

Analisi Chimica

Relazione

Titolo

Gasromatografia

Obiettivo

Effettuare l'analisi di una miscela di alcoli mediante gasromatografia

Prerequisiti

Principi di Gasromatografia

Reagenti, Materiali, Attrezzature

Strumenti di misura:	<ul style="list-style-type: none">• 4 Pipette da 5ml• Siringa per gasromatografo da 10μL
Vetreria:	<ul style="list-style-type: none">• Provette pulite con tappo in gomma
Materiale di consumo:	<ul style="list-style-type: none">• etanolo• 1-propanolo• 1-butanolo• 1-pentanolo
Altro:	<ul style="list-style-type: none">• Gasromatografo<ul style="list-style-type: none">○ Carrier: N₂ 120kPa○ Iniettore: On Column○ Colonna: Impaccata Gel di Silice○ Rivelatore: FID (H₂ 70kPa, Aria 90kPa)○ Integratore in linea

Procedimento

Avviamento del gasromatografo: operazioni

1. Aprire i gas di rete a 1,5 atm quindi regolare le pressioni iniziali con gli opportuni manometri secondo i seguenti valori: N₂ 120kPa, H₂ 90kPa, Aria 70kPa
2. Dare corrente a cromatografo e integratore e settare data e ora in entrambi
3. Settare la temperatura dell'iniettore a 150°C e quella del FID a 180°C
4. Quando il FID è in temperatura accendere la fiamma quindi regolare il flusso dei gas portando le pressioni ai seguenti valori H₂ 70kPa, Aria 90kPa agendo lentamente su entrambi i manometri
5. Settare la programmata di temperatura
 - Start 80°C -> 0:00:30
 - Rate 20°C/min -> 120°C
 - PC (temperatura di riposo) 80°C
6. Portarsi nella schermata di analisi e correggere i valori di backoff e attenuation, sull'integratore regolare il valore ATTEN fino ad ottenere un segnale all'integratore che sia intorno al valore 1024 (verificare con il tasto LEVEL) solitamente Backoff 16~17, Attenuation 4096, ATTEN 1024

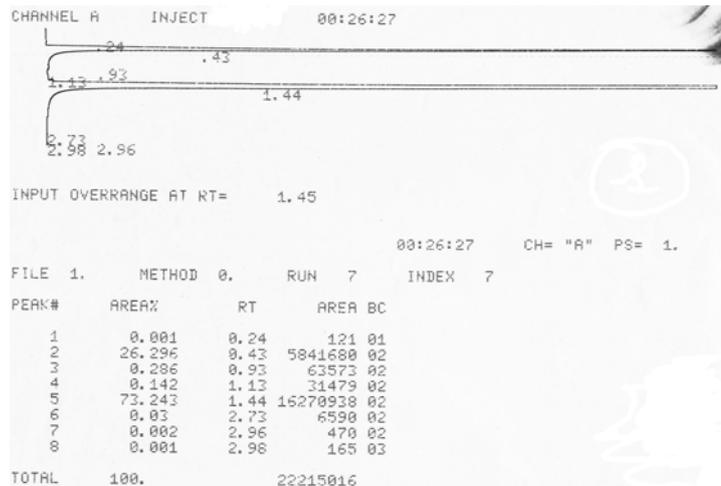
Analisi preliminare (qualitativa)

Iniettare in colonna 2 μ L di miscela standard costituita dal 25% di ogni alcol che è possibile trovare nella miscela incognita. Registrare i risultati ottenuti.

Iniettare in colonna 2 μ L di miscela incognita. Registrare i valori ottenuti e confrontarli con i precedenti. I picchi che presentano tempo di ritenzione uguale o simile possono essere così facilmente individuati (figura), naturalmente si ignorano i picchi di rumore generati da impurezze.

Provare ad iniettare quindi 2 μ L di miscela contenente le sostanze che si presuppone compongono il campione incognito. Confrontare i dati ottenuti e verificare l'esattezza della valutazione.

Nel nostro caso la miscela incognita è costituita da etanolo e 1-propanolo.

