

Pokročilé praktikum

Plynová chromatografie - Kvalitativní a kvantitativní analýza

Teoretická část

1 Kvalitativní analýza

Kvalitativní analýzou vzorku rozumíme určení složení vzorku, neboli zjištění, ze kterých složek se vzorek skládá. Základním parametrem, kterým lze popsat složku v plynové chromatografii (dále jen GC), je její retenční čas, resp. redukovaný retenční čas. Jelikož tyto veličiny jsou závislé na experimentálních podmínkách (rozměry kolony, průtoková rychlost nosného plynu, teplota kolony, tlakový spád na koloně), nelze srovnávat výsledky získané za různých experimentálních podmínek. Aby byla retenční data obecně srovnatelná, bylo navrženo užívat buď specifických retenčních objemů, nebo vyjadřovat retenci relativně ke standardům.

Specifický retenční objem V_g , je veličinou velmi přesně definovanou a na experimentálních podmínkách nezávislou, ale k jejímu výpočtu je potřeba mnoha parametrů, které nejsou vždy dostupné. Z těchto důvodů se v kvalitativní analýze běžně nepoužívá. Přesnost stanovení V_g se pohybuje kolem 1%. [1]

Daleko rozšířenějším způsobem je užití relativních retenčních dat, kdy je retence sledované látky srovnávána se standardem, který je součástí vzorku, nebo je alespoň chromatografován za stejných podmínek. Relativní retenci vzorku lze navíc určit přímo z chromatogramu. Nejjednodušším způsobem vyjádření relativní retence je poměr redukovaných (někdy též označovaných jako korigované) retenčních časů t'_R :

$$r_{12} = \frac{t'_{R_1}}{t'_{R_2}} \quad (1.)$$

Vyjádřením retence relativně ke standardu se vyloučí chyby vzniklé nepřesným měřením pracovních podmínek i parametrů kolony.

Pro určení redukovaných veličin je nezbytné znát hodnotu mrtvého retenčního času t_M . Mrtvý retenční čas se obvykle určuje jako retenční čas látky, která není v koloně zadržována. Z inertních plynů se ideálnímu chování nejvíce blíží helium. Ostatní plyny jako argon, dusík, vzduch apod. nejsou vhodné, protože jejich redukovaný retenční časy nejsou rovny nule. Při

obvyklých teplotách používaných v GC je však v systému GLC rozpustnost většiny inertních plynů v zakotvených stacionárních fázích natolik malá, že se nedopustíme velké chyby, měříme-li t_M jako retenční čas inertního plynu. Při studiu nízkovroucích látek, zejména v systému GSC, může však tento způsob vést k chybným výsledkům. Ve spojení s plamenovým ionizačním detektorem (FID) však nelze inertní plyn použít, neboť neposkytuje signál, a proto se běžně určuje t_M jako retenční čas methanu. U složek s nižším bodem varu se tímto způsobem můžeme dopustit značné chyby (nenulová rozpustnost methanu ve stacionární fázi). Problémy s měřením t_M u FIDu a sporná otázka spolehlivosti methanu vedly k vývoji řady metod výpočtu t_M . Nejjednodušší způsob využívá retenční časy tří členů homologické řady n-alkanů, které musí být stejně známy pro výpočet retenčních indexů. Potom pro n-alkany se $z, z+k, z+2k$ uhlíkovými atomy, kde $k = 1,2,3,..$ platí:

$$t_M = \frac{t_{R1} \cdot t_{R3} - t_{R2}^2}{t_{R1} + t_{R3} - 2t_{R2}} \quad (2.)$$

Volba standardu v kvalitativní analýze je velice důležitá, neboť standard nesmí interferovat s žádnou složkou směsi a jeho retenční čas by měl nabývat takových hodnot, aby relativní retence nepřesahovala hodnotu 4. Volba standardu závisí na konkrétních experimentálních podmínkách, a proto neexistuje univerzální standard pro všechna měření. Ovšem i relativní retence, která je vztažena k jedinému standardu, má své nevýhody. Pokud se stanovovaná látka a standard podstatně liší svými polaritami, nebo pokud se polaritami liší stacionární fáze a měřené složky, může relativní retence záviset na stupni pokrytí nosiče, resp. stěny kapiláry, stacionární fázi.

Nevýhody, které vyplývají ze vztahování retence látek k jednomu standardu, byly odstraněny zavedením jednotné stupnice standardů danou serií n-alkanů. Toto vyjadřování navrhl Kovats a označil je jako retenční indexy I, dnes běžně nazývané Kovatsovými retenčními indexy. V tomto systému jsou jednotlivým n-alkanům definitoricky přiřazeny hodnoty retenčních indexů (dále jen RI), které jsou stonásobkem počtu uhlíkových atomů v jejich molekule, tj. pro pentan je RI = 500, pro hexan je RI = 600, atd. RI analyzované složky je pak dán výrazem :

$$RI_x = 100 \frac{\log V'_{Rx} - \log V'_{Rn}}{\log V'_{Rn+1} - \log V'_{Rn}} + 100n \quad (3.)$$

kde V'_R jsou redukované retenční objemy, indexy x odpovídají měřené složce, a indexy n a $n+1$ alkanům s počtem uhlíků rovným n . Přičemž musí platit :

$$V'_{Rn} < V'_{Rx} < V'_{Rn+1} \quad \text{nebo} \quad t'_{Rn} < t'_{Rx} < t'_{Rn+1} \quad (4.)$$

Při výpočtu RI lze místo redukovaných retenčních objemů také použít redukované retenční časy. Logaritmické stupnice se užívá proto, že $\log V'_R$ je lineární funkcí počtu uhlíkových atomů n . RI látky závisí na teplotě kolony a druhu použité stacionární fáze. Proto je účelné tyto údaje uvádět jako horní a dolní indexy RI. Při tomto způsobu vztahování retence ke dvěma standardům lze za předpokladu přesného udržování experimentálních podmínek dosáhnout vysoké reprodukovatelnosti a přesnosti stanovení. Za uvedených podmínek a při použití kapilární kolony lze určit RI s přesností lepší než 0,1 indexové jednotky [1]. V případě, kdy se RI analyzovaných složek počítá z retenčních časů n-alkanů naměřených v jiné analýze (i když stále za stejných experimentálních podmínek), klesá přesnost výpočtu RI na jednotky, někdy i desítky jednotek.

Při výměně kapilárních kolon je potřeba znát tzv. fázový poměr dané kolony, β , aby ji bylo možno nahradit kolonou o stejném fázovém poměru, pokud bude mít nová kolona jiné rozměry. Pouze u kolon se stejným fázovým poměrem a stejné délky lze očekávat shodu retenčních časů. Fázový poměr vyjadřuje poměr objemu mobilní a stacionární fáze kolony:

$$\beta = \frac{d}{4 d_f}$$

kde d je průměr kolony a d_f je tloušťka filmu stacionární fáze.

1.1 Retenční shoda se standardem

Jestliže mají standard a stanovovaná látka rozdílné retenční chování, pak lze jednoznačně tvrdit, že jde o různá chemická individua. Naopak shoda retenčních dat ještě není důkazem identity standardu a sledované látky. Teprve opětovná shoda retenčních dat, ale tentokrát na jiné stacionární fázi, svědčí o vysoké pravděpodobnosti totožnosti obou látek. Někdy lze identifikovat látky na základě shody retenčních dat s hodnotami publikovanými v literatuře. Zejména v případě použití RI lze vzhledem k jejich vysoké reprodukovatelnosti dosáhnout spolehlivé identifikace.

Velmi přesné identifikace látek lze dosáhnout za předpokladu dostatečné účinnosti separačního stupně metodou plynové chromatografie-hmotnostní spektrometrie. Tato metoda je ovšem velmi nákladná a technicky náročná, a proto ne vždy dostupná.

