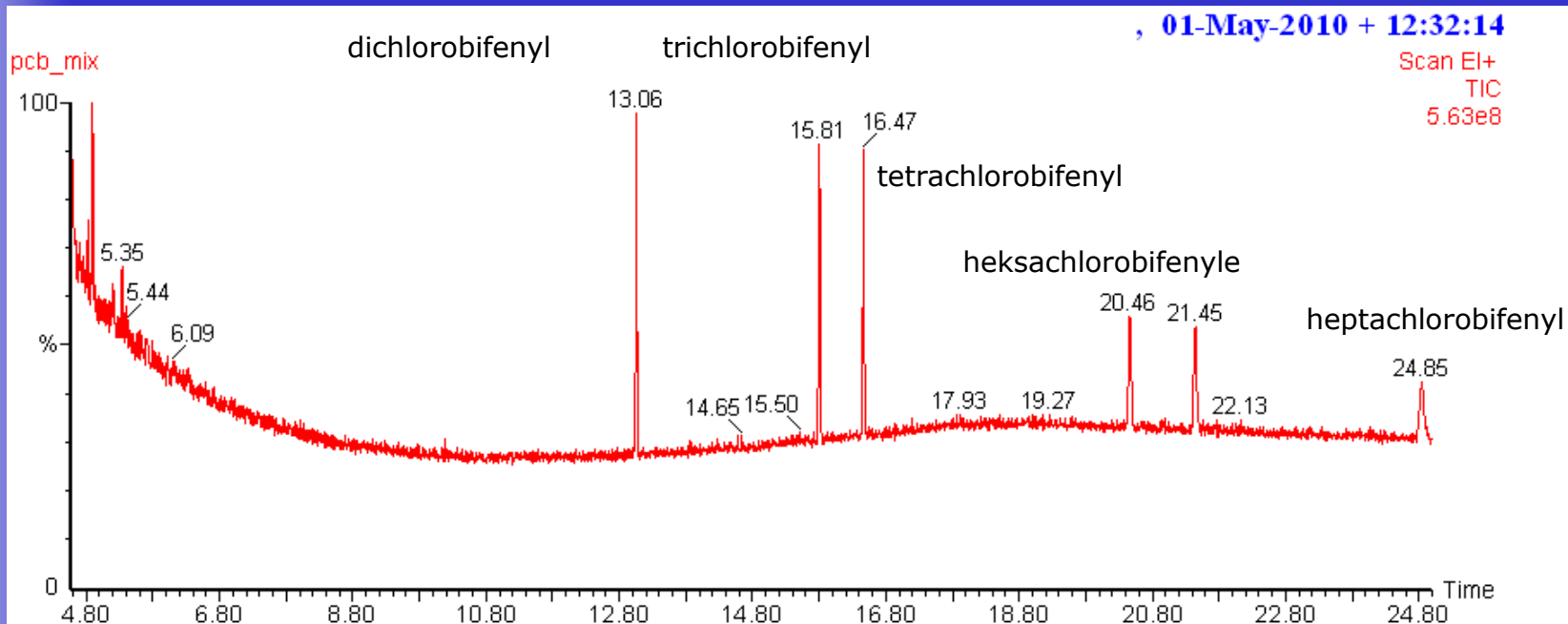


PCB (GC-ECD)

