

1621

МИНИСТЕРСТВО ПУТЕЙ СООБЩЕНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
ПУТЕЙ СООБЩЕНИЯ (МИИТ)

Кафедра химии

М.А. ИВАНОВА, А.И. КРИВОНОСОВ, С.Б. ОПАЛЕВ

АНАЛИЗ СМЕСЕЙ СПИРТОВ МЕТОДОМ ГАЗО-ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

*Методические указания
к лабораторной работе*

МОСКВА-2002

М.У. Иванова М.А. уч.1
№1621 Анализ смесей спиртов
00-51716 методом газо-жидкост' 02



МИНИСТЕРСТВО ПУТЕЙ СООБЩЕНИЯ,
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
ПУТЕЙ СООБЩЕНИЯ (МИИТ)

1621

Кафедра химии

М.А. Иванова, А.И. Кривоносов, С.Б. Опалев

Утверждено
редакционно-издательским
советом университета

**АНАЛИЗ СМЕСЕЙ СПИРТОВ МЕТОДОМ
ГАЗО-ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ**

Методические указания к лабораторной работе



Москва -2002

УДК 547.26:543.544

И 21

Иванова М.А.,Кривоносов А.И.,Опалев С.Б. Анализ смесей спиртов методом газо-жидкостной хроматографии,Методические указания к лабораторной работе. –М.:МИИТ2002.-7 с.

В работе описан метод газо-жидкостной хроматографии, условия ее проведения и обработка хроматографических пиков. Описано проведение анализа спиртовых смесей методом газо-жидкостной хроматографии на хроматографе ЛХМ-8МД. Работа предназначена для студентов спец. ИЗОС., СМТ.

© Московский государственный университет
Путей сообщения (МИИТ), 2002

Газожидкостная хроматография является одним из вариантов газовой хроматографии, в которой неподвижной фазой является вязкая, нелетучая жидкость, нанесённая на носитель, а анализируемая смесь вводится в виде пара, составляя вместе с газом-носителем подвижную фазу.

При движении подвижной фазы вдоль поверхности неподвижной фазы происходит многократное повторение процессов сорбции и десорбции компонентов анализируемой смеси. При этом скорость движения отдельных компонентов смеси зависит от их летучести и способности растворяться в неподвижной фазе. Скорость движения компонентов с большей летучестью и низкой растворимостью выше, чем менее летучих и большей растворимостью. Эти факторы в конечном счёте определяют время удерживания, которое является качественной характеристикой вещества. Из литературных источников известно, что при использовании в качестве неподвижной фазы полиэтиленгликоля время удерживания спиртов возрастает в соответствии с ростом их температур кипения, приведенных в таблице №1.

Таблица №1 Температура кипения некоторых алифатических спиртов.

Спирты	Т. кипения °С
Этиловый	78.3
Изопропиловый	82.3
Пропиловый	97.2
Изобутиловый	108.0
Бутиловый	117.7
Изоамиловый	128.0
Амиловый	138.0

Хроматографический анализ смесей спиртов рекомендуется выполнять на приборе с пламенно-ионизационным детектором (ДИП). ДИП измеряет величину ионного тока, замеренного в атмосфере ионизации органических горючих веществ в воздушно-водородном пламени. По сравнению с катарометром этот тип детектора обладает высокой чувствительностью.

Качественный и количественный составы смесей спиртов основываются на обработке полученной хроматограммы.

Практическая работа.

Определение качественного и количественного составов спиртовых смесей

Работа состоит из разделения 4-х компонентной спиртовой смеси: этилового, пропилового, бутилового, изоамилового спиртов в хроматографической колонке и определение её качественного и количественного составов.

Сведения, необходимые для проведения анализа.

1. Стальная колонка 1м на 2мм.
2. Инертный носитель: хроматон NAWDCS, зернением 0,16 –0,20мм.
3. Неподвижная фаза: Carbowax 4000 (15% от массы носителя).
4. Газ носитель: азот, скорость потока $F=30$ мл/мин.
5. Температура колонки 100°C .
6. Температура детектора и испарителя 120°C .
7. Скорость движения диаграммной ленты 1800мм/час.
8. Чувствительность детектора 50

Выполнение работы.

Выполнение анализа спиртовых смесей предусматривает проведение следующих последовательных операций:

1. В хроматографическую колонку подают азот, тумблером "сеть" на блоке термостатирования включают прибор в работу и прогревают в течении 30 мин. Затем открывают балон с газообразным водородом, и подают его в смеситель под давлением 5 атм. Давление регулируется редуктором, установленным на балоне. В смеситель также подается воздух микрокомпрессором. Полученная водородо-воздушная смесь поступает затем на горелку и поджигается с помощью кнопки автоматического поджигания.

