

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 $^{\circ}\text{C}$ po 1 minutu, gradient 25 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$. na 250 $^{\circ}\text{C}$, 250 $^{\circ}\text{C}$ 6 minut.

Splitovací poměr: 1:10

Objem nástřiku: 1 μl

Teplota injektoru: 250 $^{\circ}\text{C}$

Detektor: FID, 280 $^{\circ}\text{C}$ (H_2 47 ml/min, vzduch 400 ml/min)

Nosný plyn: He

Make up: He (30 ml/min)

Rychlost nosného plynu: 50,0 cm/s

Postup:

- Vytvořte novou metodu a nastavte parametry přístroje na výše uvedené hodnoty.
- Stanovte retenční, časy následujících sloučenin: methan (určení mrtvého času kolony), deoxybenzoin (benzyl(fenyl)keton, DB, vz. č. 1), acetofenon (AP, vz. č. 2), valerofenon (VP, vz. č. 3), hexadekan ($\text{C}_{16}\text{H}_{34}$, vz. č. 4) a 4-hydroxyacetofenon (HAP, vz. č. 5).
- Vypočtete redukované retenční časy sloučenin a jejich kapacitní poměry.
- Určete složení neznámého vzorku (vz. č. 6) srovnáním retenčních časů.

Výsledky:

Sloučenina	t_r	$t_r - t_M = t'_r$	k_i
Methan			
Deoxybenzoin			
Acetofenon			
Valerofenon			
Hexadekan			
4-Hydroxyacetofenon			

Neznámý vzorek obsahuje:

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

Postup:

- Připravte 6 roztoků deoxybenzoinu (v koncentračním rozmezí 0–0,02 M) s podobným množstvím hexadekanu, který slouží jako vnitřní standard.
- Vzorky analyzujte pomocí plynového chromatografu (vzorek 2x). Z ploch pod píky sestrojte kalibrační křivku.
- K vzorku deoxybenzoinu 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 deoxybenzoinu ve vzorku.

Výsledky:

Kalibrační roztok	m(DB)	m(C ₁₆ H ₃₄)
1		
2		
3		
4		
5		
6		

Kalibrační křivka:

Obsah deoxybenzoinu ve vzorku:

Závěr: