

## Minta oldószertartalmának meghatározása gázkromatográfiás, külső standard kalibrációval,

**A meghatározás elve:** a vivőgázba került gőzállapotú minta alkotói az állófázison végighaladva, eltérő adszorpciójuk miatt, az oszlop végére érve egymástól elkülönülnek. Az alkotók kromatográfiás csúcsainak területe arányos lesz koncentrációjukkal. Az alkotók koncentrációja a kalibrációs egyenes alapján számítható.  
**A feladathoz szükséges anyagok, eszközök:** metanol és etanol 10-10v%-os törzsoldatai, ioncserélt víz 100 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikok, büretták.

### Mérés menete

1. Két tagú, közös kalibráló oldatsorozat készítése a két anyagból: metanolra 0,2 és 1v%-os, illetve etanolra 0,2-1v%-os, a törzsoldatok összemérésével.
2. Minta: bürettába töltött törzsoldatokat felcímkézett 100 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikkal beadni. A visszkapott lombikot ioncserélt vízzel jelre állítani, homogenizálni.
3. Fali gázelosztó nitrogén és hidrogén csapjának nyitása, kompresszor bekapcsolása (leeresztőcsap zárása).
4. Készülékten nyomásmérők ellenőrzése: Air: 0,5; Hydrogen: 0,5; Carrier(P): 2; Carrier(M): kb.: 0,4-0,6 (ha nem jók, szólani a gyakorlatvezetőnek).
5. Kromatográf és számítógép bekapcsolása.
6. Termosztát hőmérséklet: COL/AUX1 → INIT TEMP → 160 → ↓.
7. Injektor hőmérséklet: INJ/AUX2 → 170 → ↓.
8. Detektor hőmérséklet: DET\_T/TCD\_T → 180 → ↓.
9. HEAT bekapcsolása → **START**
10. FID bekapcsolása, detektor begyújtása a gyakorlatvezetővel.
11. Számítógépen: FILE=1 → ↓, ATTEN → 5, SPEED → 5, MONIT → CH1.
12. A számítógépen alapvonalat állít: MONIT → CH1, a FID egység ZERO szabályzójával 10-50 μV közé.
13. Ha az alapvonal jó, injektálja az első oldat 1,0 μl-ét, START/STOP1-gyel felvételt indít. Második csúcs után START/STOP2-vel leállít. Még kétszer kromatografálja az első oldatot.
12. Kromatografálja a további oldatokat a 13-kal azonosan.
13. 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 csúcsokra területeiből kiszámítja a szórást!

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

**Beadandó:** a minta metanol és etanol tartalma, szórások. Adatok a jegyzőkönyvhöz: oszlop hosszúsága 1 m, töltet anyaga PORAPACK Q, vivőgáz: N<sub>2</sub>, detektor: FID, + a hőmérsékletprogram.