

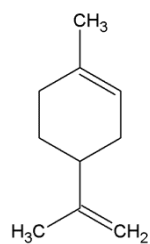
Chromatografia Gazowa (GC)

Rozdzielanie, identyfikacja i oznaczanie związków zapachowych w produktach perfumeryjnych za pomocą techniki chromatografii gazowej

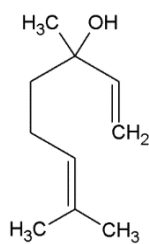
Celem ćwiczenia jest praktyczne zapoznanie się z techniką chromatografii gazowej oraz zastosowanie w/w techniki do rozdzielania, identyfikacji i oznaczania wybranych związków zapachowych (limonen, linalol i cytronelol) w produktach perfumeryjnych.

Ćwiczenie polegać będzie na identyfikacji wzorcowych związków zapachowych i rozdzieleniu ich mieszaniny za pomocą metody chromatograficznej z programowaniem temperaturowym. Następnie studenci wykonają rozdzielania dwóch próbek produktów perfumeryjnych ogólnodostępnych na rynku kosmetycznym i oznaczą w nich wybrane związki zapachowe przy pomocy metody krzywej kalibracyjnej.

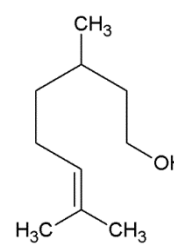
Badane związki zapachowe:



limonen
 $T_{wrz} = 176^{\circ}\text{C}$



linalol
 $T_{wrz} = 196^{\circ}\text{C}$



cytronelol
 $T_{wrz} = 222^{\circ}\text{C}$

Chromatograf gazowy i warunki analizy chromatograficznej:

- chromatograf gazowy Hewlett Packard 5890 z detektorem płomieniowo-jonizacyjnym (FID)
- parametry metody chromatograficznej:

temperatura dozownika	230°C
objętość dozowanej próbki	1 μL
dzielnik strumienia	1:10
gaz nośny	hel
prędkość gazu nośnego	1,4 L/min
kolumna	kapilarna z niepolarnym wypełnieniem
temperatura pieca	130-200°C (15°C/min), 200-230°C (20°C/min)
temperatura detektora	240°C
czas analizy	6 min

Chromatografia Gazowa (GC)

Sprzęt i odczynniki:

- automatyczne pipety wielomiarowe: 2-20 μL , 100-1000 μL
- końcówki do pipet automatycznych
- probówki typu eppendorf o pojemności 1,5 mL
- strzykawka o pojemności 10 μL .
- roztwory podstawowe limonenu, linalolu, cytronelolu o stężeniu 50 mg/mL (w acetonie)
- aceton czysty do chromatografii
- próbki produktów perfumeryjnych

Obsługa chromatografu gazowego:

- odkręcić zawory helu, powietrza i wodoru; włączyć zasilanie chromatografu; zapalić palnik detektora FID; **wykonuje prowadzący!**
- otworzyć program do wykonywania analiz, wczytać wybraną metodę (pr_gr3); **wykonuje prowadzący!**
- po ustaleniu się temperatury dozownika, pieca i detektora na poziomie zadanym rozpocząć analizy; **UWAGA – DOZOWNIK JEST GORĄCY!**
- po skończonych analizach zgasić palnik detektora oraz zakręcić zawory na butlach z gazami; **wykonuje prowadzący!**

Wykonanie ćwiczenia i opracowanie wyników

- sporządzić roztwory badane (obj. 1 mL) limonenu, linalolu i cytronelolu o stężeniu 10 mg/mL poprzez odpowiednie rozcieńczenie roztworów podstawowych acetonem;
- wykonać analizy chromatograficzne trzech w/w roztworów badanych (każda z analiz trwa około 6 minut). Należy nastrzykiwać próbki za pomocą strzykawki 10 μL . Strzykawkę należy przemyć w acetonie po każdej z analiz;
- sporządzić mieszaniny trzech badanych związków zapachowych (obj. 1 mL) o stężeniu 0,5; 5; 15 mg/mL poprzez odpowiednie rozcieńczenie roztworów podstawowych acetonem;
- wykonać analizy mieszanin trzech związków zapachowych;
- dokonać identyfikacji rozdzielonych sygnałów;
- wykreślić w programie Excel MS Office krzywe wzorcowe (zależność pola powierzchni sygnału od stężenia) dla każdego z oznaczanych związków (dla stężeń 2; 5; 10; 15 mg/mL), obliczyć równanie prostej i współczynnik r^2 ;
- dokonać rozdzielania składników dwóch wybranych próbek wód perfumeryjnych;
- sprawdzić obecność trzech wybranych związków zapachowych;

Chromatografia Gazowa (GC)

- obliczyć stężenia zidentyfikowanych związków zapachowych w próbkach produktów perfumeryjnych.

Literatura:

1. Z. Witkiewicz, „Podstawy chromatografii, WNT, Warszawa 2005
2. Red. M. Balcerzak, Ćwiczenia laboratoryjne z chemii analitycznej, Oficyna PW, 1998
3. Red. Z. Brzózka, Laboratorium analizy instrumentalnej, Oficyna PW, 1998
4. Red I. Głuch, M. Balcerzak, Chemia analityczna, Oficyna PW, 2007