

Minta oldószertartalmának gázkromatográfiai meghatározása

A meghatározás elve: a vivőgázba került gőzállapotú minta alkotói az állófázison végighaladva, eltérő adszorpciójuk miatt, az oszlop végére érve egymástól elkülönülnek. Az alkotók kromatográfiai csúcsainak területe arányos lesz a mintabeli koncentrációkkal. Az alkotók koncentrációja kalibrációs egyenes alapján számítható.

A feladathoz szükséges anyagok, eszközök: metanol és etanol 5-5 v%-os törzsoldatai, ioncserélt víz, 100 cm³-es mérőlombikok, büretták. GC-14A gázkromatográf, Waters 746 számítógép.

Mérés menete

1. Két tagú, **közös** kalibráló oldatsorozat készítése két anyagból: metanolra 0,1 és 0,5v%-os, illetve etanolra 0,1 – 0,5 v%-os, a törzsoldatok összemérésével 100 cm³-es mérőlombikokban.
2. Minta: bürettába töltött törzsoldatokat felcímkézett 100 cm³-es mérőlombikkal beadni. A visszakapott lombikot ioncserélt vízzel jelre állítani, homogenizálni.
4. Készülékten nyomásmérők ellenőrzése: Air: 0,5 bar; Hydrogen: 0,5 bar; Carrier(P): 2 bar; Carrier(M): kb. 0,4-0,6 bar hidegen, melegen 1 bar (**ha nem jók, szólni a gyakorlatvezetőnek**).
5. Kromatográf és számítógép bekapcsolása.
6. Termosztát hőmérséklet: COL/AUX1 → INIT TEMP → 160 → ↵ (ENTER)
7. Injektor hőmérséklet: INJ/AUX2 → 170 → ↵.
8. Detektor hőmérséklet: DET_T/TCD_T → 180 → ↵.
9. HEAT bekapcsolása, majd → **START**
10. FID begyűjtését a gyakorlatvezetőtől kéri, majd bekapcsolja a FID-et, beállítja az erősítést: Range. 3 → ↵.
11. Számítógép bekapcsolása: Waters 746 integrátor hátoldalán, jobbra található főkapcsoló.
12. Waters 746 beállítása: CHART SPEED: 1; ATTEN: 4 (ENTER), majd PLOT AUTO-val bekapcsolja az automatikus rajzolást. Ekkor a papíron megjelenik: **PLOT „A” AUTO**. Ha „PLOT B AUTO” jelenik meg, nyomja meg ismét! Zérózza a detektort AUTO ZERO megnyomásával.

[Ha a C-R5A számítógép áll rendelkezésre (csatornaszámot – CH1/CH2 – a gyakorlatvezető adja). Beállítandó: FILE=1 → ↵, ATTEN → 2 SPEED → 5, MONIT → CH1. A számítógépen alapvonalat állít: MONITOR → CH1, a FID egység ZERO szabályzójával 10-50 μV közé.]

12. Ha az alapvonal jó, injektálja az első oldat 1,0 μl-ét, $\frac{INJ}{END} A$ -val felvételt indít. Második csúcs után ugyanezen gombbal leállítja a felvételt. Még kétszer kromatografálja az oldatot.
13. Kromatografálja a további oldatokat a 13. ponttal azonosan.
14. Papírt SPEED-del előtolja, letépi.
15. Termosztát hőmérséklet: COL/AUX1 → INIT TEMP → 25 → ↵.
16. Injektor hőmérséklet: INJ/AUX2 → 25 → ↵.
17. Detektor hőmérséklet: DET_T/TCD_T → 25 → ↵.
18. HEAT kikapcsolása, FID detektor kikapcsolása (kromatográfon).
19. Kikapcsolja a kromatográfot, a készülékajtót kitarja. Kikapcsolja a számítógépet. Zárja a nitrogén és hidrogén csapját.
20. Kiszámítja az összetartozó csúcsok területeinek számtani átlagát. Kalibrációs egyeneseket illeszt táblázatkezelővel a metanol és az etanol kalibráló oldataira kapott csúcsterület átlagokra a koncentrációk függvényében. Az egyenesek egyenleteiből számítja a minta metanol és etanol tartalmát. Az összetartozó csúcsok terület adataira kiszámítja a szórás!

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

Beadandó: a minta metanol és etanol tartalma, szórások. Adatok a jegyzőkönyvhöz: oszlop hosszúsága 1 m, töltet anyaga PORAPACK Q, vivőgáz: N₂, detektor: FID, + a hőmérsékletprogram.