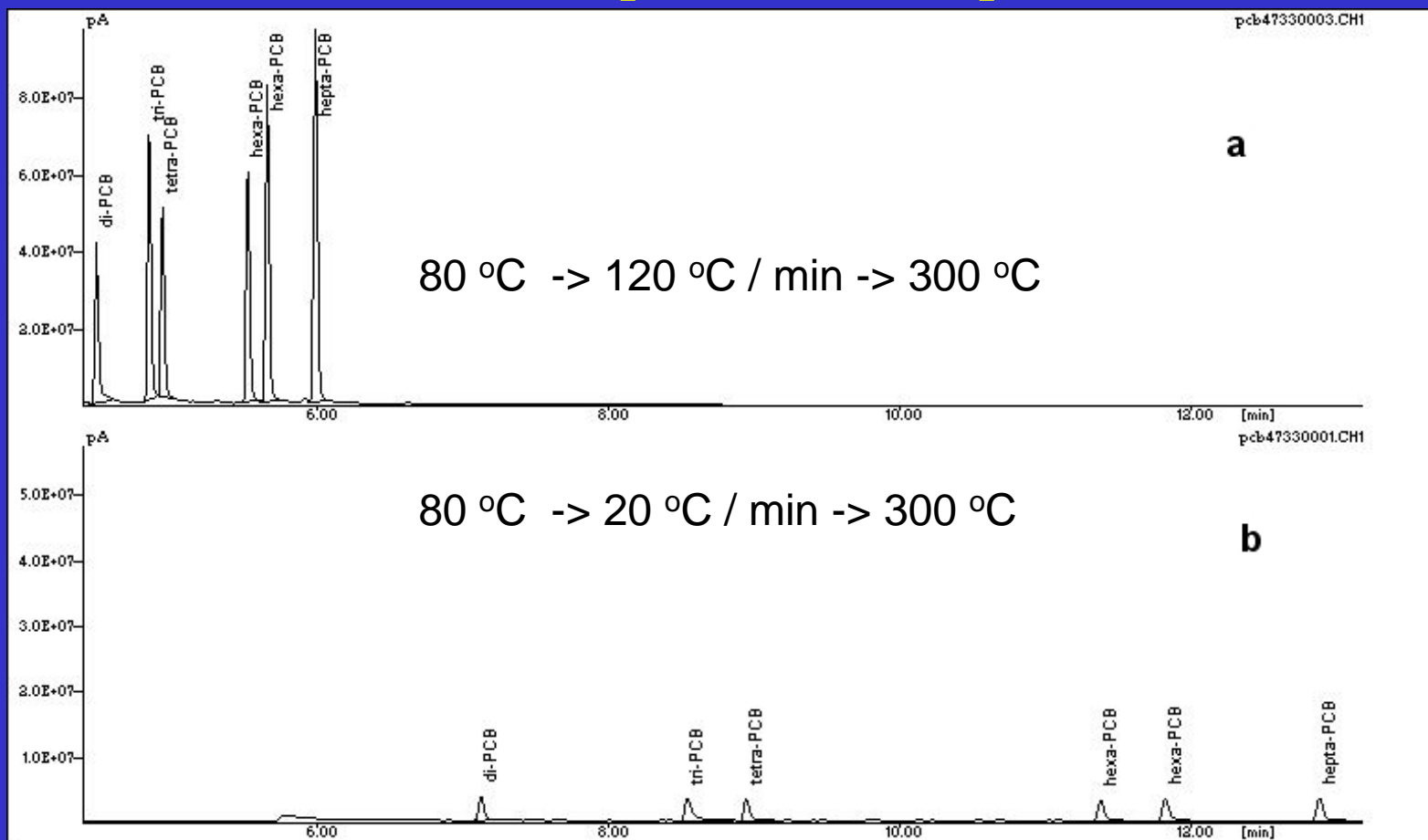
2,6 - dichlorobifenyl (PCB-10)
2,4,4' - trichlorobifenyl (PCB-28)
2,2',5,5' - tetrachlorobifenyl (PCB-52)
2,2',3,4,4',5' - heksachlorobifenyl (PCB-138)
2,2',4,4',5,5' - heksachlorobifenyl (PCB-153)
2,2',3,4,4',5,5' - heptachlorobifenyl (PCB-180)



PCB (GC-MS)



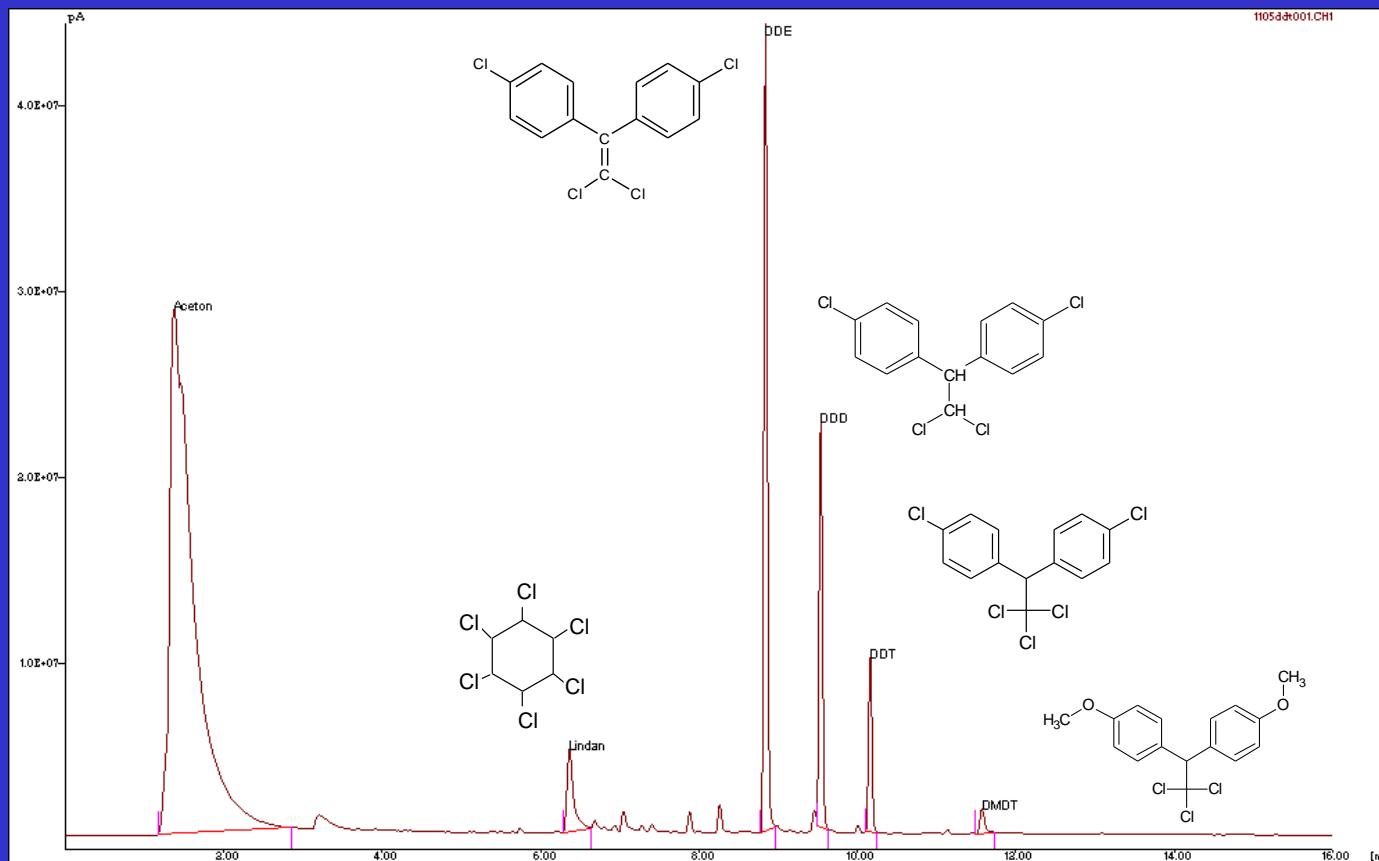
PCB (GC-ECD)



