

1. Stanovení identity látky ve vzorku pomocí plynové chromatografie

Chromatograf: Shimadzu GC 2010

Kolona: J&W DB-5MS; i.d. = 0,25 mm; d = 59 m, tloušťka filmu stacionární fáze 0,25 μm .

Teplota kolony: 100 °C po 1 minutu, gradient 25 °C/min. na 250 °C, 250 °C 6 minut.

Splitovací poměr: 1:10

Objem nástřiku: 1 μl

Teplota injektoru: 250 °C

Detektor: FID, 280 °C (H_2 47 ml/min, vzduch 400 ml/min)

Nosný plyn: He

Make up: He (30 ml/min)

Rychlost nosného plynu: 60,0 cm/s

Postup:

- Vytvořte novou metodu a nastavte parametry přístroje na výše uvedené hodnoty.
- Stanovte retenční, časy následujících sloučenin: methan (určení mrtvého času kolony), 4-methoxyacetofenon (4-MAP), 4-hydroxyacetofenon (4-HAP), hexadekan ($\text{C}_{16}\text{H}_{34}$), benzofenon (BP) a 4,4'-dimethoxybenzofenon (4,4'-DMBP).
- Vypočtete redukované retenční časy sloučenin a jejich kapacitní poměry.
- Určete složení neznámého vzorku srovnáním retenčních časů.

Výsledky:

Sloučenina	t_r	$t_r - t_M = t'_r$	k_i
Methan			
4-Methoxyacetofenon			
4-Hydroxyacetofenon			
Hexadekan			
Benzofenon			
4,4'-Dimethoxybenzofenon			

Neznámý vzorek obsahuje:

2. Kalibrace plamenově ionizačního detektoru s použitím vnitřního standardu, kvantitativní analýza neznámého vzorku.

Postup:

- Připravte 4 roztoky 4-methoxyacetofenonu (v koncentračním rozmezí 0 - 0,02 M) s podobným množstvím hexadekanu jako vnitřního standardu.
- Vzorky analyzujte pomocí plynového chromatografu. Z ploch pod píky sestrojte kalibrační křivku.
- K vzorku 4-methoxyacetofenonu v 10 ml odměrné baňce přidejte definované množství vnitřního standardu, doplňte odměrnou baňku acetonem a roztok analyzujte pomocí plynového chromatografu.
- S použitím kalibrační křivky vypočtete množství 4-methoxyacetofenonu ve vzorku.

Výsledky:

Kalibrační roztok	m(4-MAP)	m(C ₁₆ H ₃₄)
1		
2		
3		
4		

Kalibrační křivka:

Obsah 4-methoxyacetofenonu ve vzorku:

Závěr: