

PROBLEMATYKA:

Instrumentalne rozdzielanie próbki

TEMAT ĆWICZENIA:

Optymalizacja rozdziału BTEX metodą chromatografii gazowej

METODA:

Chromatografia gazowa

WPROWADZENIE

Chromatografia gazowa jest jedną z najpowszechniej stosowanych w praktyce laboratoryjnej metod analizy instrumentalnej. Umożliwia ona rozdział złożonych mieszanin oraz jakościową i ilościową analizę substancji, które w warunkach chromatografowania mają postać gazów lub par. Szacuje się, że ok. 20% znanych związków chemicznych spełnia ten warunek i może być analizowane w ten sposób. Przyjmuje się, że są to substancje gazowe, ciekłe i stałe, których temperatura wrzenia lub sublimacji (bez rozkładu) nie przekracza 350 – 400°C.

PODSTAWY TEORETYCZNE METODY

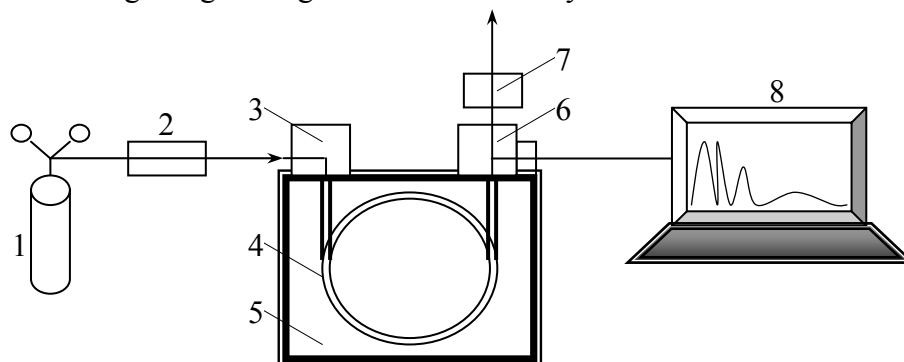
Rozdzielenie składników analizowanych metodami chromatograficznymi mieszanin jest wynikiem różnego ich podziału między fazę ruchomą i nieruchomą układu chromatograficznego. Chromatografia gazowa obejmuje te metody chromatograficzne, w których fazą ruchomą jest gaz. W zależności od rodzaju fazy stacjonarnej wyróżniamy następujące rodzaje chromatografii gazowej:

- Chromatografię adsorpcyjną (fazą stacjonarną jest adsorbent. Rozdzielenie jest wynikiem różnej siły, z jaką adsorbowane są poszczególne składniki analizowanej mieszaniny).
- Chromatografię podziałową (fazą stacjonarną jest osadzona na nośniku ciecz, w której rozpuszczają się przepływające przez kolumnę anality. Podstawą rozdziału jest różna rozpuszczalność analitów w tej cieczy).

Między liczbą cząsteczek rozdzielanych związków, obecnych w fazie ruchomej i nieruchomej ustala się równowaga dynamiczna, z wielokrotnym przechodzeniem tych cząsteczek z jednej fazy do drugiej. Ich przenoszenie wzdłuż układu chromatograficznego możliwe jest tylko wtedy, gdy znajdują się w fazie ruchomej.

BUDOWA I SPOSÓB DZIAŁANIA CHROMATOGRAFU GAZOWEGO

Schemat chromatografu gazowego zobrazowano na rysunku 1.



Rys. 1. Schemat chromatografu gazowego; 1 – zbiornik gazu nośnego, 2 – regulator przepływu gazu, 3 – dozownik, 4 – kolumna, 5 – termostat, 6 – detektor, 7 – przepływomierz, 8 – komputer lub rejestrator +integrator

Gaz nośny

Jako gaz nośny (faza ruchoma) stosuje się najczęściej wodór, azot, argon lub hel. Rodzaj gazu nośnego ma mały, zwykle pomijalny, wpływ na wynik rozdzielania chromatograficznego i jest głównie uzależniony od rodzaju użytego detektora. Jego czystość ma wpływ na pracę detektora i wypełnienie kolumn, które pod wpływem zanieczyszczeń może ulegać dezaktywacji. Gaz nośny nie może zawierać zanieczyszczeń, przede wszystkim tlenu, pary wodnej i węglowodorów.

Dozownik

Dozownik jest elementem chromatografu umożliwiającym wprowadzenie próbki w strumień gazu nośnego, który przenosi ją do kolumny. Próbka ciekła lub stała powinna w dozowniku odparować lub odsublimerować w jak najkrótszym czasie i dlatego jego temperaturę ustawia się zwykle ok. 20°C powyżej temperatury wrzenia najwyżej wrzącego składnika próbki. Dzięki temu unika się długiego wprowadzania próbki do kolumny, które może być powodem rozmycia i asymetrii pików oraz pogorszenia rozdzielania. Z tego samego względu czas wprowadzania próbki do dozownika powinien być jak najkrótszy, a jej objętość możliwie mała. Zbyt wysoka temperatura dozownika może także spowodować termiczny rozkład analitów.

Próbki gazowe dozuje się przy pomocy odpowiednich strzykawek lub zaworów dozujących z pętlami dozowniczymi o objętości rzędu kilku kilkunastu cm³.

Kolumna chromatograficzna

W kolumnie chromatograficznej zachodzi właściwy proces rozdzielania chromatografowanych mieszanin. Najczęściej stosowane są kolumny kapilarne i pakowane. Obecnie najpopularniejszymi kolumnami są kolumny kapilarne tzn. kolumny o średnicy 0,2 – 0,6 mm i długości do kilkudziesięciu metrów. Charakteryzują się one dużą zdolnością rozdzielczą. Mają postać zwoju i wytwarzane są szkła lub topionego kwarcu. Fazy stacjonarne w kolumnach kapilarnych mogą być zarówno adsorbentami jak i cieczami. Kolumny do chromatografii gazowej dzielimy na kolumny z gładkimi ścianami pokrytymi ciekłą fazą stacjonarną (WCOT), kolumny z warstwą porowatą (adsorbentem) na ściankach (PLOT), oraz kolumny, na ścianki których naniesiono nośnik nasycony ciekłą fazą stacjonarną (SCOT). Grubość warstwy stacjonarnej wynosi zwykle 0,1 – 0,3 μm. Cieńsza warstwa powoduje, że kolumna ma większą sprawność, a czasy rozdzielania są krótsze; grubsza – daje większą pojemność sorpcyjną kolumny.

Kolumny pakowane wypełnia się cząstkami adsorbentu lub nośnika z osadzoną na nim fazą ciekłą. Cząstki adsorbentu lub nośnika powinny mieć rozmiary rzędu części milimetra, wąski zakres frakcji sitowej oraz kształt kulisty lub zbliżony do kulistego. W ten sposób zapewnia się małe opory przepływu gazu nośnego przez kolumnę i ograniczone rozmycie dyfuzyjne pasm chromatograficznych rozdzielanych substancji, uzyskując w efekcie piki wąskie i dobrze rozdzielone.

Detektor

Detektor jest elementem chromatografu odpowiedzialnym za wykrywanie substancji rozdzielonych w kolumnie chromatograficznej. Istota działania detektorów stosowanych w chromatografii gazowej polega na tym, że reagują one na różnice we właściwościach fizykochemicznych czystego gazu nośnego i gazu zawierającego substancję eluowaną z kolumny. Rejestrowane zmiany mogą być proporcjonalne albo do stężenia molowego, albo do masowego natężenia przepływu wykrywanej substancji w gazie nośnym. Detektor powinien charakteryzować się dużą czułością, niską granicą wykrywalności, stabilnością, dobrą odtwarzalnością oraz szerokim zakresem liniowości wskazań. Rozróżnia się detektory

uniwersalne i detektory selektywne do wykrywania tylko niektórych grup związków (np. halogenopochodnych lub zawierających siarkę). Liczba detektorów znajdujących się dzisiaj w praktycznym użyciu wynosi przeszło 30. Najbardziej rozpowszechnione są detektor płomieniowo-jonizacyjny (ang. *Flame Ionisation Detector* – **FID**) i detektor cieplno-przewodnościowy (ang. *Thermal Conductivity Detector* – **TCD**)

Detektor płomieniowo-jonizacyjny (FID)

Jest detektorem masowym, uniwersalnym, przydatnym do wykrywania prawie każdego związku organicznego. Ma szczególnie duże znaczenie przy analizie węglowodorów i ich pochodnych. Jego duża czułość, stabilność oraz uniwersalność powoduje, że jest on najbardziej rozpowszechnionym w użyciu detektorem w chromatografii gazowej. Do jego działania oprócz gazu nośnego potrzebne są linie z gazami: wodorem i powietrzem. Czułość detektora FID zależy od stosunku natężenia przepływów doprowadzanych do niego gazów i jest maksymalna dla stosunku gaz nośny: wodór: powietrze – 1: 1: 10. W detektorze spalany jest wodór, przy czym płomień znajduje się między dwiema elektrodami. Jeżeli do płomienia z kolumny dochodzi tylko gaz nośny, to wytwarzane są termojony tego gazu, które powodują pojawienie się w układzie stałego prądu jonowego o bardzo małym natężeniu odpowiadającego linii podstawowej chromatogramu. Gdy do płomienia wodorowego wraz z gazem nośnym wprowadza się substancję wymywaną z kolumny, wówczas jest ona spalana i w detektorze pojawia się większa liczba termojonów. W układzie płynie prąd o natężeniu proporcjonalnym do masy wprowadzonej do płomienia substancji, a na chromatogramie pojawia się pik.

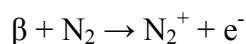
Detektor cieplno-przewodnościowy (TCD)

Detektor cieplno-przewodnościowy (katarometr) jest detektorem nieselektywnym, uniwersalnym – reaguje na wszystkie chromatografowane substancje (oprócz gazu, który jest gazem nośnym) i dlatego, pomimo dość niskiej czułości, jest szeroko stosowany w praktyce. Jedną z zalet katarometru jest to, że nie niszczy on próbki i dlatego może być stosowany w chromatografii preparatywnej. W detektorze tym czujnikiem jest spirala wykonana z odpowiedniego stopu lub termistor. Cechą tych czujników jest znaczna zmiana ich przewodności elektrycznej ze zmianą temperatury. Temperatura detektora musi być ustalona i utrzymywana z dokładnością do dziesiątych części stopnia, a więc temperatura czujnika może być zmieniana tylko przez eluat z kolumny chromatograficznej. Tak długo jak z kolumny wypływa tylko gaz nośny, tak długo temperatura, a przez to i przewodność, czujnika nie zmienia się, dając płaski sygnał w funkcji czasu. Gdy z kolumny wraz z gazem nośnym eluowana jest substancja chromatografowana, o innym przewodnictwie cieplnym niż przewodnictwo gazu nośnego, wówczas temperatura, a w wyniku tego i przewodność elektryczna czujnika wzrasta lub maleje. W konsekwencji tego na taśmie rejestratora obserwuje się odchylenie od linii podstawowej w postaci piku trwające tak długo, jak długo substancja eluowana z kolumny omywa czujnik.

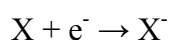
Odchylenie od linii podstawowej może występować w obie strony. Nie jest to dogodne i dlatego zwykle używa się takich gazów nośnych, by eluowane z nimi z kolumny substancje powodowały zmianę przewodnictwa cieplnego w jednym kierunku. Gdy gazem nośnym jest wodór lub hel, odchylenie od linii podstawowej następuje zawsze w jednym kierunku – niezależnie od rodzaju chromatografowanej substancji. Wykrywalność i czułość detektora można zmieniać przez zmianę początkowej temperatury czujnika za pomocą natężenia prądu płynącego przez czujnik.

Detektor wychwyty elektronów

Detektor wychwyty elektronów (ang. *Electron Capture Detector* – **ECD**) jest przykładem detektora selektywnego, którego używa się do detekcji związków wykazujących duże powinowactwo elektronowe, najczęściej halogenowęglowodorów. W detektorze tym ujście kolumny znajduje się pomiędzy katodą a elektrodą zbiorczą – anodą. W komorze detektora znajduje się źródło promieniowania β . Ze źródła promieniowania emitowane są szybkie elektrony (cząstki β), które wybijając elektrony z cząsteczek gazu nośnego jonizują je. W efekcie powstają kationy i elektrony, które są „zbierane” przez elektrody – w efekcie czego w układzie płynie prąd



Jeśli kolumnę opuszcza substancja wykazująca powinowactwo do elektronów, wychwytuje ona elektrony zgodnie z równaniem:



Powstałe aniony rekombinują z kationami gazu nośnego, a zatem natężenie prądu płynącego w układzie maleje. Spadek ten jest proporcjonalny do stężenia analizowanej substancji i po wzmocnieniu jest rejestrowany w postaci piku

POŁĄCZENIE CHROMATOGRAFII GAZOWEJ Z INNYMI TECHNIKAMI ANALIZY INSTRUMENTALNEJ

Najczęściej chromatograf gazowy łączy się ze spektrometrem masowym (GC-MS) lub spektrometrem podczerwieni z transformacją Fouriera (GC-FTIR). Takie połączone przyrządy umożliwiają wykrywanie, identyfikację i badanie struktury związków rozdzielonych chromatograficznie.

GC-MS

Połączenie chromatografii gazowej ze spektrometrią masową jest najczęściej spotykanym połączeniem. Obie te metody analityczne bardzo dobrze nadają się do współpracy. We współczesnych przyrządach GC-MS prawie wyłącznie stosuje się kolumny kapilarne. W spektrometrze masowym zachodzi jonizacja cząsteczek rozdzielonych wcześniej chromatograficznie substancji i ich rozpad na charakterystyczne fragmenty. Charakteryzują się one właściwym dla nich stosunkiem masy do ładunku (m/z) są rozdzielane w polu magnetycznym. Na podstawie chromatografu otrzymanego w wyniku rozdzielania i widma masowego można zidentyfikować poszczególne substancje. Najczęściej wykonuje się to przez porównanie widma masowego zebranego dla analizowanego piku z widmami masowymi znajdującymi się w pamięci komputera. Szybkość rejestracji widm masowych jest tak duża, że podczas rejestracji jednego piku zwykłym detektorem można zarejestrować wiele widm masowych i stwierdzić np. koelucję dwóch lub więcej analitów.

ANALIZA JAKOŚCIOWA

Analizę jakościową rozdzielonych w kolumnie substancji można wykonywać dwoma sposobami. Pierwszy polega na wykorzystaniu położenia na chromatogramie piku odpowiadającego danej substancji, czyli na wykorzystaniu jej wielkości retencyjnych. Można także identyfikować składniki chromatografowanej mieszaniny metodami analizy chemicznej lub fizykochemicznej (np. przy pomocy spektrometrii mas, spektrometrii IR, spektrometrii UV–VIS).

W jednakowych warunkach chromatografowana substancja ma zawsze taką samą retencję. Pod pojęciem warunków rozumie się rodzaj kolumny, jej wypełnienie, temperaturę oraz rodzaj i przepływ gazu nośnego. Na tej podstawie można identyfikować nieznaną substancję przez porównanie jej retencji z retencją wzorca. Identyfikację składnika próbki wykonuje się w taki sposób, że po ustaleniu warunków chromatografuje się bezpośrednio po sobie próbkę i wzorzec, a następnie porównuje retencję wzorca i identyfikowanego składnika. Identyczność czasów retencji nie jest dowodem stuprocentowym, potwierdzającym że obie substancje tzn. identyfikowana i wzorcowa są tożsame, bowiem wiele substancji może mieć w określonych warunkach taką samą retencję. Powtórzenie porównania przy użyciu innej kolumny zwiększa prawdopodobieństwo pewnej identyfikacji.

ANALIZA ILOŚCIOWA

Chromatografia gazowa jest jedną z nielicznych metod analitycznych które umożliwiają wykonanie analizy jakościowej i ilościowej w jednym procesie. O ilości substancji w mieszaninie można wnioskować na podstawie wysokości odpowiadającego jej pików, gdyż wysokość i powierzchnia pików są proporcjonalne do ilości oznaczanego składnika. Wysokość pików wykorzystuje się do oznaczeń ilościowych tylko, gdy pik jest symetryczny i wąski. Przy wykorzystaniu tego parametru pików należy pamiętać, że jest on wrażliwy na czas trwania dozowania próbki i na małe nawet zmiany prędkości gazu nośnego. Z punktu widzenia otrzymania powtarzalnych wyników analizy korzystniejsze jest mierzenie powierzchni pików. Istota chromatograficznej analizy ilościowej polega na porównaniu wielkości pików oznaczanego składnika z wielkością pików odpowiadającą znanej ilości tego składnika w postaci substancji wzorcowej. Znając trzy wielkości oblicza się czwartą tzn. masę lub stężenie oznaczanej substancji w próbce. Stosuje się kilka sposobów chromatograficznej analizy ilościowej, a najczęściej: kalibrację interpolacyjną (metoda serii wzorców), metodę ekstrapolacyjną (metoda dodatku wzorca) i metodę wzorca wewnętrznego.

