

Minta oldószertartalmának gázkromatográfiás meghatározása belsőstandarddal

A meghatározás elve: a vivőgázba került gőz állapotú minta alkotói az állófázison végighaladva, eltérő adszorpciójuk miatt, az oszlop végére érve egymástól elkülönülnek. Az alkotók kromatográfiás csúcsainak területe a belső standard területéhez viszonyítva arányos lesz a mintabeli koncentrációkkal. Az alkotók koncentrációja kalibrációs egyenes alapján számítható.

Készülékek: Shimadzu GC-14B gázkromatográf, CR5-A kétcsatornás integrátor.

A feladathoz szükséges anyagok, eszközök: etanol és *i*-propanol, ioncserélt víz, 10 cm³-es mérőlombikok, 100-1000 µl-es automata pipetta, műanyag mintatartók, 10 µl-es Hamilton fecskendő (gyakorlatvezetőtől).

Mérés menete

1. Háromtagú, etanol tartalmú, kalibráló oldatsorozat készítése: 2,0-3,5 és 5,0 v%-os összetétellel, 2,5 v% *i*-propanol belső standarddal (az etanol és *i*-propanol térfogata számítandó).
 2. Minta: az etanolt felcímkézett 10 cm³-es mérőlombikkal beadni. A visszkapott lombikba annyi *i*-propanolt tesz, hogy az, *i*-propanolra nézve 2,5 v%-s legyen. A lombikot ioncserélt vízzel jelre állítja és homogenizálja.
 3. Készüléktesztön a nyomásmérők ellenőrzése: „Hydrogen” 50 kPa, Carrier(P): 200 kPa, Carrier(M): kb.: 80 kPa. (ha nem jók, szólni a gyakorlatvezetőnek!).
 4. Kromatográf és számítógép bekapcsolása.
 5. TCD bekapcsolása (GC jobb oldalán), GC-billentyűzeten: DET→4→↵*, CURR→75→↵.
 6. Termosztát hőmérséklet: COL/AUX1→INIT TEMP→120→↵.
 7. Injektor hőmérséklet: INJ/AUX2→140→↵.
 8. Detektor hőmérséklet: SHIFT DOWN→DET_T/TCD_T→200→↵.
 9. HEATER (zöld fűtéskapcsoló a GC-n) bekapcsolása, →START
 10. Számítógépen: ATTEN →3 ↵, SPEED→3 ↵, MONITOR→CH1.
 11. Alapvonalat állít: a TCD egység COARSE (durva) és FINE (finom) szabályzóival 100-500 µV közé. Alapjel eltolódás 20 µV/percet ne haladja meg.
 12. A minták 1,0 µl-ét injektálja, INJ/END/1 gombbal indítja az adatrögzítést. A második csúcs után INJ/END/1 gombbal leállítja a felvételt.
 13. Kromatografálja a többi mintát, az előzőekkel azonosan.
 14. A papírt a PAPER FEED gombbal kitolja, letépi.
 15. Visszaállítja a termosztát hőmérsékletét: COL/AUX1→INIT TEMP→25→↵.
 16. Az injektor hőmérsékletét: INJ/AUX2→25→↵.
 17. A detektor hőmérsékletét: DET_T/TCD_T→25→↵.
 18. HEAT kikapcsolása, FID kikapcsolása.
 19. Kikapcsolja a kromatográfot, a készülékajtót kitarja. Kikapcsolja a számítógépet. Zárja a nitrogén csapját, ha más már nem használja.
 20. Kalibrációs egyenest készít táblázatkezelővel. Az etanol kalibráló oldataira kapott csúcsterületek és a hozzájuk tartozó belsőstandard területek hányadosait a koncentrációk függvényében ábrázolja. Az egyenes egyenletéből számítja a minta etanol tartalmát.
- Beadandó: a kalibrációs egyenes, a minta számított etanol tartalma. Adatok a jegyzőkönyvhöz: oszlop hossza 1 m, töltet anyaga PORAPAK Q, vivőgáz: N₂, detektor: FID, és a hőmérsékletprogram.

↵*= enter