



Politechnika Wroclawska

Zakład Miernictwa i Ochrony Atmosfery.

Miernictwo zanieczyszczeń gazowych.

Laboratorium.

Chromatografia gazowa.

Temperatura kolumny chromatograficznej.

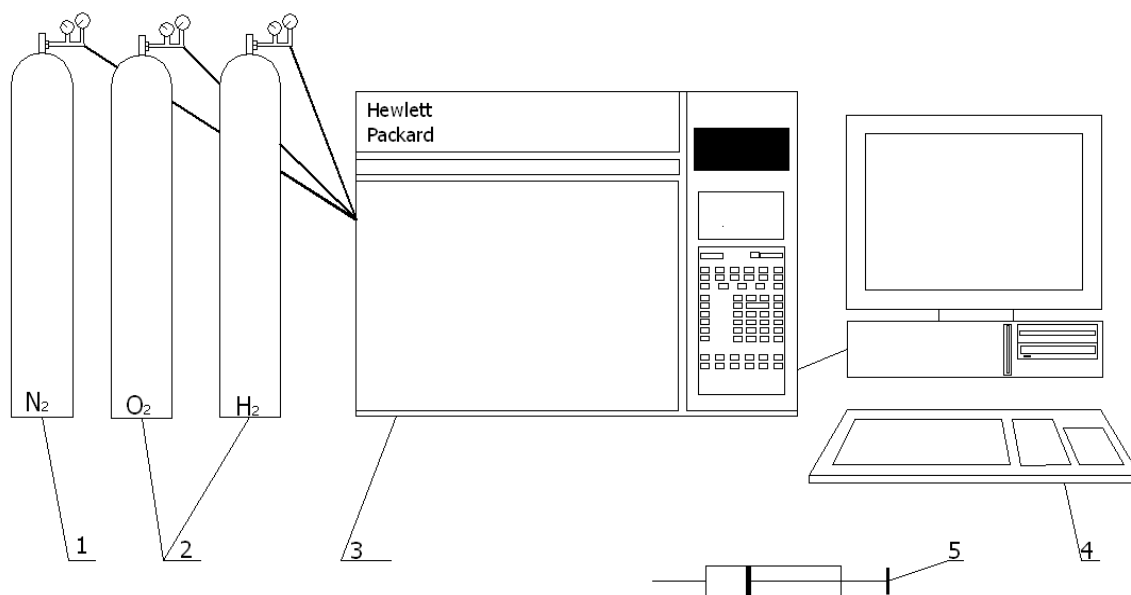
Przygotowała:

Dr inż. Karolina Madera-Bielawska

1. Cel ćwiczenia.

Celem ćwiczenia jest określenie wpływu temperatury kolumny na wynik analizy chromatograficznej.

2. Schemat stanowiska pomiarowego.



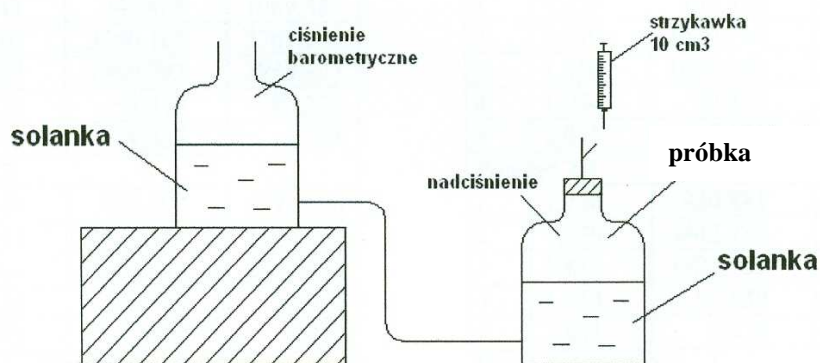
1 – gaz nośny N₂

2 – gazy pomocnicze O₂ i H₂

3 – chromatograf

4 – komputer

5 – strzykawka do podawania próbek do chromatografu 10 cm³



Układ naczyń połączonych z próbką do analizy.

3. Program ćwiczenia.

- przed przystąpieniem do analizy za pomocą komputera ustawić na chromatografie metodę EXEX.M
- za pomocą komputera i programu sterującego pracą chromatografu ustawić temperaturę kolumny 30°C

- za pomocą strzykawki pobrać próbkę z naczynia i podać do chromatografu
- wykonać analizę chromatograficzną
- powtórzyć czynności dla temperatury kolumny 50;70;100°C

Uwaga.

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 itp.) i uzyskać powtarzalność wyników. Wykonać co najmniej 5 pomiarów dla każdej temperatury kolumny (jeśli nie uzyskano wystarczającej powtarzalności wyników zwiększyć liczbę pomiarów). Pomiędzy każdym z pomiarów wykonać analizę „tła” w strzykawce.

4. Analiza wyników pomiarów.

- porównać uzyskane chromatogramy dla poszczególnych temperatur kolumny chromatograficznej
- dla każdej z temperatur kolumny przeprowadzić osobną analizę wyników – określić pola powierzchni oraz wysokości poszczególnych pików mieszaniny gazów w próbce (z przeprowadzonych serii pomiarowych skrajne wyniki odrzucamy z pozostałych wyciągamy średnią artmetyczną)
- porównać wyniki pomiarów dla poszczególnych temperatur kolumny chromatograficznej
- określić wpływ temperatury kolumny na wynik analizy chromatograficznej w tym na rozdzielanie chromatografowanej mieszaniny
- określić optymalną wartość temperatury kolumny chromatograficznej dla próbki wykorzystanej w ćwiczeniu