WPLYW PRĘDKOŚCI PRZEPLYWU GAZU NOŚNEGO NA SPRAWNOŚĆ KOLUMNY

Jakość kolumny chromatograficznej określa się sprawnością charakteryzowaną wysokością równoważną półce teoretycznej (*WRPT*), tzn. najmniejszą długością odcinka kolumny, w której osiąga się stan równowagi pomiędzy stężeniami substancji chromatografowanej w fazie ruchomej i stacjonarnej. Im wartość *WRPT* jest mniejsza, tym kolumna ma więcej półek i cechuje się większą sprawnością.

Zależności matematyczne pozwalające obliczyć ilość półek teoretycznych (*N*) podano wzorami (1) i (1a) w zależności od zastosowanej szerokości pików (w połowie jego wysokości lub przy podstawie).

$$N = 5,54 \left(\frac{t_r}{w_{0,5h}} \right)^2 \quad (1)$$

lub

$$N = 16 \left(\frac{t_r}{w_B} \right)^2 \quad (1a)$$

gdzie: t_r – całkowity czas retencji danej substancji [s]

$w_{0,5h}$ – szerokość pików w połowie jego wysokości [s]

w_B – szerokość pików mierzona przy podstawie [s]

Równanie (2) opisuje zależność pomiędzy długością kolumny (L), ilością pól teoretycznych a wysokością równoważną półce teoretycznej ($WRPT$).

$$WRPT = \frac{L}{N} \quad (2)$$

Korzystając z powyższych wzorów można sporządzić wykres zależności $WRPT$ od prędkości przepływu gazu nośnego (wykres van Deemtera) i na jego podstawie wyznaczyć prędkość gazu odpowiadającą minimum $WRPT$, czyli największej sprawności kolumny. W praktyce stosuje się jednak prędkość większą od optymalnej, ponieważ nie wpływa to wyraźnie na zmniejszenie sprawności kolumny, a znacznie skraca czas analizy.

WPLYW TEMPERATURY KOLUMNY NA ROZDZIELANIE CHROMATOGRAFICZNE

Temperatura kolumny jest czynnikiem, który ma istotny wpływ na efekt rozdzielania chromatograficznego. Dobór temperatury pieca chromatografu zależy od temperatury wrzenia (lotności) składników rozdzielanej mieszaniny i rodzaju zastosowanego wypełnienia kolumny. Temperatura kolumny w chromatografii podziałowej powinna być zbliżona do temperatury wrzenia analizowanych substancji. Ogólna zależność między temperaturą kolumny a uzyskiwanymi wynikami rozdzielania jest taka, że podwyższenie temperatury pogarsza wyniki, a obniżenie temperatury polepsza je. Zbyt niska temperatura kolumny powoduje jednak poszerzenie i asymetryczność. Ponadto rozmycie pików może być tak duże, że śladowe ilości analizowanych substancji mogą nie zostać wykryte. Obniżenie temperatury powoduje również wydłużenie czasu analizy. Z wymienionych wyżej względów temperaturę kolumny należy optymalizować. Wzrost temperatury kolumny o 25 – 30°C skraca czas rozdzielania o około połowę.

Gdy temperatury wrzenia składników próbki nie różnią się więcej niż o kilkadziesiąt stopni (na chromatogramie piki są rozłożone równomiernie, bez dużych odstępów), wówczas można utrzymywać jednakową temperaturę w czasie rozdzielania składników tej próbki. Jest to chromatografia izotermiczna. Gdy temperatury wrzenia rozdzielanych składników różnią się znacznie, wówczas aby skrócić czas analizy i poprawić separację, stosuje się programowanie temperatury kolumny. Zwykle postępuje się w taki sposób, że po pewnym czasie utrzymywania stałej temperatury wywołuje się jej wzrost w określonym tempie (°C/min), a następnie utrzymuje się przez określony czas temperaturę na wyznaczonym poziomie.

