

Chromatografi – analyse af cellulosefortynder

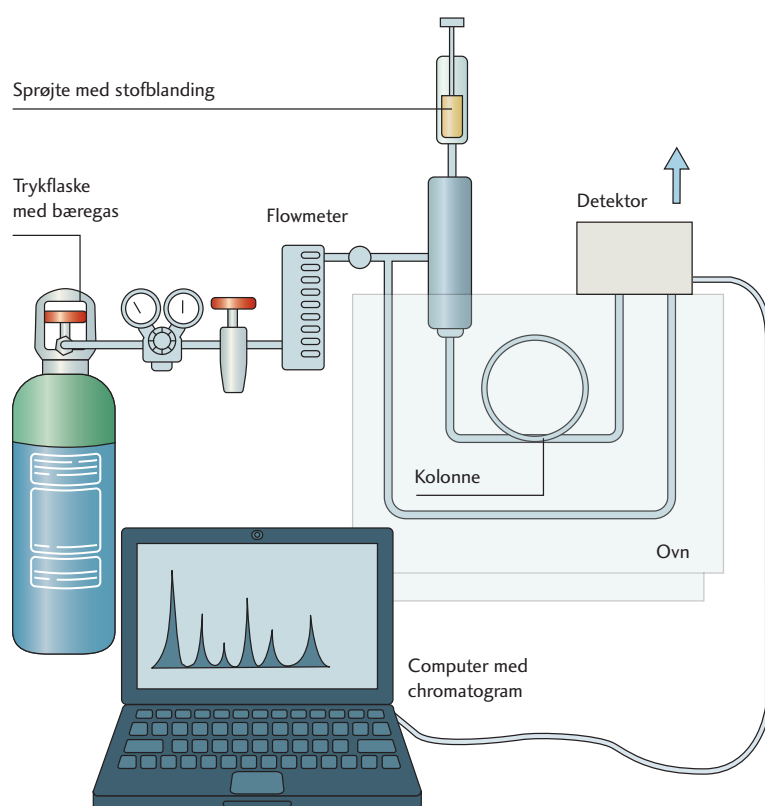
Kapitel 7: Naturstoffer – på sporet af stoffer

Problemstilling

Cellulosefortynder består af en blanding af organiske væsker og er et opløsningsmiddel, der benyttes til opløsning af lak og mineralolie samt til rensning af pensler og malerruller.

Der findes forskellige slags cellulosefortynder på markedet. Ved en gaschromatografisk analyse skal I undersøge, om sammensætningen af en cellulosefortynder stemmer overens med opløsningsmidlets datablad. Typisk består cellulosefortynder hovedsageligt af tre stoffer, fx toluen, 4-methylpentan-2-on ("methyl-isobutylketon", MIBK) og propanon. Hos nogle fabrikanter erstattes 4-methylpentan-2-on med propan-2-ol.

Teori Gaschromatografi, GC



Figur Fra venstre mod højre: trykflaske med bæregas, manometer til aflæsning af gastryk, lille ventil, flowmeter. En bæregas ledes fra en trykflaske gennem kolonnen, som er opvarmet til en passende temperatur. Stofblandingen sprøjtes ind i kolonnen og registreres af en detektor ved udgangen af kolonnen. På computeren optages et chromatogram af den analyserede stofblanding.

Ved gaschromatografi er den mobile fase en gennemstrømmende gas, helium eller dinitrogen, der føres hen over den stationære fase bestående af en tyktflydende væske eller en polymer i en kolonne. (Kend Kemien 3, side 191, og Kend Kemien 1, side 34-37).

Detektoren registrerer retentionstiden og mængden af stof, efterhånden som de enkelte stoffer i blandingen kommer ud af kolonnen. I et chromatogram er retentionstiden afsat ud ad førsteaksen. Forskellige toppe i et chromatogram repræsenterer forskellige stoffer i en blanding, og arealet af en top er proportional med stofmængden af det stof, der har passeret kolonnen.

Forarbejde

1. Skriv strukturformlerne for de fire omtalte forbindelser i problemstillingen.
2. Argumenter for, at stoffernes kogepunkt, polaritet i forhold til kolonnematerialets polaritet og deres rumlige opbygning har betydning for deres retentionstid.
3. Hvilket af de førstnævnte tre stoffer er mest polært?
4. Hvilket er upolært?
5. I hvilken rækkefølge forventer du toppenes placering?
6. Hvilke R- og S-sætninger gælder for de fire omtalte forbindelser i problemstillingen?
7. Læs et datablad for en cellulosefortynder.

Udførelse

Noter mærket på cellulosefortynderen.

Chromatografen indstilles til 122 °C, og flowhastigheden, dvs. farten af gennemstrømningen af helium, sættes til 1,25 mL/s

I bægerglassene, der nummereres, hældes væsker (rene stoffer eller blandinger) under kraftig udsugning.

1. 10 mL toluen
2. 10 mL MIBK¹
3. 10 mL propanon
4. 10 mL cellulosefortynder
5. 5 mL toluen + 5 mL cellulosefortynder
6. 5 mL MIBK² + 5 mL cellulosefortynder
7. 5 mL propanon + 5 mL cellulosefortynder

Chromatografering

Med hamiltonsprøjten sprøjtes efter tur 2 mL af hver af væskerne 1 – 7 ind i chromatografens *upolære kolonne*, og et chromatogram optages af hvert stof eller stofblanding.

Apparatur

Fælles

- gaschromatograf
- hamiltonsprøjte

Hvert hold

- bægerglas, 7 × 25 mL
- måleglas, 4 × 10 mL

Kemikalier

- toluen
- 4-methylpentan-2-on (MIBK) eller propan-2-ol
- propanon (acetone)
- cellulosefortynder

Sikkerhed



- udsugning
- handsker
- briller

¹ Evt. propan-2-ol, afhængig af datablad for den undersøgte cellulosefortynder.

² Evt. propan-2-ol, afhængig af datablad for den undersøgte cellulosefortynder.

Bortskaffelse

Væskerne opsamles i dunk til organisk affald.

Efterbehandling

1. Identificer toppene i chromatogrammet og bestem de relative arealer.³
2. Er stofferne i cellulosefortynderens datablad (fra problemstillingen) påvist?
3. I bekræftende fald, i hvilke omtrentlige volumenforhold findes de i cellulosefortynder af mærket _____?

³ Ved analog udskrift husk da at markere pennens position på papiret på indsprøjtningstidspunktet, papirfremføringshastigheden, flowhastighed og væskenummer ud for de enkelte chromatogrammer.