

Oldószer azonosítása gázkromatográfián

Mérés elve: a vivógázba juttatott minta gőzei az állófázissal érintkezve, eltérő adszorpciójuk miatt, az oszlop végén egymástól elkülönülve jelennek meg. Az oszlophoz csatlakozó hővezetésmérő detektorba jutva, a minta alkotói kromatográfiás csúcsok alakjában lesznek megjelenítve.

Készülékek: GC-14B gázkromatográf, C-R5A számítógép.

Anyagok, eszközök: szerves oldószer cseppentős üvegben, ioncserélt víz, nitrogén vivógáz, 10 ml-es mérőlombikok, 10 µl-es Hamilton-fecskendő, analitikai mérleg.

Minta: az elkészített vizes oldószerkeleget, és személyenként egy darab címkézett, tiszta, üres műanyag mintatartó beadása.

Mérés menete

1. Oldószerkeleget készítése: 10 ml-es mérőlombikba kb. félig ioncserélt vizet tölt, analitikai mérlegen tárazza a lombikot, cseppentős üvegből a lombikba bemér 2,0 g ($\pm 0,05$ g) szerves oldószer. A tényleges bemérést feljegyzi és a jegyzőkönyvben is dokumentálja. Jelre állít ioncserélt vízzel, homogenizál.
2. Fali gázelosztó nitrogén csapjának nyitása.
3. Készülékellenőrzés a nyomásmérők ellenőrzése: „Hydrogen” 50 kPa, Carrier(P): 300 kPa, Carrier(M): kb.: 40-60 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→ 150→ ↓.
7. Injektor hőmérséklet: INJ/AUX2→ 160→ ↓.
8. Detektor hőmérséklet: SHIFT DOWN→ DET_T/TCD_T→ 200→ ↓.
9. **HEATER** (zöld fűtéskapcsoló a GC-n) bekapcsolása, → **START**
10. Számítógépen: ATTN → 5 ↓, SPEED→ 5 ↓, 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. Beinjektálja az első oldószer 1,0 µl-ét és START/STOP1-vel felvételt indít. Figyeli a számítógépen az alapvonal emelkedéseit. Első csúcs a víz, második csúcs az oldószer. Felvétel leállítása: START/STOP1.
13. Kromatografálja a többi standardot, majd a mintát.
14. Papírt FEED-del előtolja letépi.
15. Kikapcsolás, GC-billentyűzeten: CURR→ 0 → ↓, DET→ 2→ ↓.
16. Termosztát hőmérséklet: COL/AUX1→ INIT TEMP→ 25→ ↓.
17. Injektor hőmérséklet: INJ/AUX2→ 25→ ↓.
18. Detektor hőmérséklet: SHIFT DOWN→ DET_T/TCD_T→ 25→ ↓.
19. HEATER kikapcsolása, TCD detektor kikapcsolása (kromatográfon), sípolásnál CE.
20. Kikapcsolja a kromatográfot, a készülékajtót kitarja. Kikapcsolja a számítógépet. Zárja a nitrogén csapját.

Beadandó: a kötelező jegyzőkönyvi elemeken kívül, a vizsgált oldószer neve és tömegkoncentrációja (bemérés alapján) g/10 cm³-ben, az abszolút-, és a vízhez számított redukált retenciók percben.

Az ismeretlen összetételű mintára kapott eredmények és retenciók, a mérés paraméterei, a minta kromatogramja (Paraméterek - oszlop: 1 m-es üveg, töltet: PORAPAC Q adszorbens, vivógáz: N₂, detektor: TCD).