Analisi quantitativa

```

TIME          FUNCTION  VALUE
IT= 2.5      TF=" ER  IV=
TT=

METHOD NUMBER:MN= 1
IF NV=0 THEN NO CALIB
IF NV=1 THEN NORMAL CALIB
NUMBER OF LEVELS:NV= 1
INJECTIONS/LEVEL:INJ/LEV= 1
TOTAL CALIB INJECTIONS,RC= 1.
COMPONENT TABLE...
RET TIME      CONC      NAME
RT= 0.41      CC= 50      CN=" ETANOLO
RT= 1.35      CC= 50      CN=" PROPANOLO
RT=
RRT REF PEAK:RP(I)= 1.35
RRT REF PEAK:RP(I)=
RF REF PEAK:IP= 1.35
SAMPLE TABLE...
ANALYST:AN=" DEDE
INJECTIONS/SAMPLE:RA=
SAMPLES BETWEEN CALIB:CI=
CONC UNITS:CU=" %
SAM IDX  NAME      SCALE FACTOR
SI= 1     SN="      XF=
SI=

```

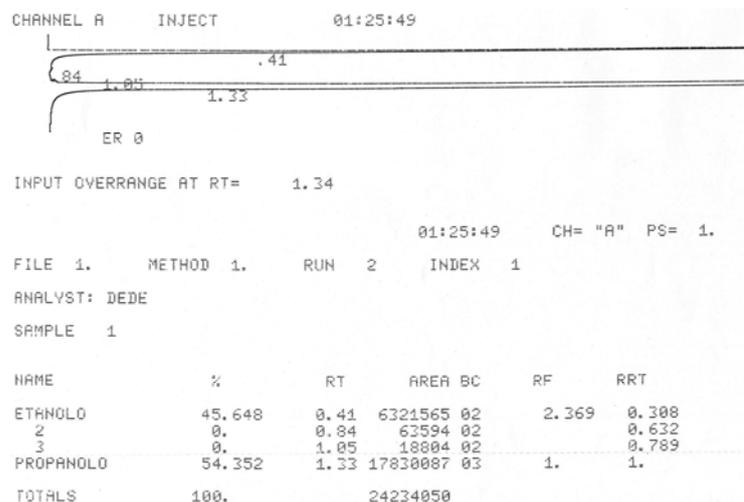
Per eseguire l'analisi quantitativa si imposta nello strumento la composizione della nostra miscela standard preparata dopo aver stabilito la composizione della miscela incognita. In base ai tempi di ritenzione delle sostanze e al loro valore di concentrazione nello standard, lo strumento calcola automaticamente il fattore di risposta di ogni sostanza, relativo al suo tempo di ritenzione, applicando il calcolo all'analisi della miscela incognita.

Una volta determinati i tempi di ritenzione della miscela standard, preparata accuratamente si imposta il dialogo nello strumento come da schema:

Impostando i valori come da immagine si prepara il gascromatografo in modo che riconosca ad ogni tempo di ritenzione una certa sostanza e gli si danno i parametri su cui fare l'analisi come la composizione dello standard, le unità di misura utilizzate, i riferimenti di correzione ecc...

Elaborazione Dati

Dopo aver impostato il dialogo con l'integratore si esegue un'iniezione di 2 μ L del campione incognito. Questi sono i risultati:



Osservazioni

I tempi di ritenzione cambiano, anche se di poco, al variare delle sostanze presenti nella miscela: è quindi opportuno eseguire più analisi per determinare correttamente il campione.

Per tutta l'analisi una volta definita una certa programmata di temperatura essa deve essere mantenuta, in quanto i tempi di ritenzione sono molto influenzati da essa.

Nelle immagini c'è un'errore di immissione, al posto di propanolo si deve considerare 1-pentanololo.