Podstawą do oceny zastosowanego programu temperaturowego może być *rozdzielczość* obliczona dla dwóch pików (oznaczonych indeksami 1 i 2) najgorzej rozdzielonych substancji. Rozdzielczość pików (R) definiowana jest wzorem (3).

$$R = \frac{2d}{w_1 + w_2} \quad (3)$$

gdzie: d – odległość między maksimami pików [s]

w_1 i w_2 – szerokość dwóch kolejnych pików przy podstawie [s]

Jeśli zamiast szerokości pików przy podstawie wykorzystuje się do obliczenia rozdzielczości ich szerokości w połowie wysokości ($w_{h0,5}$), można zastosować wzór (3a):

$$R = 1,177 \frac{d}{(w_{(1)0,5h} + w_{(2)0,5h})} \quad (3a)$$

Piki są tym lepiej rozdzielone im wartość R jest większa, a rozdzielone do linii podstawowej, gdy $R \geq 1,5$. Jeżeli $R = 1$, to piki o podobnej wysokości są rozdzielone w ok. 96%.

CEL ĆWICZENIA

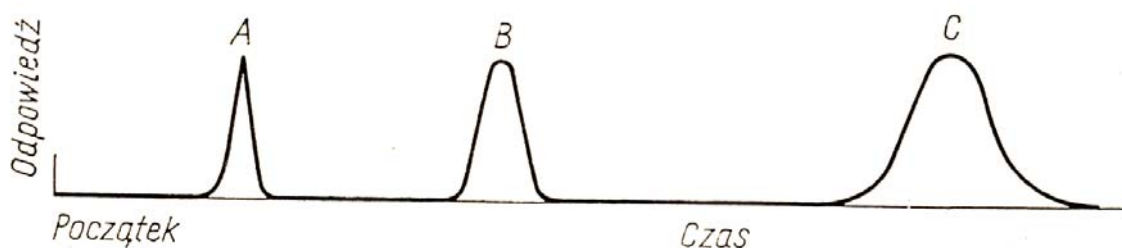
- Zapoznanie się z metodą chromatografii gazowej jako sposobem rozdzielania substancji.
- Wyznaczenie optymalnej (ze względu na sprawność kolumny) prędkości przepływu gazu nośnego,
- Określenie najlepszej (ze względu na rozdzielczość, czas analizy i parametry chromatogramu) temperatury kolumny.

ZAGADNIENIA DO KOŁOKWIUM

1. Porównaj czułość, selektywność i zastosowanie detektorów termokonduktometrycznego i płomieniowo-jonizacyjnego.
2. Naszkicuj schemat blokowy chromatografu gazowego i krótko scharakteryzuj rolę każdego z elementów.
3. Wyjaśnij pojęcia i skróty:
 - a. mesh
 - b. splitter
 - c. HETP
 - d. diatomit
 - e. dozowanie bezpośrednie
 - f. SPME
 - g. head-space
 - h. piki duchy
 - i. ArD
 - j. chromatografia z programowaniem temperatury
4. Wyjaśnij w jaki sposób optymalizacja poniższych elementów układu chromatograficznego wpływa na jakość konkretnej analizy:
 - a. faza stacjonarna
 - b. gaz nośny
 - c. rodzaj dozownika
 - d. temperatura pieca, w którym znajduje się kolumna
 - e. rodzaj detektora
 - f. wielkość próbki
 - g. szybkość przepływu gazu nośnego
 - h. temperatura dozownika
5. Opisz zasadę działania oraz wskaż zastosowanie detektora (jednego z poniższych):
 - a. TCD
 - b. FID
 - c. ECD