Chromatogramy sześciu polichlorowanych bifenyli
rozdzielonych metodą chromatografii gazowej
a) szybka GC, b) normalna GC

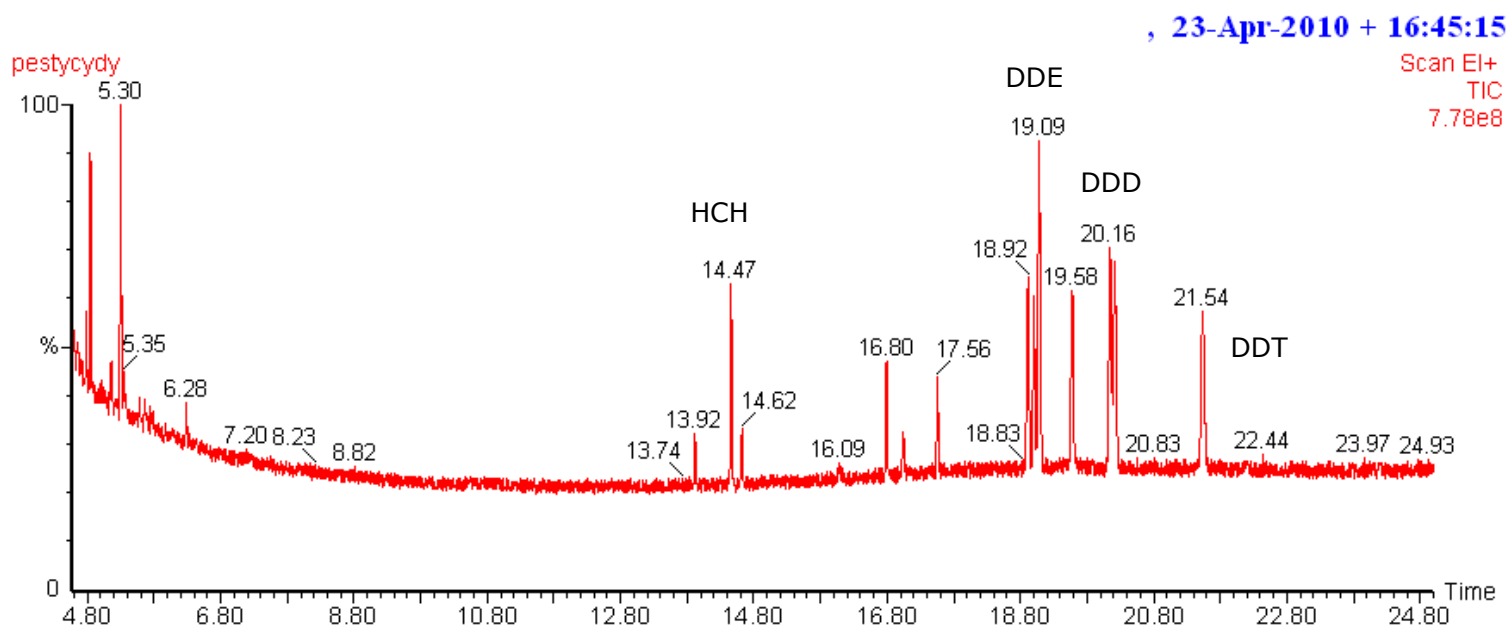
Pozostałości pestycydów chloroorganicznych

Pestycydy chloroorganiczne (GC-ECD)