V případě nedostupnosti literárních dat či nedostupnosti potřebných standardů, lze provést identifikaci na základě retenčních závislostí homologických řad látek nebo metodami identifikace za použití přídatných zařízení (tzv. reakční plynová chromatografie). Tato

problematika však přesahuje rámec této úlohy, a proto odkazujeme posluchače na odbornou literaturu.[2]

2 Kvantitativní analýza

Kvantitativní analýzou rozumíme určení množství nebo koncentrací jednotlivých složek ve vzorku. Veličinou charakterizující množství vzorku prošlého detektorem je plocha píku (za předpokladu práce v lineární části závislosti signálu detektoru na množství či koncentraci vzorku). Určování ploch píků je proto důležitým krokem kvantitativní chromatografické analýzy. Použitím digitálních integrátorů a počítačů se tento krok podstatně zjednodušil. Je ovšem třeba mít alespoň základní znalosti o funkci a činnosti integrátorů, aby bylo možno kriticky posoudit jimi poskytované výsledky a včas tak odhalit možnou poruchu. Důležitým parametrem určování ploch píků je také správné určení průběhu základní linie. Mnohdy nevhodně nastavené parametry integrátoru pro základní linii způsobí velkou chybu stanovení plochy. Plynová chromatografie, zvláště pak kapilární, pracuje s množstvími vzorku běžně v nanogramové a pikogramové oblasti. Proto se zvláště kritickými kroky staly příprava a dávkování vzorků. Pod přípravou vzorku je rozuměna řada kroků od odběru reprezentativního vzorku, přes případnou derivatizaci až po ředění vzorku před nástřikem. Jakákoliv chyba během kteréhokoliv z uvedených kroků vnese samozřejmě chybu do konečného výsledku stanovení. Rozbor chyb, pojmy reprodukovatelnost, správnost a přesnost v GC najdou posluchači v odborné literatuře [3].

3 Pracovní techniky kvantitativní analýzy v GC

V tomto odstavci je uveden výčet metod používaných v kvantitativních měřeních v GC. Detaily k jednotlivým metodám jsou uvedeny v literatuře [4].

a) Metoda absolutní kalibrace

- 1) Technika přímého srovnání
- 2) Technika kalibrační křivky

b) Metoda vnitřního standardu

- 1) Technika přímého srovnání
- 2) Technika kalibrační křivky

c) Metoda standardního přídavku

- 1) Technika přímého měření dávkovaného vzorku
- 2) Technika využívající pomocnou referenční látku přítomnou v původním vzorku
- 3) Technika používající přídavku pomocné referenční látky

d) Metoda vnitřní normalizacee) Metoda kontrolované vnitřní normalizace

V této úloze bude použito metody standardního přídavku s pomocnou referenční látkou přítomnou v původním vzorku (c2). Tato metoda je obměnou metody vnitřního standardu s tím rozdílem, že zde jako vnitřní standard slouží přímo stanovovaná látka. Proto musí být provedeny minimálně dvě analýzy - jedna originálního vzorku a druhá vzorku s přidaným standardem. Jako pomocná referenční látka je využita jakákoliv látka přítomná v původním vzorku, která je za daných pracovních podmínek dostatečně rozlišena od stanovované látky. Je výhodné využít takovou referenční látku, jejíž plocha píku je srovnatelná s plochou píku stanovované látky.

Principem metody je postup, kdy po analýze původního vzorku, která poskytne plochu píku A_i stanovované látky, se ke známému množství, tj. hmotnosti či objemu, tohoto vzorku přidá přesně známé množství stanovované látky, která slouží jako standard, a analýzou tohoto směsného vzorku obdržíme plochu A_i' , která odpovídá sumě námi přidaného množství a původního množství látky. Současně s přidáním standardu dojde k naředění původního vzorku. Toto naředění se projeví poklesem ploch všech ostatních píku ve vzorku. Použijeme-li jednu z těchto složek jako pomocnou, dojde k poklesu její plochy z hodnoty A_p v původním vzorku na hodnotu A_p' ve vzorku s přídavkem. V metodě standardního přídavku s použitím pomocné referenční látky přítomné v původním vzorku se ke sledování ředění užívá právě této pomocné složky. Pokud totiž budeme do vztahů dosazovat místo absolutních hodnot ploch píků (a kdy bychom také museli přesně znát dávkované objemy vzorků) relativní hodnoty ploch píků vztahených na uvedenou pomocnou látku (kdy nezáleží na dávkovaném objemu vzorku), nemusíme brát ředění na zřetel.