- d. FPD
- e. TID

6. Podaj równanie van Deemtera w pełnej formie oraz zwięźle scharakteryzuj poszczególne składniki równania.
7. Na czym polega różnica pomiędzy kolumną pakowaną a kolumną kapilarną? Dlaczego obecnie do analiz znacznie częściej wykorzystywane są kolumny kapilarne?
8. Wymień kilka czynników (min. cztery), które mogą pogorszyć rozdzielanie dwóch podobnych substancji.
9. Jakie kryteria muszą spełniać próbki aby do ich analizy można było zastosować chromatografię gazową?
10. Jaki wpływ na wynik rozdzielania chromatograficznego ma rodzaj zastosowanego gazu nośnego? Jakimi kryteriami należy się kierować przy jego wyborze?
11. Jaki jest cel derywatywacji w chromatografii? Podaj przykład.
12. Przepuszczając mieszaninę zawierającą trzy składniki przez kolumnę o długości 1,8 m otrzymano chromatogram pokazany poniżej.



Wiedząc, że czasy retencji [min,sek] dla składników A, B, C wynoszą odpowiednio 1,30; 3,00; 5,55, a szybkość przesuwu taśmy rejestratora 30 mm/min:

- (a) oblicz liczbę pól w kolumnie dla każdego piku,
- (b) podaj wysokość odpowiadającą półce teoretycznej dla każdego piku,
- (c) czy wartości te powinny być jednakowe? Tak/ Nie, dlaczego?

LITERATURA

1. W. Szczepaniak, *Metody instrumentalne w analizie chemicznej*, PWN, Warszawa 2004, rozdziały: *Wprowadzenie do metod chromatograficznych* (14), *Chromatografia gazowa* (15), s. 255-300
2. Z. Witkiewicz, J. Hepter, *Chromatografia gazowa*, WNT, Warszawa 2001, rozdziały: *Sprawność i rozdzielczość kolumn chromatograficznych* (11, s. 96-108), *Zasady wyboru układu chromatograficznego i warunków chromatografowania* (16.1, s. 187-192)

LITERATURA UZUPEŁNIAJĄCA

1. Z. Witkiewicz, *Podstawy chromatografii*, WNT, Warszawa 1995
2. Materiały dydaktyczne Politechniki Gdańskiej – Chromatografia gazowa, <http://www.pg.gda.pl/chem/Dydaktyka/Analityczna/GC/chrom.htm>

ODCZYNNIKI, NACZYNNIA I PRZYRZĄDY

- Chromatograf gazowy GC-505M zaopatrzony w kolumny pakowane z silanizowanym nośnikiem diatomitowym typu chromosorb W HMDS 80/100 mesh. Fazą ciekłą jest 5% apiezon. Rejestrator pracujący w układzie z-t.
- 0,3% roztwór **BTEX** (benzenu, toluenu, etylobenzenu, o-, m-, p- ksylenów) w acetonie
- Mikrostrzykawka o pojemności 10 μ l

SPOSÓB WYKONANIA

1. Przy pomocy mikrostrzykawki wprowadzić na kolumnę 1 μ l roztworu BTEX przy następujących prędkościach przepływu gazu nośnego: 8-, 10-, 15-, 20-, 25-, 30-, 40- i 50 cm^3/min i temperaturze kolumny równej 95°C.
2. Przeprowadzić analizę roztworu BTEX przy przepływie stałym przepływie, wstępnie uznanym za optymalny, i temperaturze kolumny równej 85°C, 100°C i 125°C.

OPRACOWANIE WYNIKÓW

Wyniki należy opracować w formie raportu, który powinien zawierać:

- Zwięzły opis wykonanych eksperymentów.
- Przedstawione w tabeli wyniki pomiarów i obliczeń potrzebnych do wykreślenia krzywej obrazującej zależność WRPT [m] dla piku pochodzącego od toluenu od szybkości przepływu gazu nośnego [cm^3/min]: szybkość przepływu gazu nośnego, czas retencji [s], szerokość piku przy jego podstawie przeliczona na czas [s] (szybkość przesuwu taśmy rejestratora wynosi 4 cm/min), liczbę półek teoretycznych w kolumnie i wysokość równoważną półce teoretycznej (długość kolumny wynosi 2 m).
- Krzywą, dopasowaną metodą najmniejszych kwadratów, obrazującą zależność WRPT od prędkości przepływu gazu nośnego.
- Obliczoną dla różnych temperatur kolumny rozdzielczość pików etylobenzenu i p-, m-ksylenu.
- Dyskusję wyników.
- Opracowane zagadnienie teoretyczne.