

CHROMATOGRAFIA I

17. ILOŚCIOWE OZNACZANIE SKŁADNIKÓW MIESZANINY METODĄ NORMALIZACJI WEWNĘTRZNEJ

I. Wstęp

Celem ćwiczenia jest ilościowe oznaczenie składników mieszaniny metodą normalizacji wewnętrznej. W tej metodzie wyznacza się udział procentowy wszystkich składników w próbce, a zatem podstawowym warunkiem jest, aby na chromatogramie znajdowały się piki wszystkich substancji obecnych w próbce. Zasada metody polega na tym, że po wykonaniu chromatogramu mierzy się powierzchnie poszczególnych pików i sumuje je. Suma wszystkich powierzchni stanowi 100 %, a powierzchnia każdego piku w stosunku do powierzchni sumy wszystkich pików odpowiada zawartości procentowej analizowanych substancji w próbce, czyli:

$$\% i = \frac{A_{(i)}}{\sum A} \cdot 100$$

Tak byłoby, gdyby wskazania detektora dla wszystkich składników były równe. Wiemy jednak, że różne detektory reagują różnym sygnałem na obecność określonych substancji. Zatem wzajemne stosunki powierzchni poszczególnych pików nie będą odpowiadać wzajemnym stosunkom ilościowym związków znajdujących się w chromatografowanej próbce. Należy zatem wprowadzić poprawki, które pozwoliłyby na wzajemne porównanie powierzchni zanalizowanych mieszanin. Te poprawki to tzw. współczynniki korekcyjne. W praktyce chromatograficznej wprowadzono różne współczynniki korekcyjne między innymi: wagowy ($f_{G(i)}$), objętościowy (f_V) i molowy (f_M).

Wykonanie ćwiczenia

Uwaga! Chromatograf gazowy i gaz nośny uruchamia prowadzący ćwiczenia asystent.

Włączyć zasilanie mostka katarometru (włącznik NETZ i BRUKENSTROM podnieść w górę). Prąd na mostku – 250 mA.

Włączyć rejestrator. Otworzyć drzwi rejestratora i opuścić w dół dwie metalowe blaszki znajdujące się po lewej stronie. Ustawić pisak w pozycji zero (pokrętko NULLABGLEICH FEIN na mostku katarometru)

1. Pobieranie i dozowanie próbk.

Próbkę do analizy pobieramy strzykawką. Przy przekreślonym (zgodnie z narysowanymi strzałkami) w prawą stronę zaworze naciągamy próbkę. Należy uważać aby w cylindrze nie

było pęcherzyków powietrza. Następnie przekreślamy zawór w lewą stronę i wystrzykujemy nadmiar pobranego roztworu, wciskając całkowicie tłok strzykawki. Dalej wyciągamy tłok strzykawki, przekreślamy zawór w prawą stronę i nastrzykujemy próbkę na kolumnę chromatograficzną. Podczas nastrzykiwania należy przytrzymać igłę strzykawki aby w ten sposób uniknąć złamania igły. Strzykawkę należy zawsze przemywać roztworem, który ma być wprowadzony na kolumnę chromatograficzną.

2. Analiza jakościowa substancji wzorcowych (heksan, cykloheksan, benzen)

Wykonać chromatogramy benzenu, heksanu i cykloheksanu nastrzykując na kolumnę chromatograficzną próbkę o objętości 4 μl . Pomiarów wykonać trzykrotnie, dozując na kolumnę zawsze tą samą objętość próbki. Mierzyć czas retencji każdego związku. Jeżeli na chromatogramie otrzymujemy zbyt duże lub zbyt małe piki pokrętelem empfindlichkeit (czułość) na mostku katarometru należy zmniejszyć lub zwiększyć czułość.

3. Analiza ilościowa mieszaniny węglowodorów C_6

Wykonać chromatogram mieszaniny węglowodorów C_6 , dozując na kolumnę próbkę o objętości 4 μl . Analizę powtórzyć trzykrotnie.

Opracowanie wyników:

1) Obliczyć zawartość składników mieszaniny w procentach wagowych:

$$\% \text{wag}_{(i)} = \frac{f_{G(i)} \cdot A_{(i)}}{\sum_j f_{G(j)} \cdot A_{(j)}} \cdot 100$$

gdzie: $\% \text{wag}_{(i)}$ – procentowa zawartość i-tego składnika,

$A_{(i)}$ – powierzchnia piku i-tego składnika,

$f_{G(i)}$ – wagowy współczynnik korekcyjny i-tego składnika.

Współczynniki korekcyjne niektórych związków zestawiono w tabeli 41 w skrypcie.

2) Obliczyć na podstawie wagowych współczynników korekcyjnych objętościowe i molowe współczynniki korekcyjne.

- objętościowy współczynnik korekcyjny f_v

$$f_v = \frac{f_G}{d}$$

$$d = \frac{G}{V} \quad \text{stąd:} \quad V = \frac{G}{d}$$

gdzie: d – gęstość, G – masa, V – objętość

- molowy współczynnik korekcyjny f_M

ponieważ: $n = \frac{G}{M}$, stąd

$$f_M = \frac{f_G}{M}$$

gdzie: f_M – molowy współczynnik korekcyjny, M – masa molowa, n – liczba moli.

3) Obliczyć zawartość składników mieszaniny w procentach molowych:

$$\% \text{molowy}_{(i)} = \frac{f_{M(i)} \cdot A_{(i)}}{\sum_j f_{M(j)} \cdot A_{(j)}} \cdot 100$$

4) Obliczyć zawartość składników mieszaniny w procentach objętościowych:

$$\% \text{objętościowy}_{(i)} = \frac{f_{V(i)} \cdot A_{(i)}}{\sum_j f_{V(j)} \cdot A_j} \cdot 100$$

Wyniki zestawić w tabeli:

Związek	Powierzchnia	$f_{G(i)}$	%wag.	f_V	%obj.	f_M	%mol.
Heksan							
Cykloheksan							
Benzen							