Prvním krokem je nástřik původního vzorku. Pokud vzorek obsahuje komponentu, která je za daných experimentálních podmínek dostatečně oddělena od ostatních složek, lze tuto látku použít jako pomocný standard.

K vyjadřování složení vzorku můžeme použít následující veličiny: hmotnostní koncentraci $c_m(i)$ (g/ml), hmotnostní zlomek $x_m(i)$, molární koncentraci $c(i)$ (mol/l) nebo molární zlomek $x(i)$. Potom základní vztah mezi plochou píku a odpovídajícím množstvím stanovované látky lze vyjádřit vztahem :

$$A_i \cdot f_i = C \cdot m_i \quad (4.)$$

kde A_i je plocha píku, f_i je převrácená hodnota relativní specifické odezvy detektoru ke složce i , C je konstanta nezávislá na množství a druhu dávkovaného vzorku a m_i je hmotnost vzorku i přítomného v nadávkovaném objemu $v(i)$. V konstantě C je zahrnut i faktor snížení citlivosti detektoru (attenuation, ATT) respektive jeho nastaveného rozsahu (range).

Pokud tedy k původnímu vzorku o objemu V_i (ml) či hmotnosti m_i (g) přidáme objem V'_i (ml) či hmotnost m'_i (g) roztoku stanovované látky i o koncentraci $c_{m,s}$ či molárním zlomku $x_{m,s}$, pak pro výpočet koncentrace složky i v původním vzorku platí:

$$\text{hmotnostní koncentrace } c_{m,i} \text{ (g/l)} \quad c_{m,i} = \frac{V'_i}{V_i} \cdot \frac{c_{m,s}}{\frac{A'_i}{A'_p} \cdot \frac{A_p}{A_i} - 1} \quad (5.)$$

$$\text{hmotnostní zlomek } x_{m,i} \quad x_{m,i} = \frac{m'_i}{m_i} \cdot \frac{x_{m,s}}{\frac{A'_i}{A'_p} \cdot \frac{A_p}{A_i} - 1} \quad (6.)$$

kde A_i a A_p jsou plochy sledované látky i a pomocné látky p v původním vzorku, A'_i a A'_p jsou plochy sledované látky a pomocné látky ve vzorku s přidáním standardem, $c_{m,i}$ je hmotnostní koncentrace stanovované látky v původním vzorku, $c_{m,s}$ je hmotnostní koncentrace roztoku přidávaného standardu, $x_{m,i}$ je hmotnostní zlomek stanovované látky v původním vzorku a $x_{m,s}$ je hmotnostní zlomek přidávaného roztoku standardu (látky i). Z uvedené rovnice je patrné, že faktory f_i a C ze vztahu 4. se ve výrazech 5. a 6. navzájem vykrátí. Pozor na veličiny $c_{m,s}$ a $x_{m,s}$, musí být vyjádřeny ve stejných jednotkách jako $c_{m,i}$ a $x_{m,i}$ a v případě přídatku čistých látek jsou rovny 1.

Druhou variantou stejné metody je grafické určení $c_{m,i}$ nebo $x_{m,i}$. Úpravou rovnice 6 dostaneme její tvar

$$\frac{\left(\frac{A'_i}{A'_p} \cdot \frac{A_p}{A_i} - 1 \right)}{x_{m,s}} = \frac{1}{x_{m,i}} \cdot \frac{m'_i}{m_i} \quad (7.)$$

který formálně odpovídá rovnici přímky ve tvaru $y = k \cdot x$

Při této metodě vynášíme hodnoty výrazu levé strany rovnice 7. (jako y) pro jednotlivé přídavky standardu oproti odpovídajícím podílům m_i'/m_i (jako x , Obr.1). Provedením lineární regrese experimentálních bodů ve tvaru $y = k \cdot x$, kdy regresní přímka musí procházet počátkem, dostaneme směrnici regresní přímky, k , jako převrácenou hodnotu hledaného hmotnostního zlomku $x_{m,i}$. Chybu $x_{m,i}$ určíme ze statistického zpracování směrnice k (např. v Excelu funkce *Lineární regrese*, též viz příslušný návod *Statistika*).