2. Отбирают газовым шприцом по 0,5 мл. пара различных спиртов (по указанию преподавателя) и поочередно вводят в хроматограф, получая для каждого свою хроматограмму. Эту операцию проводят три раза, полученные времена удерживания усредняют, и принимают за истинный результат. Значения времени удерживания для каждого спирта заносят в таблицу № 2.

Таблица 2. Значения времён удерживания спиртов

Спирты	$t_{\text{CP}R}$

3.Получают у преподавателя контрольную смесь спиртов, отбирают паровую часть ее газовым шприцом в объеме 0,5 мл, выносят в хроматографическую колонку и снимают хроматограмму. Отмечают время удерживания каждого компонента, обозначенного пиком на хроматограмме и по нему индетифицируют спирт, то есть определяют качественный состав анализируемой смеси.

4.Количественный состав анализируемой смеси проводят на основе хроматограммы с использованием **метода внутренней нормализации**. Сущность метода заключается в определении количественных соотношений компонентов смеси по соотношению площадей пиков, полученных для этих компонентов на хроматограмме. Чем больше площадь пика, тем большая доля данного компонента находится в анализируемой смеси.

Ввиду различной чувствительности детектора к отдельным спиртам в расчетную формулу определения площадей пиков вводят поправочный коэффициент К. (см. табл. № 3.).

Таблица №3 Поправочные коэффициенты, учитывающие чувствительность детектора.

Спирты	К
Этиловый	1,58
Изопропиловый	1,39
Пропиловый	1.42
Изобутиловый	1.31
Бутиловый	1.31
Амиловый	1.24
Изоамиловый	1.28

В случае, когда пики на хроматограмме, получаются не совсем острые, а округлые, (см. рис. 1.) то для определения их площади, проводят касательные линии к обеим сторонам пика, получая треугольник. ABC. Это облегчает расчёт площадей пиков ,проводимый по формуле:

$$S=1/2 h w k(i) \quad (1)$$

где h, w – соответственно высота и ширина пика.
 K – поправочный коэффициент

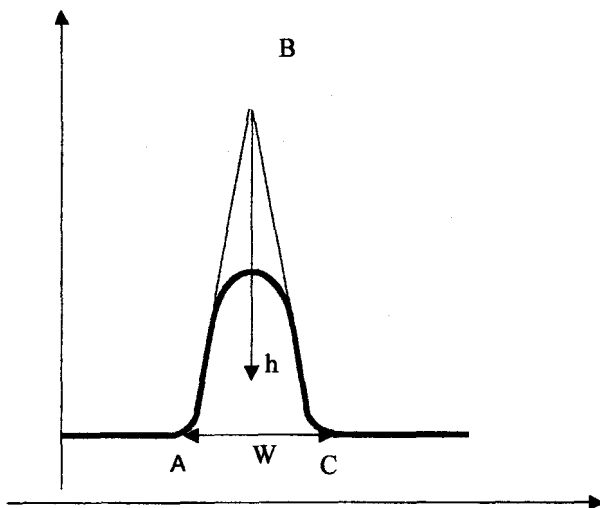


Рис.2. Вид хроматографического пика с проведёнными касательными АВ и ВС для расчёта его площади.

Процентный состав анализируемой смеси рассчитывается по формуле:

$$\%X = \frac{S_i}{\sum_{i=1}^n S_i} * 100, \quad (2).$$

Полученные в процессе расчётов результаты заносят в таблицу 4.
 Таблица 4. Расчётные результаты по хроматограмме.

Спирты	Высота пика h .	Ширина пика w .	Площадь пика S_i .	Процентный состав, X%.

ЛИТЕРАТУРА

1. Е.Н. Шаповалова, О.А. Шпигун. Практикум по инструментальным методам анализа. Ч.2, М., 1998.
2. Б.В. Столяров, И.М. Савинов, А.Г. Витенберг. Руководство к практическим работам по газовой хроматографии. «Химия», 1988
3. Под редакцией Э. Лейбница, Х.Г. Штруппе. Руководство по газовой хроматографии М. «Мир», 1988

Учебно-методическое издание

Иванова Мария Абасовна

Кривоносов Анатолий Иосифович

Опалев Сергей Борисович

Анализ смесей спиртов методом газо-жидкостной хроматографии.

Методические указания к лабораторной работе.

Подписано в печать - 09.07.02, Изд. № 146-02 Тираж 200

Усл. печ. л. - 0,5

Заказ № 627,

Цена - 3 руб. 00 коп.

127994 Москва, ул. Образцова 15. Типография МИИТа



**Цена – 3 руб. 00 коп.
(по себестоимости)**