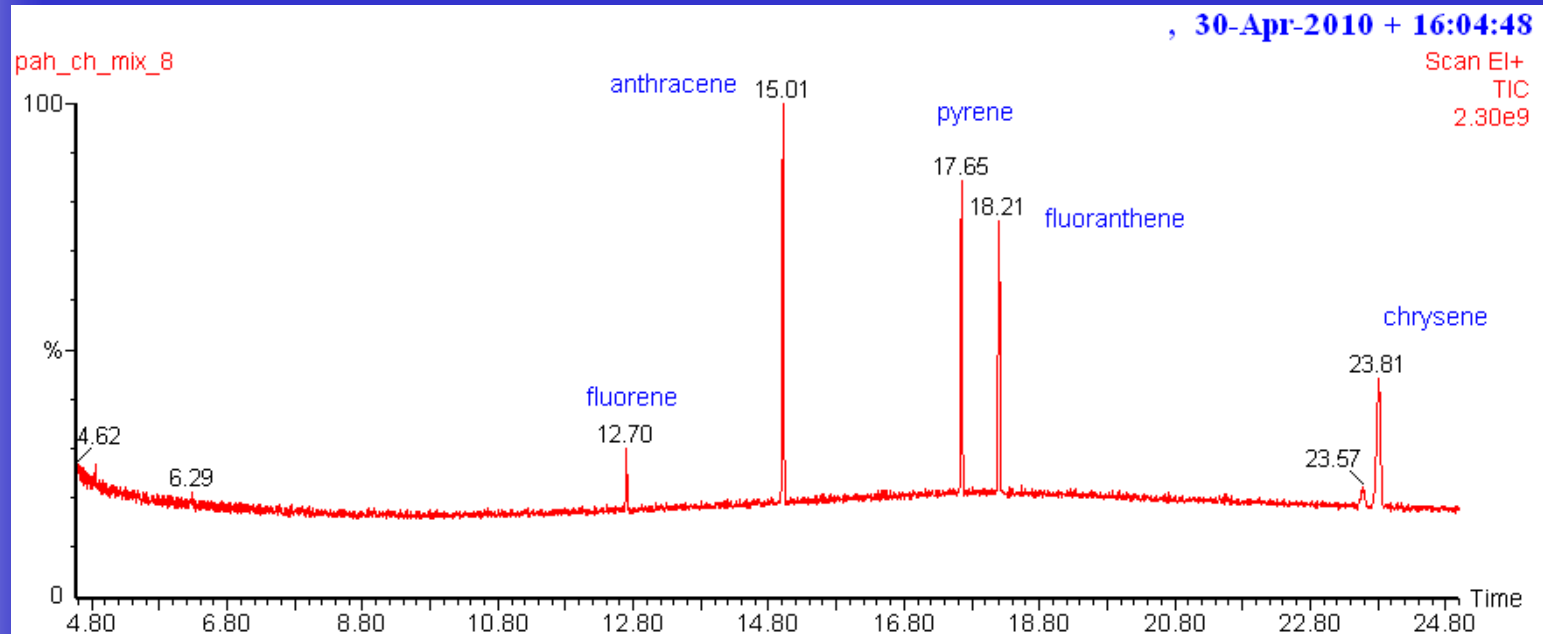
1. γ - HCH (heksachlorocykloheksan) - lindan
2. p,p' - DDT (1,1,1-trichloro-2,2-bis(p-chlorofenylo)etan
3. p,p' - DDE (1,1-dichloro-2,2-bis-(p-chlorofenylo)-eten
4. p,p' - DDD (1,1-dichloro-2,2-bis(p-chlorofenylo)etan
5. p,p' - Metoksychlor (1,1,1-trichloro-2,2-bis-(p-metoksyfenylo)etan

Pestycydy chloroorganiczne (GC-MS)