Nevýhodou této metody je, že pro dosažení dostatečné přesnosti výsledku měření je obzvláště kritické správně rozvržení jednotlivých přídavků standardu.

Praktická část

4 Chemikálie a materiál

4.1 Chemikálie

Směs A n-alkanů (C5 - C8), cyklopentan, p-xylen, toluen, propylacetát, terc. butylalkohol, izopropylbutyrát, směs B, technický benzín

4.2 Materiál

plastová injekční stříkačka 1 ml s tenkou jehlou, GC injekční stříkačka o objemu 5 nebo 10 μ l, automatická pipeta 100 - 1000 μ l se spíčkami, suché vialky o objemu 2 ml s víčky a septy, analytické váhy

Přesvědčte se, že máte k dispozici všechny nezbytné látky a materiál.

5 Úkoly

Pokud studenti pracují ve dvojicích, vypracují jeden společný protokol.

Stanovení mrtvého retenčního času a průtokových rychlostí

- 1) - pokud je potřeba, vyměnit použité septum GC za nové
- zapnout plynový chromatograf a počítač
- nastavit optimální pracovní podmínky podle pokynů pedagogického dozoru
- zapsat si typ použité kolony, její rozměry, druh a tloušťku filmu stacionární fáze

2) - změřit t_M dávkováním methanu; dávkuje se množství asi 100 - 200 μl běžnou plastovou injekční stříkačkou s velmi tenkou jehlou; citlivost je zvolena tak, aby výška píků methanu nebyla mimo rozsah detektoru

Měření t_M provést $5\times$ a výsledky statisticky vyhodnotit (odlehlé výsledky vyloučit, vypočítat aritm. průměr, medián, směrodatnou odchylku, relativní směrodatnou odchylku a interval spolehlivosti na $\alpha = 0,05$).

- vypočítat objem použité kapilární kolony v ml
- vypočítat objemovou průtokovou rychlost nosného plynu u_0 v ml/min
- vypočítat lineární průtokovou rychlost nosného plynu u_l v cm/s

3) - proměřit t_R ($3\times$ až $5\times$) u připravené směsi A n-alkanů (C5-C9) a vypočítat mediány, aritmetické průměry, směrodatné a relativní směrodatné odchylky naměřených t_R ; k dávkování kapalin použijeme stříkačku pro GC o objemu 5 nebo 10 μl ; u směsí látek dávkujeme 0,5 μl , u čistých látek 0,25 μl (v případě zahlcení detektoru i méně)

- ze statisticky zpracovaných dat spočítat relativní retence jednotlivých n-alkanů vzhledem k heptanu (C7)
- vypočítat t_M z vybraných trojic t_R podle výrazu 2, vypočítat medián, aritmetický průměr, směrodatnou a relativní směrodatnou odchylku naměřených t_M
- srovnat hodnoty t_M získané v bodech 2), 3) a otestovat zda je jejich rozdíl statisticky významný na $\alpha = 0,05$
- zdůvodnit možné příčiny jejich odchylky

Kvalitativní analýza

4) - změřit t_R majoritních složek reálného vzorku benzínu ($3\times$ až $5\times$) a vypočítat mediány, aritmetické průměry, směrodatné a relativní směrodatné odchylky naměřených t_R

- spočítat relativní retence vzhledem k C7 majoritních složek
- určit RI majoritních složek a pokusit se je přiřadit odpovídajícím sloučeninám

5) - u samostatných čistých sloučenin proměřit jejich t_R ($1\times$), vypočítat jejich RI a relativní retence vůči C7

6) - proměřit t_R a plochy píků složek přítomných ve vzorku (min. 3×), vypočítat mediány, aritmetické průměry, směrodatné a relativní směrodatné odchylky naměřených t_R a ploch píků; vzorek je složen pouze z některých látek proměřených v bodě 5

