

Лабораторна робота № 3

Газохроматографічний аналіз розчинників

Мета роботи.

1. Ознайомитись із прийомами роботи на газовому хроматографі.
2. Ознайомитись з алгоритмом встановлення умов проведення газохроматографічного аналізу.
3. Навчитися обробляти та аналізувати дані, отримані при газохроматографічному дослідженні.
4. Оцінити якість продажних розчинників.

Реагенти та апаратура.

1. Розчинники: ксилол, гептадекан, нонан, гексан, гептан.
2. Віали об'ємом 2 мл з полімерними кришками.
3. Колонка SH-Rxi-5ms.
4. Газ-носієй – гелій.
3. Газовий хроматограф SHIMADZU GC-2010plus з автоінжектором АОС-20і та автодозатором АОС-20s.
4. Мас-спектрометр з можливістю прямого введення проби.

Виконання роботи.

Проведення газохроматографічного аналізу розчинників різного ступеня чистоти, використовуючи колонку SH-Rxi-5ms (охарактеризуйте колонку: вкажіть НФ та її тип, параметри колонки, а також речовини, для аналізу яких вона рекомендується), газовий хроматограф SHIMADZU GC-2010plus з мас-спектрометричним детектором. Умови проведення аналізу наведено у таблиці 1.

Таблиця 1.

Робочі умови газохроматографічного розділення

Показник	Величина
Інжектор	
Температура, °С	250
Лінійна швидкість газу-носія, см/с	50.9
Ділення потоку	1:200
Лайнер (вкладка)	Деактивоване скло з шаром скловолокна
Об'єм проби, мкл	1.0
Мас-спектрометричний детектор	
Температура у джерелі іонів, °С	250
Високий вакуум	-
Термостат колонки	
Початкова температура, °С	35
Час першої ізотерми, хв	13
Швидкість зміни температури термостата колонки, °С/хв	10
Температура другої ізотерми, °С	45
Час другої ізотерми, хв	15
Швидкість зміни температури термостата колонки, °С/хв	10
Температура третьої ізотерми, °С	200
Час кінцевої ізотерми, хв	0
Колонка	
Довжина, м	30
Внутрішній діаметр, мм	0.25
Товщина плівки НФ, мкм	0.25
Нерухома фаза	ЗАПОВНИТИ
Загальний час аналізу, хв	50

Обробка результатів.

1. Ідентифікуйте компоненти розчинників, досліджуючи отримані в результаті аналізу мас-спектри речовин.

2. Розрахуйте концентрації основного компонента та домішок у розчиннику за методом внутрішньої нормалізації без урахування калібрувальних коефіцієнтів (Чому для даної суміші можна їх не враховувати?):

$$w_i = \left(\frac{S_i}{\sum_{i=1}^n S_i} \right) \times 100, \quad (1)$$

де w_i – концентрація основного компонента в розчиннику, %; S_i – площа піку відповідного компонента на хроматограмі; n – кількість компонентів у розчиннику (піків на хроматограмі).

3. Оцініть ефективність газохроматографічного поділу. Для цього розрахуйте число теоретичних тарілок (N) та висоту, еквівалентну теоретичній тарілці (ВЕТТ, H):

$$N = 16 \left(\frac{t_R}{b_0} \right)^2, \quad (2)$$

$$H = \frac{L}{N}, \quad (3)$$

де t_R – час аналізу з моменту введення проби до виходу максимуму піку; b_0 – ширина піку у основі; L – довжина хроматографічної колонки (30 м).

4. Зробіть висновок стосовно якості та її відповідності зазначеній кваліфікації реактиву.