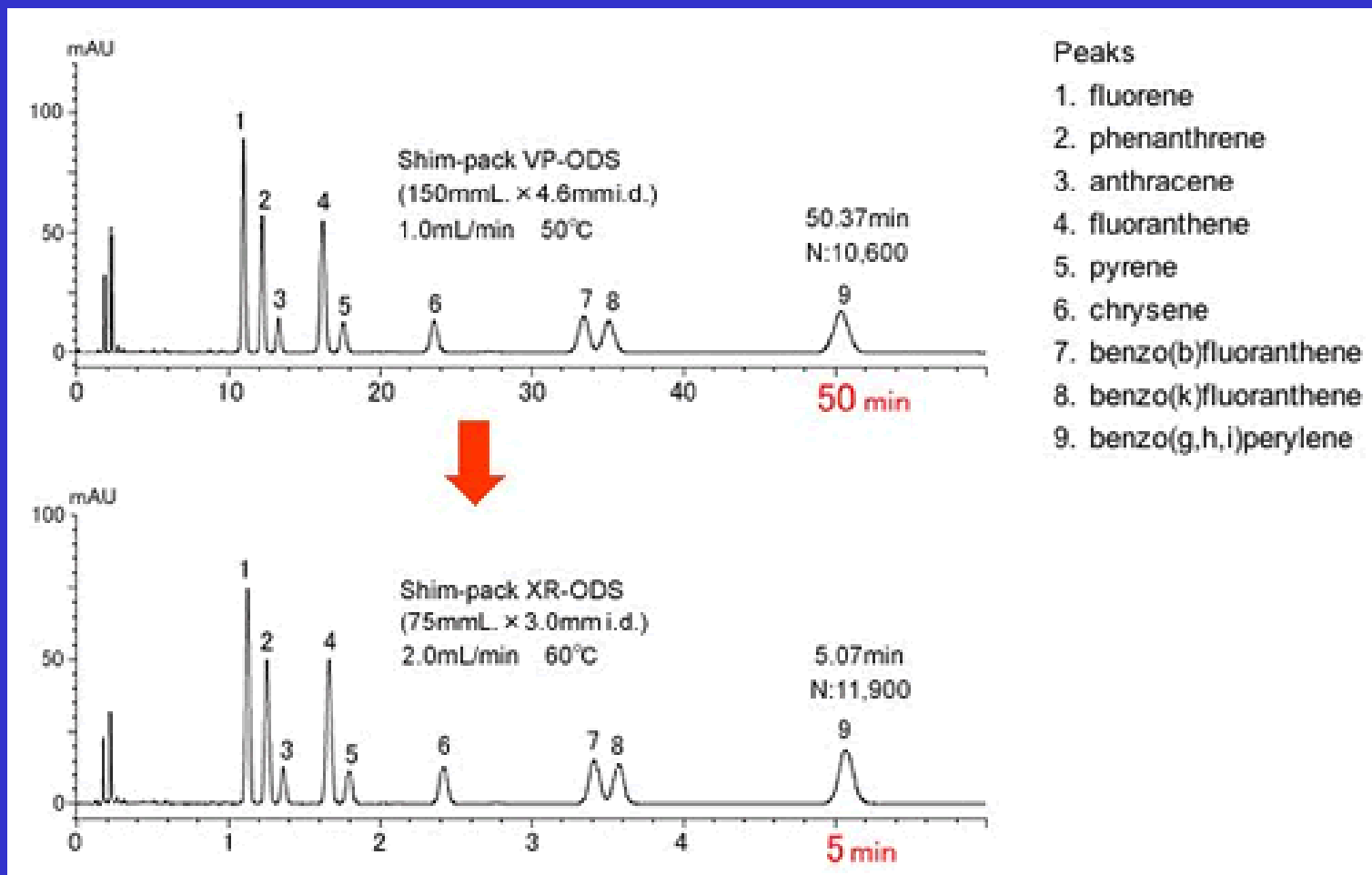


Wielopierścieniowe węglowodory aromatyczne (WWA)

