

## Analiza jakościowa i ilościowa mieszaniny 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 próbka badaną.

Analizę ilościową należy przeprowadzić dla wybranych węglowodorów wykonując nastrzyki dla różnych objętości wzorcowych, wykreśleniu krzywej kalibracyjnej i określeniu nieznanymi ilości węglowodorów w próbkach.

### Odczynniki

- Zestaw węglowodorów wzorcowych: cykloheksen, *n*-heptan, izooktan, toluen, *o*-ksylen, *n*-dekan

### Aparatura i sprzęt laboratoryjny

- Chromatograf gazowy Shimadzu GC-2025 z kolumną kapilarną,
- Strzykawkę,
- Kolba miarowa o pojemności 10 cm<sup>3</sup> – 10 szt.,
- Eter dietylowy

### **Sposób wykonania:**

**1.** Do kolbki o pojemności 10 cm<sup>3</sup> z należy pobrać 2 cm<sup>3</sup> eteru dietylowego i dodać strzykawką 50 µl wzorcowej substancji. Czynności te należy wykonać dla każdej z analizowanych substancji wzorcowych. Następnie dla jednego z wybranych węglowodorów wykonać dodatkowe roztwory zawierające 10, 20, 30 i 40 µl tego związku (do metody kalibracji bezwzględnej). Ważne jest, aby przed przystąpieniem do nastrzyku przemyć strzykawkę kilkukrotnie rozpuszczalnikiem.

**2.** Po włączeniu komputera z wraz z oprogramowaniem przygotowuje się aparat do pracy. W pierwszej kolejności należy odkręcić butle zawierające powietrze, hel i wodór. Następnie należy ustawić temperaturę dozownika na 150 °C, a detektor na 180 °C. Temperatura kolumny powinna być programowana od 30 °C do 150 °C z prędkością narostu 10 °C/min. W pierwszej kolejności należy nastrzykiwać (nastrzyk 5 µl) substancje wzorcowe naciskając jednocześnie START na chromatografie. Po wykonaniu analiz substancji wzorcowych wykonuje się nastrzyk mieszaniny węglowodorów (zadanie) wydanej przez prowadzącego zajęcia. Analizę należy przeprowadzać w ciągu 12 minut. 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 węglowodorów wzorcowych i porównania pola powierzchni pików poszczególnych roztworów alkoholi, należy podać skład ilościowy analizowanej próbki, metodą porównania z wzorcem oraz metodą kalibracji bezwzględnej dla wybranego węglowodoru.

### **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.

## Oznaczanie i identyfikacja składu mieszaniny alkoholi przy użyciu chromatografii gazowej

**Metoda:** Chromatografia gazowa

**Cel ćwiczenia:** Analizę jakościową z wykorzystaniem chromatografii gazowej 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 próbka badaną.

### Odczynniki

- Zestaw alkoholi wzorcowych: metanol, etanol, propan-2-ol, butan-2-ol, pentan-1-ol.

### Aparatura i sprzęt laboratoryjny

- Chromatograf gazowy,
- Strzykawki,
- Kolba miarowa o pojemności 50 cm<sup>3</sup> – 5 szt.

### **Sposób wykonania:**

1. Do kolbki o pojemności 50 cm<sup>3</sup> należy pobrać strzykawką 100-300 µl alkoholu wzorcowego i dopełnić kolbkę wodą destylowaną do kreski. Czynności te należy wykonać dla każdego z analizowanych alkoholi roztworów. Ważne jest, aby przed przystąpieniem do nastrzyku przemyć strzykawkę wodą destylowaną, a następnie analizowaną substancją.

2. Po włączeniu komputera z wraz z oprogramowaniem przygotowuje się aparat do pracy. W pierwszej kolejności należy odkręcić butle zawierające powietrze i hel, zwracając uwagę na to, aby ciśnienia na zaworze głównym wynosiły około 0,6 MPa. Jako ostatni powinno się odkręcić zawór butli z wodorem. W dalszej kolejności należy wyregulować wskaźniki ciśnienia na chromatografie tak, aby wynosiły one odpowiednio powietrze - 1,2, hel - 0,4 i wodór - 0,2. Po upewnieniu się, że temperatura przeprowadzanej analizy jest odpowiednio ustawiona (powinna wynosić 180 °C), należy ściągnąć nakrywkę z detektora i zapalić płomień. Zwracając uwagę na odczyty oprogramowania chromatografu należy go wyregulować (używając gałek środkowego segmentu) i przystąpić do analizy. W pierwszej kolejności należy nastrzykiwać (nastrzyk 5 µl) alkohole wzorcowe. Po wykonaniu analiz alkoholi wzorcowych wykonuje się analizę jakościową mieszaniny alkoholi zadania wydanego przez prowadzącego zajęcia. Analizę należy przeprowadzać w ciągu 20 minut. Po wykonaniu analiz należy wychłodzić kolumnę do temperatury pokojowej, i zakręcić butle z gazami w odwrotnej kolejności odkręcania, i wyłączyć aparat z zasilania.

### **Instrukcja obsługi programu:**

Przed przystąpieniem do pomiaru należy kliknąć na zakładkę „Metoda” i sprawdzić czy czas analizy ustawiony jest na 20 minut. W zakładce „Ekran” należy kliknąć na „Powiększ” ustawiając „sygnał” maksimum na 1700 [mV] i minimum na 0, a „Czas” maksimum na 40 [min], minimum na 0. Ustawiając w ten sposób program można przystąpić do pomiaru. Po nastrzyku należy nacisnąć na przycisk startu „ z ręki”, bądź na przycisk programu „Start”. 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”. Wykonując kolejną analizę należy pamiętać o przycisku „Start”.

### **Opracowanie wyników:**

1. Na podstawie uzyskanych czasów retencji należy zidentyfikować skład mieszaniny próbki alkoholi wydanej do analizy.
2. Na podstawie obliczonych stężeń alkoholi wzorcowych i porównania pola powierzchni pików poszczególnych roztworów alkoholi, należy podać skład ilościowy analizowanej próbki.

### **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.