Conclusioni

La miscela incognita è quindi composta da:

- 45,648% di Etanolo
- 54,352% di 1-Pentanololo

Valutazione del rischio chimico

Reattivo: Pentanolo

Classificazione di pericolosità: Xn Nocivo

Valore di rischio = 4

Classificato come rischio moderato

Fraasi di rischio: 10 20

Indice di pericolosità intrinseca (P): 4

Vie di assorbimento: inalatoria

Si tratta di una sostanza organica
allo stato liquido

con T°ebollizione = 137,8 °C

T°operativa = 20 °C

presenta quindi media volatilità

Quantità utilizzata: meno di 0,1 kg

La disponibilità è bassa poiché D = 1

Tipo di utilizzo: uso controllato

Il livello di tipologia d'uso è basso poiché U = 1

Tipologia di controllo: aspirazione localizzata

Il livello di tipologia di controllo è basso poiché C = 1

Tempo di esposizione giornaliero: da 15 min a 2 ore

L'intensità esposizione è bassa poiché I = 1

Distanza degli esposti dalla sorgente: meno di 1 metro

Sub-indice d = 1

Indice di esposizione per via inalatoria = 1

Tipologia di contatto: contatto accidentale

Indice di esposizione per via cutanea: media poiché Ecuta = 3

Rischio inalatorio = 4

Rischio cute = 12

Rischio cumulativo = 13

Norme generali protettive e di igiene del lavoro

Lavarsi le mani prima dell'intervallo o a lavoro terminato.

Valutazione del rischio chimico

Reattivo: Butan-1-olo

Classificazione di pericolosità: Xi Irritante

Valore di rischio = 11

Classificato come rischio moderato

Fraasi di rischio: 10 36/37 67

Indice di pericolosità intrinseca (P): 3,5

Vie di assorbimento: inalatoria

Si tratta di una sostanza organica
allo stato liquido

con T°ebollizione = 100 °C

T°operativa = 20 °C

presenta quindi media volatilità

Quantità utilizzata: meno di 0,1 kg

La disponibilità è bassa poiché D = 1

Tipo di utilizzo: uso controllato

Il livello di tipologia d'uso è basso poiché U = 1

Tipologia di controllo: ventilazione generale

Il livello di tipologia di controllo è medio poiché C = 2

Tempo di esposizione giornaliero: da 15 min a 2 ore

L'intensità esposizione è medio/bassa poiché I = 3

Distanza degli esposti dalla sorgente: meno di 1 metro

Sub-indice d = 1

Indice di esposizione per via inalatoria = 3

Tipologia di contatto: contatto accidentale

Indice di esposizione per via cutanea: media poiché Ecute = 3

Rischio inalatorio = 11

Rischio cute = 11

Rischio cumulativo = 15

Norme generali protettive e di igiene del lavoro

Lavarsi le mani prima dell'intervallo o a lavoro terminato.

Consigliati guanti protettivi e occhiali.

Valutazione del rischio chimico

Reattivo: Propanolo

Classificazione di pericolosità: Xi Irritante; F Infiammabile

Valore di rischio = 4

Classificato come rischio moderato

Fraasi di rischio: 11 41 67

Indice di pericolosità intrinseca (P): 3,5

Vie di assorbimento: inalatoria

Si tratta di una sostanza organica
allo stato liquido

con T°ebollizione = 97 °C

T°operativa = 20 °C

presenta quindi media volatilità

Quantità utilizzata: meno di 0,1 kg

La disponibilità è bassa poiché D = 1

Tipo di utilizzo: uso controllato

Il livello di tipologia d'uso è basso poiché U = 1

Tipologia di controllo: aspirazione localizzata

Il livello di tipologia di controllo è basso poiché C = 1

Tempo di esposizione giornaliero: da 15 min a 2 ore

L'intensità esposizione è bassa poiché I = 1

Distanza degli esposti dalla sorgente: meno di 1 metro

Sub-indice d = 1

Indice di esposizione per via inalatoria = 1

Tipologia di contatto: contatto accidentale

Indice di esposizione per via cutanea: media poiché Ecute = 3

Rischio inalatorio = 4

Rischio cute = 11

Rischio cumulativo = 11

Norme generali protettive e di igiene del lavoro

Lavarsi le mani prima dell'intervallo o a lavoro terminato.

Indossare guanti leggeri in PVC o PE.