



Politechnika Wroclawska

Zakład Miernictwa i Ochrony Atmosfery.

Miernictwo zanieczyszczeń gazowych.

Laboratorium.

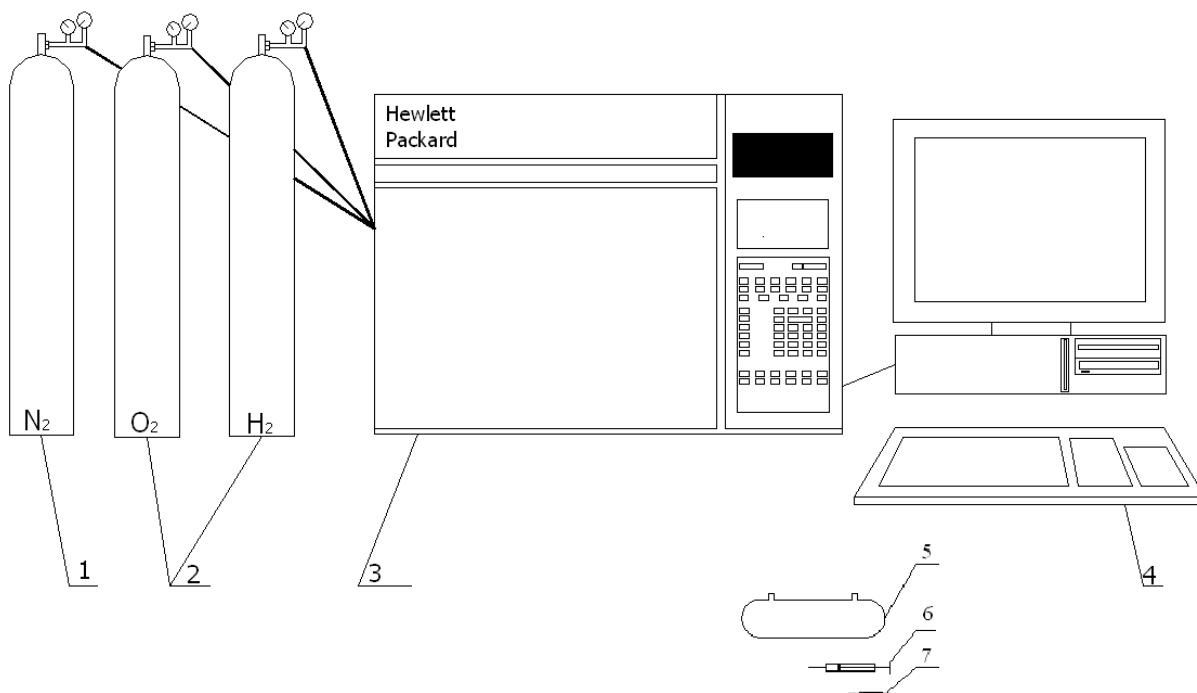
Chromatografia gazowa.

Krzywa wzorcowa alkoholu etylowego.

1. Cel ćwiczenia.

Wyznaczenie krzywej wzorcowej dla alkoholu etylowego.

2. Schemat stanowiska pomiarowego.



1 – gaz nośny N₂

2 – gazy pomocnicze O₂ i H₂

3 – chromatograf

4 – komputer

5 – biureta 1,2 dm³

6 – strzykawka do podawania próbek do chromatografu 10 cm³

7 – mikrostrzykawka do przygotowania próbek 10 μl

3. Program ćwiczenia.

Do wyznaczenia krzywej wzorcowej dla alkoholu etylowego należy przeprowadzić analizę chromatograficzną dla minimum trzech określonych stężeń alkoholu.

- podać do biurety za pomocą mikrostrzykawki 0,5 μl alkoholu etylowego
- obliczyć stężenie alkoholu etylowego w próbce:

$$s_i = \frac{V_i [\mu\text{l}]}{V [\text{m}^3]}$$

gdzie V_i – objętość wstrzykniętego alkoholu etylowego, μl

V – objętość biurety 0.0012, m³

- po odparowaniu kropli alkoholu pobrać z biurety próbkę za pomocą strzykawki o objętości 10 cm^3 i podać do chromatografu
- wykonać analizę chromatograficzną korzystając z metody ETANOL.M
- powtórzyć czynności dla $1\mu\text{l}$ oraz $1,5\mu\text{l}$ alkoholu etylowego

Uwaga.

Podczas pobierania próbki alkoholu należy zwrócić uwagę aby w mikrostrzykawce nie pojawił się pęcherzyk powietrza. Mikrostrzykawką podajemy próbkę alkoholu do biurety wbijając igłę w odpowiednie miejsce, następnie wtlaczamy próbkę i czekamy aż kropla alkoholu zaczepiona na końcu igły mikrostrzykawki całkowicie odparuje. Po odparowaniu alkoholu odczekujemy jeszcze kilka minut dla wyrównania stężeń próbki w objętości biurety, a następnie pobieramy próbkę z biurety i wstrzykujemy do chromatografu. Przed każdym przygotowaniem nowej próbki (nowe stężenie alkoholu etylowego) biuretę należy przepłukać za pomocą pompki. Analizę chromatograficzną należy prowadzić z zachowaniem ostrożności przy przenoszeniu i podawaniu próbek do chromatografu tak aby uniknąć błędów w pomiarach (wystąpienie „tła” w strzykawce, rozrzedzenie próbki w strzykawce, zbyt krótki czas przebywania próbki w biurecie itp.) i uzyskać powtarzalność wyników. Dla jednego stężenia alkoholu wykonać co najmniej 5 pomiarów (jeśli nie uzyskano wystarczającej powtarzalności wyników zwiększyć liczbę pomiarów).

4. Analiza wyników pomiarów.

Na podstawie otrzymanych wyników analizy chromatograficznej utworzyć krzywą wzorcową dla alkoholu etylowego tj. naszkicować wykres zależności stężenia alkoholu etylowego od wysokości piku oraz pola powierzchni piku alkoholu etylowego ($H_{\text{piku}}=f(s)$ oraz $P_{\text{piku}}=f(s)$).

Uwaga.

Dla wyznaczenia poszczególnych punktów krzywej wzorcowej należy przeprowadzić analizę wyników pomiarów uzyskanych za pomocą chromatografii gazowej. Pojedynczy punkt na krzywej odpowiada serii pomiarowej wykonanej dla jednego ze stężeń alkoholu w próbce. W danej serii pomiarowej dotyczącej tego samego stężenia alkoholu odrzucamy skrajne wyniki, a z pozostałych wyciągamy średnią arytmetyczną (dotyczy wysokości i pola powierzchni piku).

krzywa wzorcowa alkoholu etylowego