- spočítat relativní retence složek směsi B vzhledem k C7
- vypočítat Kovatsovy RI všech majoritních složek vzorku (použít údaje o n-alkanech z bodu 3)
- přiřadit jednotlivé píky příslušným sloučeninám ve vzorku s pomocí t_R , relativních retencí a RI

Kvantitativní analýza - metoda standardního přídávku s pomocnou látkou přítomnou v původním vzorku

7) - ve vzorku vybrat jednu sloučeninu, u které budete stanovovat její obsah metodou standardního přídávku

- ve vzorku vybrat podle pravidel uvedených v textu další sloučeninu, kterou budete používat jako pomocnou referenční látku

Varianta A

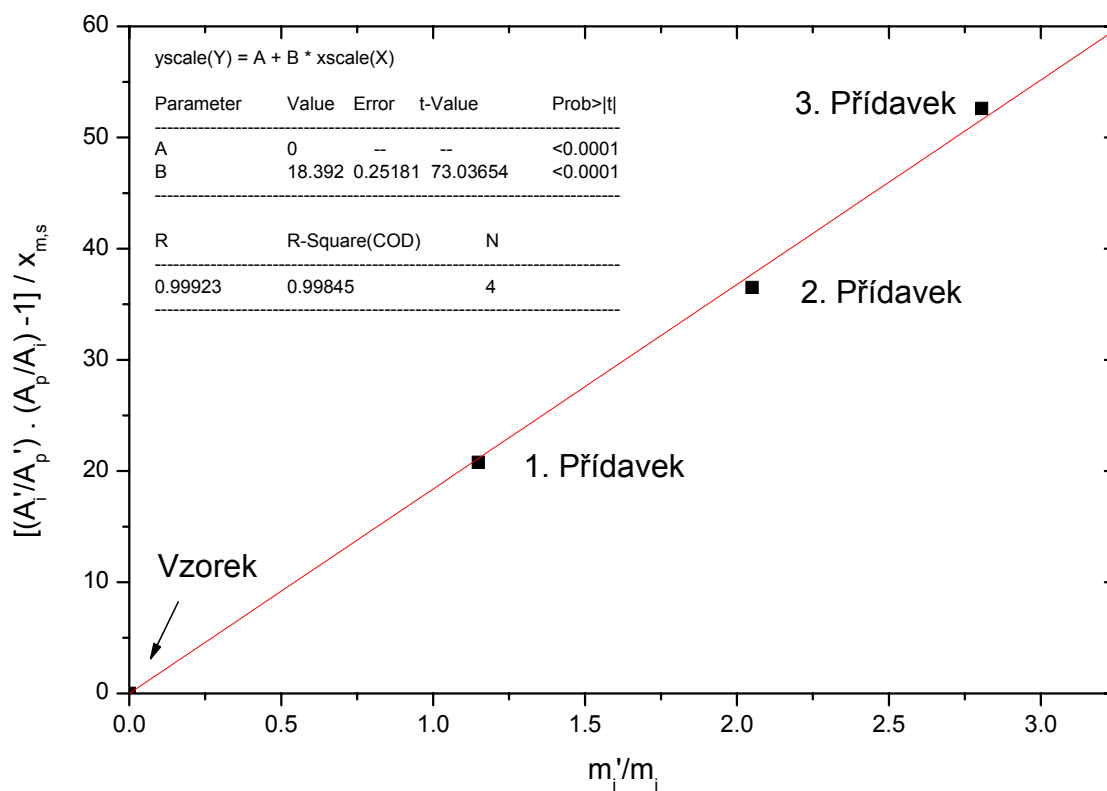
- do předem zvážených čistých, suchých a očíslovaných (1 až 3) vialek s víčky a septy odpipetovat objem 300 μl vzorku a znovu je zvážit (vážíme na analytických vahách s přesností 0,1 mg), hmotnosti zaznamenáme do výsledkového listu
- do vialky č.1 provést 1. přídavek stanovované látky: do odvážené vialky č.1 se vzorkem odpipetovat přesně 50 μl čisté stanovované látky a vialku opět zvážit
- do vialky č.2 provést 2. přídavek stanovované látky: do odvážené vialky č.2 se vzorkem odpipetovat přesně 100 μl čisté stanovované látky a vialku opět zvážit
- do vialky č.3 provést 3. přídavek stanovované látky: do odvážené vialky č.3 se vzorkem odpipetovat přesně 200 μl čisté stanovované látky a vialku opět zvážit
- zanalyzovat obsahy všech vialek (nezapomenout promíchat), zaznamenat plochy píků stanovované a pomocné referenční látky; měření zopakovat min. 3× pro každý přídavek
- z průměrných hodnot výsledků ploch pro každý přídavek spočítat obsah stanovované látky v původním vzorku podle výrazu 5 nebo 6
- určit obsah stanovované látky v původním vzorku grafickou metodou podle popisu v textu, graf přiložit na samostatném listu k výsledkovým listům