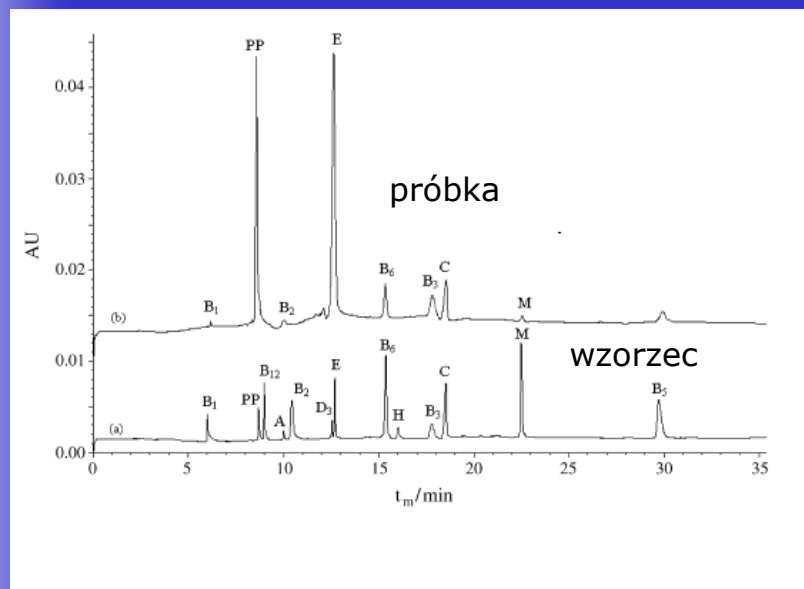
Analiza wybranych WWA metodą GC-MS



HPLC i UFLC

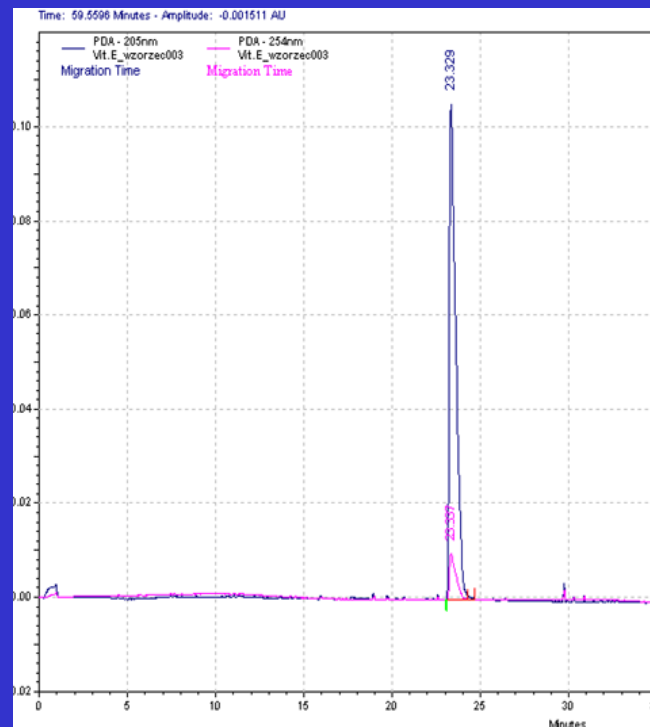


Analiza witamin metodą elektroforezy kapilarnej

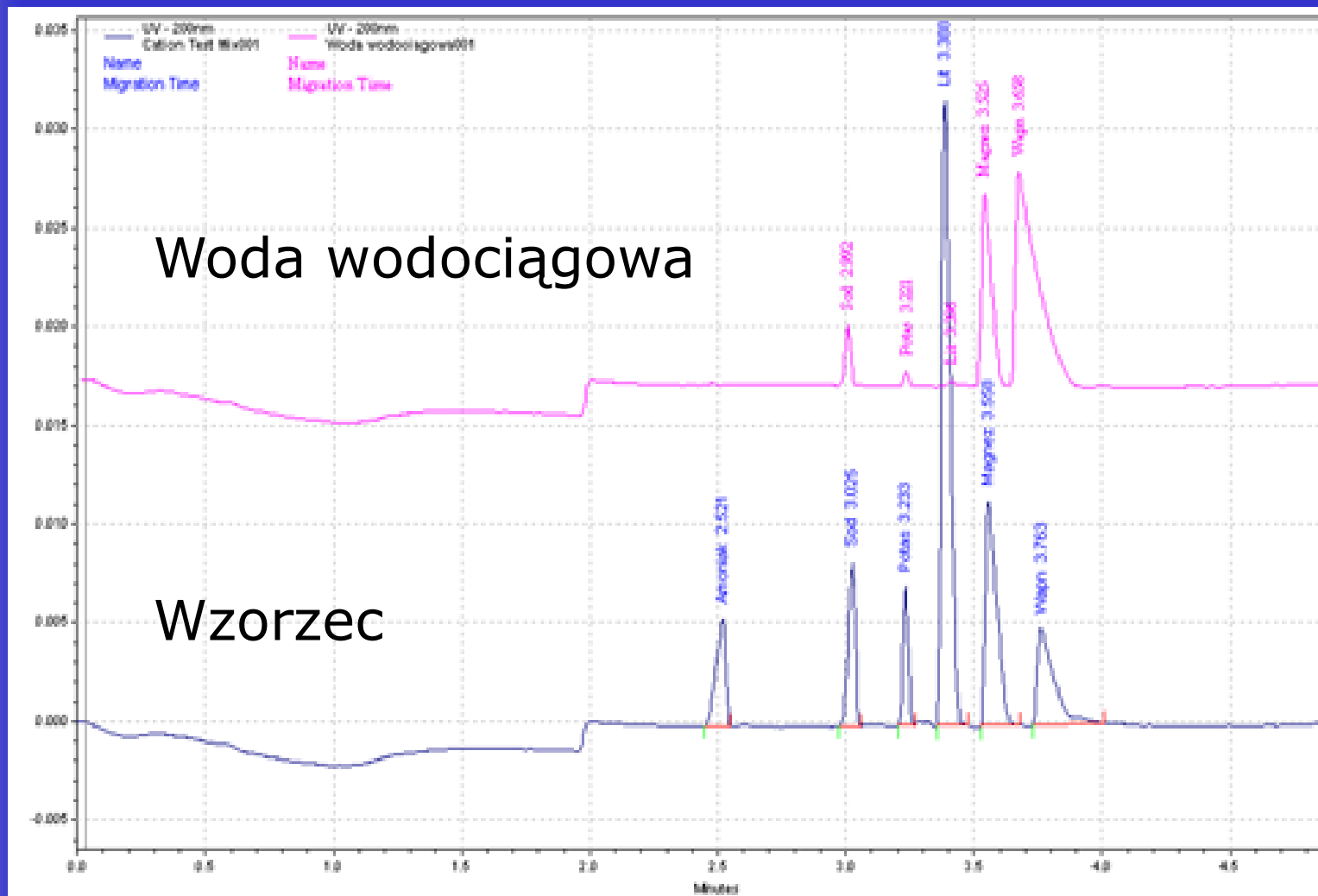


Witamina E

Witaminy
A, B, C, D, E, PP, M



Analiza kationów metodą elektroforezy kapilarnej



**Analiza śladowych ilości
zanieczyszczeń w gazach
wysokiej czystości, np. tlenu i
pary wodnej w azocie**

Oznaczanie zawartości węglowodorów nienasyconych w paliwie propan-butan

Badania fizykochemiczne

Odwrócona chromatografia gazowa (IGC)

