

DETERMINAZIONE DI UNA MISCELA DI ALCOLI CON IL METODO DELLA NORMALIZZAZIONE INTERNA.

Per questa analisi è necessario avere un GC a colonna impaccata, possibilmente la Poropak Q. Questa analisi è di tipo quantitativo e consente di determinare la percentuale dei vari alcoli contenuti in una miscela. È necessario conoscere quali alcoli sono presenti, ciò consente di preparare una miscela standard a concentrazioni perfettamente note. Questa miscela verrà iniettata per prima nella colonna e consentirà di ricavare per ciascun alcol i tempi di ritenzione, ma soprattutto le aree e da queste i fattori di correzione o normalizzazione.

Questa esperienza è frutto di una applicazione sviluppata da me nel 2000 presso l'IPSIA di Gallarate durante il corso di abilitante tenuto dal prof. Ughetto Loredano.

Supponiamo di avere una miscela di alcoli costituita da METANOLO, ETANOLO, E ISOPROPANOLO. Di questa miscela vogliamo ricavare esattamente la concentrazione di ogni specie. Per fare ciò è necessario separare al GC i vari componenti e per ognuno determinare le aree, tali aree verranno corrette con dei fattori di normalizzazioni interni che otterremo usando uno standard.

Standard: preparare 30 mL di soluzione costituita rispettivamente da:

alcol metilico	10 mL
alcol etilico	10 mL
alcol isopropilico	10 mL.

Parametri da impostare allo strumento (FRACTOVAP).

USARE IL SISTEMA DELLA TEMPERATURA PROGRAMMATA:

1. T° iniziale 80 ° C per 2,5 min.
2. T° aumentarla da 80 a 120°
3. T° 120° C per 5 minuti.

Impostare il carrier N₂ a 1,3 atm, il combustibile H₂ a 1 atm, il comburente aria a 1 atm.

L'attenuazione dell'integratore impostarla a 4.

INNIETTARE 0,5 µL DI SOLUZIONE ST.

Effettuare almeno tre iniezioni. Per ogni alcol calcolare il valore medio delle aree.

L'ordine con cui usciranno i vari alcoli dipende dalla temperatura di ebollizione. In base a questo parametro prevediamo prima il metilico (60° C) poi l'etilico (80 ° C) ed in fine isopropilico (120° C).

Valori sperimentali relativo alle AREE dello standard			
N° iniezione	Metilico	Etilico	Isopropilico
1°	4078	5843	5900
2°	4042	5862	5962
3°	4623	6551	6785
MEDIA	4247	6085	6215

CALCOLO DEL FATTORE DI NORMALIZZAZIONE. Per questo calcolo usiamo come riferimento l'area media dell'etanolo.

ALCOL METILICO	ALCOL ETILICO	ALCOL ISOPROPILICO
$F_{nM} = A_{ET}/A_M$	$F_{nET} = A_{ET}/A_{ET}$	$F_{nP} = A_{ET}/A_P$
6085/4247 = 1,43	6085/6085 = 1	6085/6215 = 0,98

DETERMINAZIONE DELLA COMPOSIZIONE DELLA MISCELA INCOGNITA.

Per il docente: (30 mL di campione sono costituiti da 8 mL metilico, 12 mL di etilico, 10 mL di isopropilico).

Anche per il campione si effettuano 3 iniezioni da 0,5 μ L:

Valori sperimentali relativo alle AREE del campione			
N° iniezione	Metilico	Etilico	Isopropilico
1°	1950	3958	3340
2°	1483	3078	2577
3°	1468	3066	2556
MEDIA	1475,5	3072	2566,5
Area corretta	1478x1,43 = 2113	3077x1 = 3077	2566x0,98 = 2515,17
Area totale	2113+3077+2515,17 = 7705,17		
Percentuale	2113:7705,17 = x:100 Met=27,42%	3077: 7705,17 = x:100 Et= 39,93%	2515,17: 7705,17 = x:100 IsoP= 32,54 %

Valori reali:			
	Metilico	Etilico	Isopropilico
Volume reale in 30 mL	8 mL	12 mL	10 mL
Percentuale reale	8:30 = x:100 26,7 %	12:30 = x:100 40 %	10:30 = x:100 33,3%

Confrontando i valori reali con quelli ottenuti con questo metodo possiamo dire che i risultati sono molto simili. L'analisi può considerarsi valida.

SCHEMA DI LABORATORIO PER LA CLASSE 4 A TCB A.S. 2009/10

Analisi di una miscela di alcoli con il metodo della normalizzazione interna.

Preparare uno standard con le seguenti sostanze e volumi:

ETANOLO 5 mL
 PROPANOLO 5 mL
 BUTANOLO 5 mL

PARAMETRI GC: colonna impaccata poropak q
 Temperatura colonna 150° C (in isoterma)
 Carrier N₂ 1,3 atm
 Combustibile H₂ 1 atm
 Comburente aria 1 atm

 Vol iniettato 0,2 μL

Effettuare 3 iniezioni per lo standard.

Registra i risultati nella tabella sottostante:

Valori sperimentali relativo alle AREE dello standard			
N° iniezione	Metilico	Etilico	Isopropilico
1°			
2°			
3°			
MEDIA			

CALCOLO DEL FATTORE DI NORMALIZZAZIONE. Per questo calcolo usiamo come riferimento l'area media dell'etanolo.

Etanolo	Propanolo	Butanolo
$F_{n ET} = A_{ET} / A_{ET}$	$F_{n P} = A_{ET} / A_P$	$F_{n B} = A_{ET} / A_B$

Iniettare lo stesso volume di campione (fornito dal docente) e registrare i dati nella tabella sottostante:

Valori sperimentali relativo alle AREE del campione			
N° iniezione	Etanolo	Propanolo	Butanolo
1°			
2°			
3°			
MEDIA			
Area corretta			
Area totale			
Percentuale			