– výsledky získané oběma metodami srovnat a diskutovat jejich rozdíl

Varianta B

Přidávky 1 – 3 provést postupně do jediné vialky a měření provést pro každý přidavek; vyhodnocení je totožné s variantou A.

Obrázek 1: Grafické znázornění metody standardního přidavku (zpracováno v programu Origin 6.0)



Literatura

1. V.Pacáková, L.Feltl, Retenční indexy v plynové chromatografii, SNTL, 1986
2. E. Smolková, L. Feltl, V. Pacáková, skripta Plynová chromatografie III., SPN,1979
3. K. Eckschlager, skripta Chemometrie, Karolinum, 1991
4. K. Eckschlager, I. Horsák, Z. Kodejš, Vyhodnocování analytických výsledků a metod, SNTL, Praha 1980
5. J. Novák, Quantitative Analysis by Gas Chromatography, M.Dekker,Inc., NY, 1988

Poděkování

Tato úloha je prováděna na přístrojovém vybavení získaném díky Fondu rozvoje vysokých škol v rámci projektu FRVŠ 275/2006.

Poslední aktualizace / stav k – 19.2.2009

VÝSLEDKOVÉ LISTY – Plynová chromatografie

Příjmení, jméno:		Úloha vypracována dne:	
Turnus číslo:		Datum odevzdání protokolu:	
Studijní obor:		V pořádku dne:	
Přepracovat a doplnit (+ datum):			

Typ kolony (komerční označení kolony):

Délka kolony, l (m):

Průměr kolony, d (mm):

Tloušťka filmu stacionární fáze, d_f (μm):

Fázový poměr kolony (β):

Nakreslete zde vzorec stacionární fáze:

VÝSLEDKOVÝ LIST – Plynová chromatografie

Příjmení, jméno:

Tabulka 1: Retenční časy methanu

Č. měření	Retenční čas (min)	Aritm. průměr (min)	Medián (min)	SD (min)	RSD (%)	Interval spolehlivosti (min)
1						
2						
3						
4						
5						

Tabulka 2: Objem a průtokové rychlosti

Veličina	Interval spolehlivosti formát: $L_{1,2} = \bar{x} \pm SD$	Jednotky
Objem kolony		ml
Objemová průtoková rychlost		ml/min
Lineární průtoková rychlost		cm/s

VÝSLEDKOVÝ LIST – Plynová chromatografie	Příjmení, jméno:
--	------------------

Tabulka 3: Směs n-alkanů

n-Alkan	Retenční čas (min)					Aritm. průměr (min)	Medián (min)	SD (min)	RSD (%)	Interval spolehlivosti (min)	Relativní retence k C7
	1	2	3	4	5						
Pentan											
Hexan											
Heptan											
Oktan											
Nonan											

Tabulka 4: Výpočet mrtvého retenčního času

Trojice n-alkanů			t_M (min)	Aritm. průměr (min)	Medián (min)	SD (min)	RSD (%)

VÝSLEDKOVÝ LIST – Plynová chromatografie	Příjmení, jméno:
--	------------------

Tabulka 5: Statistické srovnání hodnot mrtvého retenčního času

	Aritmetický průměr t_M (min)	Rozpětí (min)	SD (min)	Počet měření	Vypočtené kritérium	Kritická hodnota kritéria
Změřený na CH ₄						
Změřený z n-alkanů						

Uved'te způsob výpočtu s příslušnými rovnicemi:

Výsledek: Hodnoty mrtvého retenčního času jsou / nejsou statisticky významně rozdílné.