Badania adsorpcyjne nanoporowatych materiałów krzemionkowych i węglowych

Ciekłokrystaliczne fazy stacjonarne w chromatografii

Perspektywy badawcze

- Analiza chromatograficzna próbek środowiskowych
- Badania fizykochemiczne nowych nanomateriałów i ciekłych kryształów
 - ✓ właściwości adsorpcyjne
 - ✓ właściwości katalityczne
 - ✓ właściwości rozdzielcze

Perspektywy badawcze

- Zastosowanie elektroforezy kapilarnej:
 - ✓ analiza glutationu we krwi
 - ✓ analiza pozostałości steroidów w środowisku wodnym
 - ✓ analiza leków i ich metabolitów
 - ✓ analiza lotnych związków organicznych w napojach

Zespół badawczy

1. Prof. dr hab. inż. Zygfryd Witkiewicz
2. Prof. dr hab. inż. Jerzy Choma
3. Dr hab. Andrzej Gierak, Prof. UJK
4. Dr hab. Piotr Słomkiewicz, Prof. UJK
5. Dr Marta Repelewicz
6. Dr Jerzy Oszczudłowski
7. Dr Jan Zdenkowski,
8. Mgr Katarzyna Jedynak
9. Mgr Dariusz Wideł

Współpraca naukowa

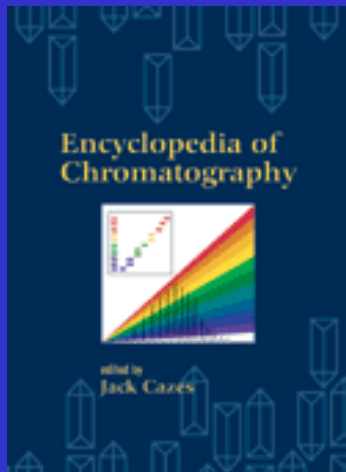
- Prof. Mietek Jaroniec, Kent State University, USA
- Prof. Victor. G. Beriezkin, Moskwa, Rosja
- Dr hab. Henryk Grajek, Prof. WAT, Warszawa
- Dr Jan Krasoń, Geoexplorer, Denver, USA
- Dr Modest Gertsyuk, Ukrainian Chromatographic Society, Kijów, Ukraina
- Dr Javier Quagliano, Argentyna

Konferencja

- Twelfth Polish — Ukrainian Symposium on Theoretical and Experimental Studies of Interface Phenomena and their Technological Applications simultaneously with
 - 2nd COMPOSITUM Conference Hybride Nanocomposites and their Applications

Ameliówka (Kielce), Poland,
August 24-28, 2010

Encyklopedia of Chromatography

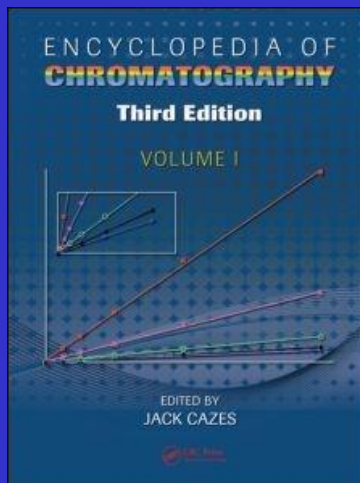


Gas Sampling Systems for GC

Liquid Crystal GC Phases

Physicochemical Properties of Ion Exchange Resins by Inverse Gas Chromatography

Sample Injectors with Mobile Parts for GC



Atomic Emission Detector for Gas Chromatography

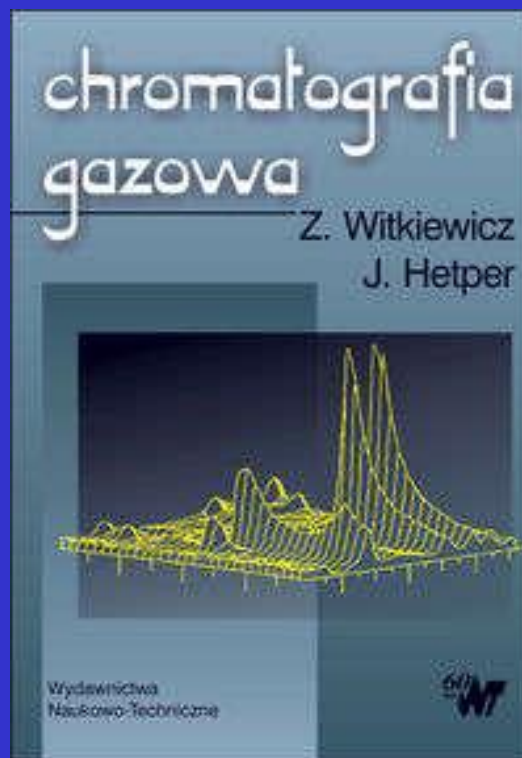
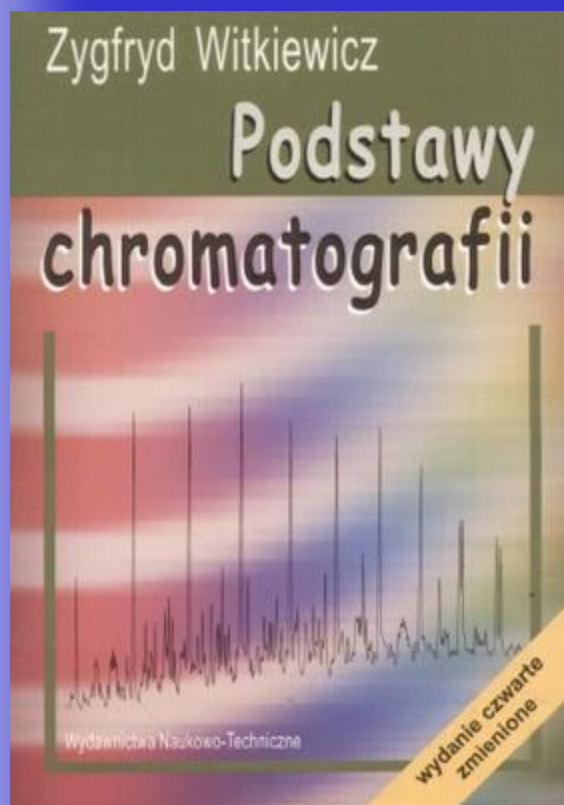
Ciekłokrystaliczne fazy stacjonarne w chromatografii

