

Aflevering uge 44

27/10 2008

Opgave 4

a) Beregn splitforholdet.

$$\text{kolonnevolumen} = \pi \cdot r^2 \cdot l = \pi \cdot \left(\frac{0,025\text{cm}}{2}\right)^2 \cdot 2450\text{cm} = 1,20\text{cm}^3 = 1,20\text{mL},$$

$$\text{kolonneflow} = \frac{1,20\text{mL}}{1,48\text{min}} = 0,811\text{mL}/\text{min},$$

$$\text{splitflow} = \frac{20\text{mL}}{18,7\text{s}} \cdot 60\text{s}/\text{min} = 64,2\text{mL}/\text{min},$$

$$\text{splitforhold} = \frac{\text{kolonneflow} + \text{splitventilflow}}{\text{kolonneflow}} = \frac{0,811 \frac{\text{mL}}{\text{min}} + 64,2 \frac{\text{mL}}{\text{min}}}{0,811 \frac{\text{mL}}{\text{min}}} = 80,16 \approx \mathbf{80}.$$

b) Beregn koncentrationen af hvert stof i standaropløsningen i enheden mg/L.

$$\text{Ethylenglucol: } c_{\text{ethylenglucol}} = 70\text{mg}/100\text{mL} \cdot 1000 \frac{\text{mL}}{\text{L}} = \mathbf{700 \frac{\text{mg}}{\text{L}}}.$$

$$\text{IS: } c_{\text{IS}} = \mathbf{750 \frac{\text{mg}}{\text{L}}}.$$

$$\text{Glycerol: } c_{\text{glycerol}} = \mathbf{740 \frac{\text{mg}}{\text{L}}}.$$

c) Beregn det gennemsnitlige responsfaktorforhold for hvert af stofferne i standarden.

$$f_{\text{ethylenglucol}} = \frac{c_{\text{ethylenglucol}}}{c_{\text{IS}}} \cdot \frac{A_{\text{IS}}}{A_{\text{ethylenglucol}}} = \frac{700\text{mg}/\text{L}}{750\text{mg}/\text{L}} \cdot \frac{36652,40}{26650,2} = \mathbf{1,2836}.$$

$$f_{\text{IS}} = \mathbf{1,00}.$$

$$f_{\text{glycerol}} = \frac{740\text{mg}/\text{L}}{750\text{mg}/\text{L}} \cdot \frac{36652,40}{27345,40} = \mathbf{1,3225}.$$

d) Identificer stofferne i prøven og beregn koncentrationen i enheden g/L.

Stofferne i prøven identificeres vha. retentionstiderne. I rækkefølge er stofferne ethanol, intern standard og glycerol.

$$c_{\text{IS,prøve}} = \frac{106\text{mg}}{250\text{mL}} \cdot 1000\text{mL}/\text{L} = 424\text{mg}/\text{L}$$

$$c_{\text{glycerol}} = f_{\text{glycerol}} \cdot c_{\text{IS}} \cdot \frac{A_{\text{glycerol}}}{A_{\text{IS}}} = 1,3225 \cdot 424 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \cdot \frac{29250,80}{20505,10} = 799 \frac{\text{mg}}{\text{L}} = \mathbf{0,799 \frac{\text{g}}{\text{L}}}.$$

e) *Beregn genfindingsprocenten for glycerol.*

Der blev tilsat 414mg glycerol i 250mL prøve. Det vil sige $\frac{414\text{mg}}{250\text{mL}} \cdot 1000\text{mL/L} = 1656\text{mg/mL}$.
Koncentrationen bestemmes:

$$c_{\text{glycerol}} = f_{\text{glycerol}} \cdot c_{\text{IS}} \cdot \frac{A_{\text{glycerol}}}{A_{\text{IS}}} = 1,3225 \cdot 424 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \cdot \frac{22288,30}{9495,40} = 1316,2 \frac{\text{mg}}{\text{L}}.$$

$$\text{genfinding} = \frac{\bar{x}_{\text{spiked prøve}} - \bar{x}_{\text{prøve}}}{x_{\text{spiked}}} = \frac{1316,2 \frac{\text{mg}}{\text{L}} - 799 \frac{\text{mg}}{\text{L}}}{1656 \frac{\text{mg}}{\text{L}}} = 0,339 = \mathbf{33,9\%}.$$

f) *Beregn separationsfaktoren for IS og glycerol.*

$$t'_{\text{IS}} = t_{\text{IS}} - t_d = 1,986\text{min} - 1,48\text{min} = 0,506\text{min}.$$

$$t'_{\text{glycerol}} = t_{\text{glycerol}} - t_d = 2,153\text{min} - 1,48\text{min} = 0,673\text{min}.$$

$$\alpha = \frac{t'_2}{t'_1} = \frac{t'_{\text{glycerol}}}{t'_{\text{IS}}} = \frac{0,673\text{min}}{0,506\text{min}} = \mathbf{1,33}.$$

g) *Forklar hvorfor det er en dårlig ide at sænke flowet for at separere toppe.*

Hvis man sænker bæregasflowet, vil det være mere svært for gassen at skubbe stofferne igennem kolonnen. Dette kan give nogle meget ringe (typisk brede) målinger. Det er derfor en bedre idé at hæve ovntemperaturen for at få skilt stofferne.