

Analiza jakościowa i ilościowa węglowodorów przy użyciu chromatografii gazowej

Metoda: Chromatografia gazowa

Cel ćwiczenia: Analizę jakościową należy przeprowadzić na podstawie pomiarów całkowitych czasów retencji poszczególnych substancji. Pierwszy etap ćwiczenia polega na dokonaniu pomiarów czasów retencji dla substancji wzorcowych, a następnie dla próbki badanej o nieznanym składzie. W celu identyfikacji składu badanej próbki należy porównać otrzymane czasy retencji substancji wzorcowych z próbką.

Analizę ilościową należy przeprowadzić dla wybranego węglowodoru wykonując nastrzyki dla różnych objętości, wykreśleniu krzywej kalibracyjnej i określeniu nieznanych ilości węglowodorów w próbkach.

Odczynniki

- Zestaw węglowodorów wzorcowych: cykloheksen, cykloheksan, *n*-heptan, *n*-oktan, izooktan, toluen, ksylen, *n*-dekan
- Eter dietylowy

Aparatura i sprzęt laboratoryjny

- Chromatograf gazowy Shimadzu GC-2025 z kolumną kapilarną,
- Strzykawki,
- Kolba miarowa o pojemności 10 cm³ – 10 szt.,

Sposób wykonania:

1. Do kolbki o pojemności 10 cm³ z należy pobrać 2 cm³ eteru dietylowego i dodać strzykawką 50 µl wzorcowej substancji. Czynności te należy wykonać dla wybranych substancji wzorcowych (analiza jakościowa). Następnie dla jednego z wybranych węglowodorów wykonać dodatkowe roztwory zawierające 10, 20, 30 i 40 µl tego związku (do metody kalibracji bezwzględnej – analiza ilościowa). Ważne jest, aby przed przystąpieniem do nastrzyku przemyć strzykawkę kilkukrotnie rozpuszczalnikiem.

2. W pierwszej kolejności należy odkręcić butle zawierające powietrze, gaz nośny i wodór. Włączyć chromatogram, następnie należy ustawić temperaturę dozownika na 155 °C, a detektor na 185 °C. Temperatura kolumny powinna być programowana od 35 °C do 155 °C z prędkością narostu 10 °C/min. Po włączeniu komputera, uruchomić oprogramowanie i poczekać aż chromatograf przygotuje się do pracy. W pierwszej kolejności należy nastrzykiwać (nastrzyk 5 µl) substancje wzorcowe do analizy jakościowej naciskając jednocześnie START na chromatografie. Po wykonaniu analiz substancji wzorcowych wykonać nastrzyk mieszaniny węglowodorów (zadanie) wydanej przez prowadzącego zajęcia. W części ilościowej nastrzyknąć różne ilości wybranego węglowodoru, a następnie zadanie wydane przez prowadzącego. Analizę należy przeprowadzać w ciągu 12 minut. Zapisać chromatogramy na komputerze.

3. Po wykonaniu analiz należy ustawić kolumnę, dozownik i detektor do temperatury 30 °C, **zaczekać do wychłodzenia** i wyłączyć chromatograf. Następnie zakręcić butle z gazami.

Instrukcja obsługi programu:

Przed przystąpieniem do pomiaru należy kliknąć na zakładkę „Metoda” i sprawdzić czy czas analizy ustawiony jest na 12 minut. W zakładce „Ekran” należy kliknąć na „Powiększ” ustawiając „sygnał” maksimum na 1000 [mV] i minimum na -50, a „Czas” maksimum na 12 [min], minimum na 0. Ustawiając w ten sposób program można przystąpić do pomiaru. Po wykonanej analizie, należy zapisać plik do folderu z imieniem i nazwiskiem prowadzącego, tworząc folder z datą wykonania ćwiczenia. Klawisz „Integracja” służy do zintegrowania otrzymanych chromatogramów. W celu „wyczyszczenia” ekranu, po zapisaniu chromatogramu należy nacisnąć przycisk „Monitor”.

Opracowanie wyników:

1. Na podstawie uzyskanych czasów retencji należy zidentyfikować skład mieszaniny próbki węglowodorów wydanej do analizy.
2. Na podstawie nastrzykniętych różnych objętości wybranego węglowodoru i porównania pola powierzchni ich pików, należy obliczyć skład ilościowy wydanej próbki do analizy o nieznannej objętości węglowodoru metodą krzywej kalibracyjnej.

Literatura:

1. W. Szczepaniak, „Metody instrumentalne w analizie chemicznej”, PWN 2005.
2. J. Minczewski, Z. Marczenko, „Chemia Analityczna, tom 3, Analiza Instrumentalna”, PWN 1998.
3. Poradnik fizykochemiczny, PWN 2006.