- Z. Witkiewicz, J. Oszczudłowski, M. Repelewicz, 2003, „Liquid crystalline stationary phases for high performance liquid chromatography”, Chem. Anal. 48, 397-412
- Z. Witkiewicz, J. Oszczudłowski, M. Repelewicz, 2005, „ Liquid crystalline stationary phases for gas chromatography „ , J. Chromatogr. A, 1062, 155 - 174
- Z. Witkiewicz, J. Oszczudłowski, „Liquid crystal GC phases”, Encyclopedia of Chromatography, Third edition, Taylor & Francis , USA, 2010.

Patenty z chromatografii:

1. P. M. Słomkiewicz, *Dozownik o zmiennej pojemności z zaworem sześciostrożnym do chromatografu gazowego*, PL - 177330 (1999)
2. P. M. Słomkiewicz, *Dozownik chromatografu gazowego, zwłaszcza do próbek o podwyższonym ciśnieniu*, PL - 177984 (2000)
3. P. M. Słomkiewicz, *Mikrodozownik zaworowy do chromatografii gazowej*, PL - 178020 (2000)
4. P. M. Słomkiewicz, *Układ dozowania próbek do chromatografu gazowego*, PL - 178186 (2000)
5. P. M. Słomkiewicz, *Dozownik chromatograficzny z ruchomą kolumną wstępną*, PL-192935, (2007)
6. P. M. Słomkiewicz, *Dozownik do chromatografu gazowego, zwłaszcza do próbek o wysokiej temperaturze wrzenia*, PL- 192882, (2007)
7. P. M. Słomkiewicz, *Podziałowy dozownik do chromatografu gazowego, zwłaszcza do kolumn kapilarnych*, PL - 193170 (2007)
8. P. M. Słomkiewicz, *Laboratoryjne urządzenie do wyznaczania izoterm adsorpcji metodą chromatografii gazowej, zwłaszcza do żywic jonitowych*, PL-194922 (2007)

Podręczniki akademickie



Tematy grantów przygotowywanych do realizacji

Tytuł projektu: **Opracowanie i wdrożenie systemów stabilizacji, detoksykacji, higienizacji komunalnych osadów pościekowych oraz osadów poformierskich zdeponowanych w Stawie Białogońskim (Kielce)**

Zakład Fizyki Chemicznej (**prof. UJK dr hab. Piotr Słomkiewicz**)
kierownik projektu,

Zakład Mikrobiologii (**prof. zw. dr hab. Wiesław Kaca**),
Samodzielny Zakład Ochrony i Kształtowania Środowiska
(**prof. UJK dr hab. Anna Świercz**),

Zakład Chemii Fizycznej (**prof. zw. dr hab. Zygfryd Witkiewicz**),
Państwowy Instytut Geologiczny Oddział Świętokrzyski (**dr Jan Prażak**).

Tematy grantów przygotowywanych do realizacji

Tytuł projektu: **Opracowanie i wdrożenie metod detoksykacji wód powierzchniowych i terenów popowodziowych ze szkodliwych związków chemicznych**

Zakład Geologii (**prof. UJK dr hab. Michał Gruszczyński**),
Zakład Mikrobiologii (**prof. zw. dr hab. Wiesław Kaca**),
Zakład Fizyki Chemicznej (**prof. UJK dr hab. Piotr Słomkiewicz**),
Samodzielny Zakład Ochrony i Kształtowania Środowiska
(**prof. UJK dr hab. Anna Świercz**),
Zakład Chemii Fizycznej (**prof. zw. dr hab. Zygfryd Witkiewicz**,
dr Jerzy Oszczudłowski)