

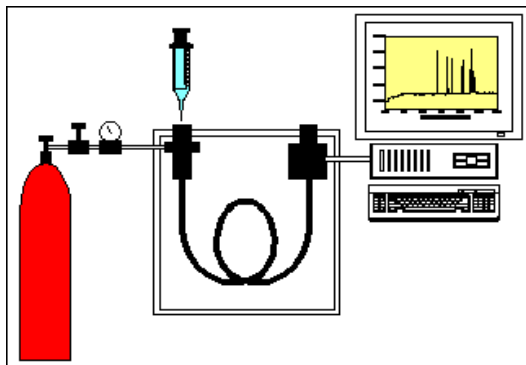
# 1. Stanovení etanolu plynovou chromatografií

Vypracovala: Věra Halabalová

## Teoretická část:

Plynová chromatografie je jednou z nejvíce používaných metod pro separaci těkavých látek. Hlavní výhodou této techniky je rychlé a jednoduché provedení analýzy a účinná separace, která je provedena po nástřiku tekutého vzorku do plynu, který protéká při nastavené teplotě kolonou. Teplota injektoru musí být větší než bod varu separovaného analytu, aby došlo k okamžité přeměně vzorku na plyn. Složky opouštějící kolonu monitoruje detektor. Nejběžnější detekční systém používá plamenově ionizační detektor (Flame Ionization Detector FID), který se skládá z kyslíko-vodíkového plamene v ocelové trysce. Tento plamen neobsahuje ionty, ale pokud jsou v něm přítomny organické molekuly, dojde k ionizaci. Detektor FID tedy měří změny ionizačního proudu plamene v důsledku eluované složky vzorku. Signál je zesílen elektroměrem a zapisován. Z obdrženého záznamu získáme údaje pro kvalitativní i kvantitativní analýzu.

Zařízení se skládá z dávkovacího zařízení, chromatografické kolony umístěné v termostatu, detektoru a systému na zpracování dat.



Obr.1: Schematické uspořádání plynového chromatografu  
(převzato: [http://tomcat.prf.jcu.cz/sima/analyticka\\_chemie/separb.htm](http://tomcat.prf.jcu.cz/sima/analyticka_chemie/separb.htm))

## Princip:

Princip stanovení látek ve směsi pomocí plynové chromatografie je založen na separaci látek a jejich detekci v příslušném detektoru. Pro plamenově ionizační detektor (FID) je mírou kvantity plocha elučního píku (u úzkých nechvostujících píků i jejich výška). Vyhodnocování se provádí nejčastěji metodou kalibrační přímky, případně metodou standardního přídávku. Někdy, především u technologických vzorků, je výhodné použít tzv. metodu vnitřního standardu.

## Přístroje a příslušenství:

- Plynový chromatograf Chrom 5 s plamenově ionizačním detektorem, Laboratorní přístroje, Praha, ČR
- Liniový zapisovač TZ 4601, Laboratorní přístroje, Praha, ČR
- Mikrodávkoč 801 RN, Hamilton, Bonaduz, Švýcarsko
- Tlakové láhve se stlačenými plyny: dusík, vodík, Linde, ČR
- Kompresorový agregát IJSK46.4, Chirana, Stará Turá, Slovensko

Tento projekt je spolufinancován Evropským sociálním fondem  
a státním rozpočtem České republiky



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně

INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

- Chromatografická kolona:  $\varnothing$  3 mm x 1.200 mm s 15% Carbowax 20M na Chromaton N-AW, nebo:  $\varnothing$  3 mm x 1.200 mm s 5% Carbowax 20M na Chromosorb T

### Chemikálie:

- Etanol pro UV spektroskopii

### Pracovní postup:

- 1) Zapněte plynový chromatograf a nastavte optimální hodnoty experimentálních podmínek (pokud nestanoví vedoucí cvičení jinak):
  - Teploty: termostat ( $70^{\circ}\text{C}$ ), sample injektor ( $200^{\circ}\text{C}$ ), detektor FID ( $200^{\circ}\text{C}$ )
  - Tlak nosného plynu dusíku:  $0,25 \cdot 10^5$  Pa
  - Průtoky plynů: vodík 25 ml/min, vzduch 50 ml/min x 10
- 2) Do 5 ml odměrných baněk připravte směsi etylalkoholu ve vodě o cca 1,0 - 0,8 - 0,6 - 0,4 - 0,2 obj.% ze zásobního roztoku o koncentraci 5 obj. % .
- 3) Při vlastním měření do injektoru dávkejte nejprve 5  $\mu\text{l}$  roztoku s 1 obj.% etylalkoholu a odečtěte výšku píku, respektive jeho plochu.
- 4) Dále nastříkujte ostatní standardní roztoky etanolu o známých koncentracích k sestrojení kalibračního grafu. Nástřik každého roztoku je nutné opakovat nejméně třikrát ke zjištění reprodukovatelnosti měření.
- 5) Z kalibračního grafu určete koncentraci etanolu v neznámém vzorku.

Tento projekt je spolufinancován Evropským sociálním fondem  
a státním rozpočtem České republiky



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně

INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