

## E X P E R I M E N T Á L N A T E C H N I K A

### Vyhodnocovanie chromatogramov pri chromatografii plyn—kvapalina číselníkovým úchylkomerom

J. HRIVŇÁK

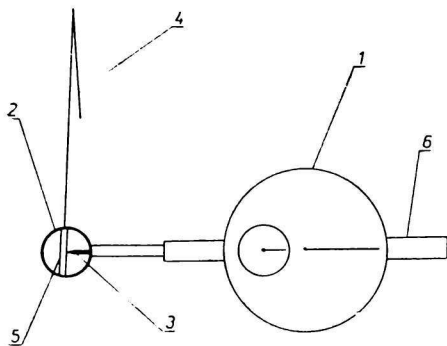
*Výskumný ústav agrochemickej technológie, Bratislava*

Na vyhodnocovanie chromatogramov pri chromatografii plyn—kvapalina sa použil číselníkový úchylkomer, ktorým sa podstatne znížili chyby pri výpočte plôch pod elučnými vlnami zo súčiny výšky a šírky vlny v jej polovičnej výške.

Voľba metódy kvantitatívneho vyhodnocovania chromatogramov je jedným z faktorov určujúcich konečnú presnosť analýzy [1, 2].

V mnohých prípadoch presnosť vypočítania plochy pod elučnou vlnou je podstatne nižšia než relatívna chyba zapisovacieho zariadenia, ktorá pri moderných prístrojoch je pod  $\pm 1\%$ .

Výpočet plochy pod elučnou vlnou násobením jej výšky šírkou v polovičnej výške je jednoduchý a rýchly [3, 4]. Túto metódu možno použiť pri symetrických vlnách. Ak sú však vlny veľmi úzke, vnáša sa pri odčítaní šírky veľká chyba. Použitie číselníkového úchylkomera, upraveného podľa obr. 1, umožňuje podstatné zníženie chyby odčítania.



Obr. 1. Upravený číselníkový úchylkomer.  
1. číselník; 2. lupa zväčšujúca 5 krát; 3. ihla s mierne otupeným hrotom; 4. elučná vlna; 5. zväčšená časť elučnej vlny v polovičnej výške; 6. posuvné ramienko.

Spôsob merania vidieť na obr. 1. Hrot ihly úchylkomera v nulovej polohe nastavíme na vonkajší okraj čiary v polovičnej výške vlny tak, aby smer posunu úchylkomera bol rovnobežný s nulovým záznamom registračného zariadenia. Úchylkomer pritlačíme na papier a ramienko 6 posúvame, kým hrot ihly nedosiahne vnútorný okraj protitahlej čiary, a odčítame. Týmto súčasne dosiahneme elimináciu hrúbky pera zapisovacieho zariadenia.

Faktory, ktoré ovplyvňujú reprodukovateľnosť tejto metódy, sú: kvalita atramentu, papiera a pera zapisovacieho zariadenia. V tab. 1 sú uvedené stredné chyby

Tabuľka 1  
Stredná chyba širok v intervale 1—10 mm

Šírka (mm)	1	2	4	6	8	10
$S'$ (mm)	0,0084	0,0099	0,0098	0,0117	0,0130	0,0138
$d \varnothing$ (%)	0,84	0,49	0,24	0,19	0,16	0,14

Tabuľka 2  
Stredné chyby plôch v intervale 50—500 mm<sup>2</sup>

Plocha (mm <sup>2</sup> )	50	100	200	300	400	500
$S'$ (mm <sup>2</sup> )	0,46	0,53	0,57	0,60	0,68	0,79
$d \varnothing$ (%)	0,92	0,53	0,29	0,20	0,17	0,16
Plocha (mm <sup>2</sup> )	25	75	200	600		
$S'$ (mm <sup>2</sup> )	4,80	9,38	8,52	14,6		[5]
$d \varnothing$ (%)	19,2	12,5	4,3	2,4		[5]

$\left( S' = \pm \sqrt{\frac{\Sigma \Delta^2}{n-1}} \right)$  z desiatich meraní širok vln (1 — 10 mm) za použitia registračného prístroja Speedomax mod. G a papiera fy Carlo Erba (Milano).

Stredné chyby plôch odmeraných touto metódou sme porovnali (tab. 2) s údajom v literatúre [5]. Merania sme opakovali desaťkrát a výšky vln (okolo 5 cm) sme odčítali pravitkom. Z tab. 2 vidieť poriadkové zlepšenie pri vyhodnocovaní plôch úchytkomerom.

Pri použití atramentu, ktorý sa na papieri rozpíja, nie je možné uvedenú presnosť dosiahnuť. Pre tento účel sa nám najlepšie osvedčili vodné roztoky organických farbív.

## ОЦЕНКА ХРОМАТОГРАММ ПРИ ГАЗО—ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ ЦИФЕРБЛАТНЫМ УКЛОНОМЕРОМ

Я. Гривняк

Исследовательский институт агрохимической технологии, Bratislava

Для оценки хроматограмм при газо—жидкостной хроматографии был применен циферблатный уклономер, которым удалось в значительной степени повизить погрешности при вычислении площадей ограниченных кривыми элюции. Эти площади получились умножением высоты кривой на ширину взятой в половине высоты. Относитель-

ные погрешности при вычислении площадей приведенным методом не превышают  $\pm 1\%$ . Факторы, оказывающие влияние на воспроизводимость являются качество чернил, бумаги и пера регистрационной установки.

*Preložil M. Fedoroňko*

## AUSWERTUNG DER CHROMATOGRAMME IN DER GAS—FLÜSSIGKEIT- CHROMATOGRAPHIE MIT HILFE EINER MESSUHR

J. Hrivňák

Forschungsinstitut für agrochemische Technologie, Bratislava

Zur Auswertung der Chromatogramme in der Gas—Flüssigkeit-Chromatographie wurde eine Messuhr benutzt, durch deren Anwendung die Fehler bei der Berechnung der Flächen unterhalb der Elutionsberge aus dem Produkt der Höhe und Breite des Berges, gemessen in dessen halber Höhe, wesentlich verringert werden. Die relativen Fehler der nach dieser Methode berechneten Flächen liegen unterhalb  $\pm 1\%$ . Faktoren, die die Reproduzierbarkeit dieser Methode zu beeinträchtigen vermögen, sind die Qualität der Tinte, des Papiers und der Feder der Registriervorrichtung.

*Preložil K. Ullrich*

## LITERATÚRA

1. Pecsok R. L., *Principles and Practice of Gas Chromatography*, 144. John Wiley, New York 1959.
2. Janák J., *J. Chromatography* **3**, 308 (1960).
3. Cremer E., Müller R., *Z. Elektrochem.* **55**, 217 (1951).
4. Šingliar M., *Plynová chromatografia v praxi*, 68. Slovenské vydavateľstvo technickej literatúry, Bratislava 1961.
5. Krejčí M., Janák J., *Chemie* **10**, 264 (1957).

Do redakcie došlo 17. 7. 1963

*Adresa autora:*

*Inž. Ján Hrivňák, C. Sc., Výskumný ústav agrochemickej technológie, Bratislava.*