Pokud ano, proč? :

VÝSLEDKOVÝ LIST – Plynová chromatografie	Příjmení, jméno:
--	------------------

Tabulka 6: Kvalitativní analýza - benzín

Peak č. →		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
t_r (min)	1										
	2										
	3										
	4										
	5										
Aritm. rpůměr (min)											
Medián (min)											
SD (min)											
RSD (%)											
r_{1,2} k C7											
RI											
Látka											

VÝSLEDKOVÝ LIST – Plynová chromatografie

Příjmení, jméno:

Tabulka 7: Analýza čistých látek

Látka	t_r (min)	$r_{1,2}$ vzhledem k C7	RI

VÝSLEDKOVÝ LIST – Plynová chromatografie

Příjmení, jméno:

Tabulka 8a: Kvalitativní analýza - směs B (vzorek)

		Látka				
		A	B	C	D	E
Retenční čas	1					
	2					
	3					
	Medián					
	Aritmetický průměr					
	SD					
RSD (%)						
rel. retence (k C7)						
RI						
Identita látky						

VÝSLEDKOVÝ LIST – Plynová chromatografie

Příjmení, jméno:

Tabulka 8b: Kvalitativní analýza - směs B (vzorek)

	Číslo měření	Látka				
		A -	B -	C -	D -	E -
Plocha píku	1					
	2					
	3					
	4					
	5					
	6					

VÝSLEDKOVÝ LIST – Plynová chromatografie

Příjmení, jméno:

Tabulka 9a: Kvantitativní analýza - sériové použití jedné vialky

	Přidávaný objem (μl)	Hmotnost (g)			Poměr hmotností přidavku a vzorku
		Celková	Celého obsahu	Přidavku	
1	Prázdna vialka	-	-	-	-
2	Vialka + vzorek			-	-
3	Vialka + vzorek + 1. přidavek				
4	Vialka + vzorek + 1. a 2. přidavek				
5	Vialka + vzorek + 1., 2. a 3. přidavek				

VÝSLEDKOVÝ LIST – Plynová chromatografie

Příjmení, jméno:

Tabulka 9: Kvantitativní analýza

Přídavek č.		1	2	3
Objem (μl)	Vzorek			
	Přídavek			
Hmotnost (g)	Vialka prázdná			
	Vialka + vzorek			
	Vzorek (m_i)			
	Vialka + vzorek + přídavek			
	Přídavek (m_i')			
Poměr hmotnostní přídavku a vzorku (m_i'/m_i)				

VÝSLEDKOVÝ LIST – Plynová chromatografie

Příjmení, jméno:

Tabulka 10: Kvantitativní analýza

Měření		Plocha píku (a.u.)		Poměr ploch píků stanovované a pomocné referentní látky			
		Stanovovaná látka	Pomocná referentní látka	Poměr	Medián	SD	RSD %
Vzorek	1						
	2						
	3						
1. Přídavek	1						
	2						
	3						
2. Přídavek	1						
	2						
	3						
3. Přídavek	1						
	2						
	3						

VÝSLEDKOVÝ LIST – Plynová chromatografie	Příjmení, jméno:
--	------------------

Tabulka 11: Kvantitativní analýza

	Obsah stanovované látky, jednotky:									Statistický rozdíl (výpočet - g. metoda)		
	Výpočet								Grafická metoda	Kritická hodnota kritéria	Hodnota kritéria	(ano/ne)
	Medián	SD	RSD%	Medián	SD	RSD %	L ₁	L ₂				
1. přidavek												
2. přidavek												
3. přidavek												

Obsah byl stanoven metodou standardního přídávku za pomoci referentní pomocné látky

Výsledek:

Metodou výpočtu byl obsah stanoven na: (..... \pm ), (..... %)

Grafickou metodou byl obsah stanoven na: (.....)

Oba výsledky jsou / nejsou dle testu statisticky odlišné na hladině významnosti %.